

液氮低温恒温器内密封件的维修改造

王娴, 袁震

(中国科学院大学 化学研究所 分析测试中心, 北京 100190)

摘要: 稳态瞬态荧光光谱的变温测试中, 需要经常应用液氮低温恒温器以调控样品的测试温度。但长时间工作于低温环境下, 原先金属钢丝密封件出现劳损, 导致恒温器真空度下降, 恒温性能变差。为此基于弹簧蓄能密封圈的真空密封方式, 重新设计高真空法兰套组。改造后的低温恒温器, 通过常温氦气密封性能试验, 漏率为 $10^{-11} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$ 。弹簧蓄能密封设计保障了液氮低温恒温器的稳定持续运行, 节省了大量的国际维修时间和高昂的返厂维修费用。

关键词: 液氮低温恒温器; 弹簧蓄能密封圈; 钽密封; 高真空法兰

Maintenance and Reconstruction of the Sealing Element in Liquid Nitrogen Cryostat

Wang Xian, Yuan Zhen

(Institute of Chemistry, Chinese Academy of Sciences, Center for Physicochemical Analysis and Measurement,
Beijing 100190, China)

Abstract: Liquid nitrogen cryostat is a device used to control the sample temperature during the emission spectrum test by fluorescence spectrometer. However, working under a low-temperature environment for a long time, the original indium wire seals were damaged, leading to the vacuum degree of the cryostat decreased, and temperature persistence became poor. Therefore, based on the vacuum sealing mode of spring energized seal ring, the ultra-high vacuum flange sleeve group is redesigned. The leakage rate reaches $10^{-11} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$ through helium sealing performance test of the modified cryostat. The design of the spring energized seal ensures the stable and continuous operation of the liquid nitrogen cryostat, saving a lot of international maintenance time and high maintenance costs.

Keywords: Liquid nitrogen cryostat; Spring energized seal ring; Indium seal; High vacuum flange

2016年购置的液氮低温恒温器（图1，牛津公司生产，型号为OptistatDN），温度变化范围在77-300 K，包括加热器和铂温度传感器。常与实验室一台爱丁堡公司生产的稳态瞬态荧光光谱仪（型号为FLS980）配套使用，用于发光光谱的变温测试。此外配置了一台转动叶片真空泵（WIGGENS公司生产，型号为R-8SN），用于低温恒温器内真空腔抽真空。如图1所示，该样品腔三面透光，一面挡板。其中，三个内腔石英窗片，对应三个外腔石英窗片。通过调整氮气流速阀，恒温器的温度稳定性保持在 ± 0.5 K（超过10 min）。2021年上半年设备出现漏气故障，加入液氮冷源介质后，恒温器外表面大面积结霜。应用氦气真空仪检测故障恒温器各部位的漏率，发现漏点集中在内腔窗片与法兰的接缝处。接缝处是由基于钢丝密封的法兰固件和内窗片盖板组成，长时间低温操作环境导致真空密封件整体疲劳受损，更换钢丝后恒温器仍会出现较大漏率。本工作基于弹簧蓄能密封圈常温和低温下优越的自密封性能，重新设计了更方便更换的真空法兰件。改造后的液氮低温恒温器，温度稳定性达到出厂水平，配合荧光光谱仪测试正常。



图1 液氮低温恒温器 OptistatDN

1 液氮低温恒温器故障起因

1.1 低温恒温器故障原因

恒温器加入液氮半小时后，如图2所示，恒温器表面结霜严重，温度稳定性下降，且降温达不到液氮温度。液氮腔体与外界环境有热交换，说明恒温器真空层的真空度下降。

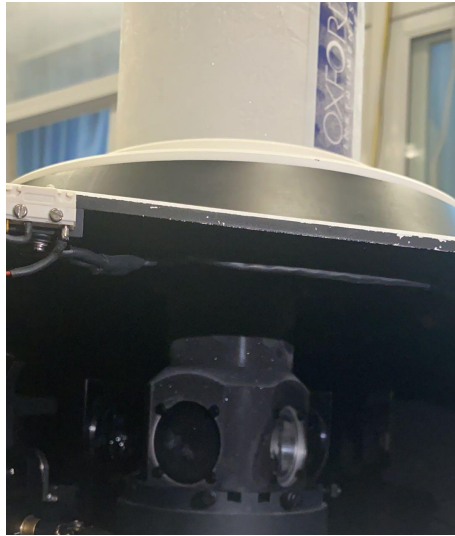


图2 液氮低温恒温器外表面结白霜

为此，应用氦气真空仪检测故障恒温器的漏点。检测内腔窗片与法兰接口处，氦气真空仪显示内漏率为 $5 \pm 4 \times 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ ，相对于高真空 $\sim 10^{-11} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 的漏率使用标准，漏率过高（图3）。



