

低温储罐抽真空工艺试验研究

刘凤梁 汪荣顺 张曙光 刘海波

(上海交通大学制冷与低温工程研究所, 200030)

摘要: 文中研究了低温储罐的两种抽真空工艺, 并比较了它们的抽真空时间、日漏放气率、冷态真空度以及日蒸发率等。试验结果表明, CO_2 置换抽真空工艺可以有效的降低储罐日漏放气率、提高储罐冷态真空度以及降低储罐的日蒸发率。

关键词: 抽真空工艺 抽真空时间 日漏放气率 日蒸发率 冷态真空度

1 引言

真空多层绝热是一种绝热性能非常好的绝热方式。目前, 低温储罐一般都采用此方式。这种绝热结构要求绝热夹层真空度要达到 $1.33 \times 10^{-2} \text{Pa}$ 以上。但是由于绝热材料、支承结构和储罐内外壁材料放气, 致使将夹层真空度从一个大气压 ($1.02 \times 10^5 \text{Pa}$) 抽到 $1.33 \times 10^{-2} \text{Pa}$ 真空度以上需要的时间较长。为加速抽气, 通常对储罐内外壁进行烘烤, 因此夹层抽空是一件费时、花费颇高的工作。最为重要的是, 在采用常规的抽空工艺时, 储罐夹层间的气体由于巨大的抽气阻力很难被抽除, 致使夹层内残余气体导致的漏热量较大, 因此抽空时间短、真空寿命长的抽空工艺就引起人们很大的兴趣。本文就着眼于此, 研究了两种抽真空工艺。

2 试验装置示意图及试验过程简介

2.1 试验装置示意图

试验装置主要由 2m^3 低温储罐、抽真空机组 (由 ZX-30A 型机械真空泵、ZJ-150A 型罗茨泵和 K-300T 型高真空油扩散泵组成)、高纯 CO_2 气瓶 (内装满高纯 CO_2 , 纯度为 99.9% 以上)、规管、 CO_2 GAS FLOW REGULATOR、质量流量计以及真空计等组成。

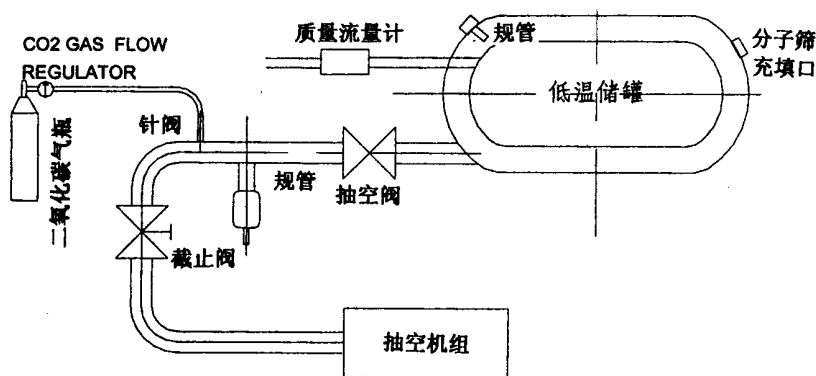


图1 试验装置图

2.2 试验过程简介

整个试验过程共由两个试验