图3 氦气真空仪检测恒温器内窗漏率

结合液氮低温恒温器使用经验，造成样品腔内窗片与法兰接口处多处漏点的原因分析如下：1) 样品腔难以清洗，遗留的化学制品侵蚀内窗的石英窗片和法兰件。2) 长时间的变温操作，造成真空密封件疲劳受损。3) 密封件质量不好，法兰面损坏、法兰结合位置渗漏。

1.2 低温恒温器漏点排查

拆解下内腔的一组内窗片及法兰，如图4所示，主体可分成盖板和底座两部分。如图中蓝圈所示，钢丝密封条附着在盖板上。

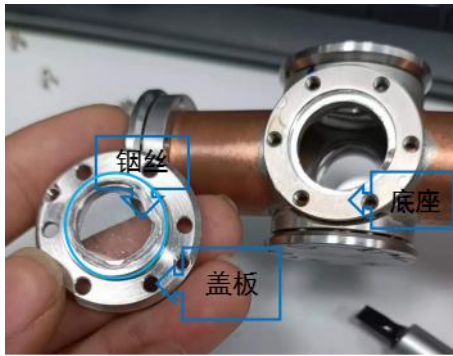


图 4 拆解下的样品腔的窗片及法兰

取下盖板放置在氦气真空仪上检测其真空度，如图 5 所示，盖板的漏率为 $1 \pm 0.5 \times 10^{-9}$ Pa·m³/s，小于 10^{-7} Pa·m³/s，但是大于 10^{-11} Pa·m³/s。这说明盖板上存在漏点，此外金属钢丝密封条与底板接触圈内也有泄漏点。钢丝密封圈长期处于低温操作环境，密封性能逐年变差，直到出现了漏气现象，进而恒温器的高真空度难以维持，恒温器恒温性能变差。

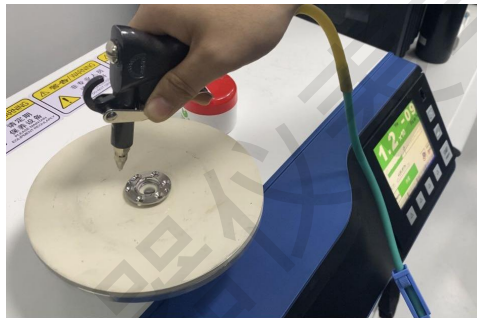


图 5 氦气真空仪检测盖板漏率

2 低温恒温器维修及改造过程

2.1 更换金属钢丝

从钢薄片（图 6）上剪取适量的钢丝。但是更换新的金属钢丝密封条后，样品腔漏率仍然较高（大于 10^{-7} Pa·m³/s）。说明法兰件在长期使用过程中或是在维修过程中，因温度变化、机械损伤、化学介质侵蚀等原因受损，出现法兰面损坏、法兰结合位置渗漏。为此需要放弃原先的钢丝密封方式，重新设计一种易于更换且低温密封性能更好的高真空密封方式。

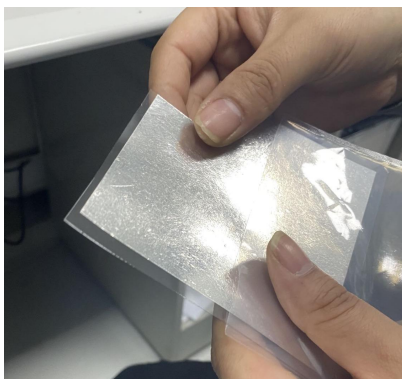


图6 金属钢薄片

2.2 基于弹簧蓄能密封圈的真空密封

弹簧蓄能密封圈，又称为泛塞密封圈，由外侧聚四氟乙烯（PTFE）夹套和内侧金属弹簧组成[1]。目前，由于弹簧蓄能密封圈在常温 and 低温下优越的自密封性能，被广泛用于超高真空、核装置、航空航天、石油、低温、特种化工、深海作业等设备上[1,2]。按照内置支撑弹簧的结构形式不同，弹簧蓄能密封圈可分为三种 V 型、C 型和 H 型结构[1]。依据液氮低温恒温器的低负载的使用环境，选用了 V 型弹簧蓄能密封圈进行后续的高真空法兰的设计（如图 7 所示，从左往右依次为盖板，石英窗片和弹簧蓄能密封圈，底座）。



图7 加工的基于 V 型弹簧蓄能密封圈的真空法兰套组

将加工的真空法兰套组组装后，放置在氦气真空仪上检测其真空度，如图 5 所示，加工套件的漏率为 $1 \pm 0.5 \times 10^{-11} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ ，相比于原先的法兰套组的漏率 $10^{-9} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ ，漏率大幅度降低，更符合高真空漏率标准。



图8 氦气真空仪检测真空法兰套组加工件漏率

图 9 展示新的装配好的内腔真空法兰套组。原先的一字螺丝更换为内六角螺丝，更易于法兰的装配及拆卸、清洗及后期维护。

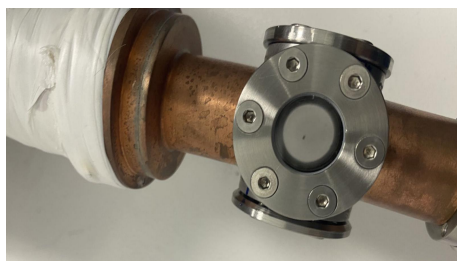


图 9 改造后的内腔

2.3 改造后液氮低温恒温器的使用

改造后的恒温器使用前，应用真空泵抽外腔真空 1 小时以上，恒温器的温度稳定性保持在 ± 0.5 K（超过 10 min）。相对于未故障前，抽真空时间大大缩短。此外，降温至 77 K 大约 20 min，与该型号恒温器的出厂标准一致。改造后的恒温器恒温性能较维修之前上升，说明基于弹簧蓄能密封圈的真空密封方式保障了液氮低温恒温器的高真空度和优越的低温运行性能。

为了验证改造后的恒温器在发射光谱的测试过程中能正常运行，在荧光光谱仪内进行溶液标品（R6G 纯水溶液）的荧光光谱测试（Xe 灯光源，490 nm 激发波长）。图 10 为，分别放置在荧光光谱仪液体样品槽（黄线）以及改造后的恒温器内（蓝线）溶液标品的归一化光谱图。对比发现该溶液标品在恒温器液体槽中测试得到的发射光谱曲线与在仪器液体样品槽中的光谱曲线高度一致。这表明重新改造后的恒温器可以适配光谱仪，输出准确的发光测试数据。

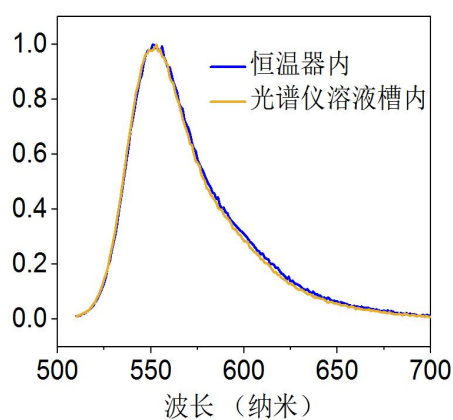


图 10 R6G 纯水溶液的荧光光谱在光谱仪液体槽和改造后的恒温器内的对比

3 结论

本文所述的液氮低温恒温器内密封件的维修改造主要是将原先的金属钢丝密封方式改善为弹簧蓄能密封方式，基于弹簧蓄能密封圈重新设计法兰盖板，盖板上内六角螺丝替换原先的一字螺丝。重新设计后的液氮低温恒温器恒温性能较故障前显著提高，且改造部件更易于日常维护，保障了恒温器的日常稳定和高真空运行。

参考文献：

- [1] 陈林. 泛塞密封圈技术发展现状[J]. 石油和化工设备, 2019, 22(9): 105-108.
- [2] 李小芬, 叶小强. 超低温弹簧蓄能密封圈密封性能及试验研究[J]. 润滑与密封, 2020, 45(11): 136-142.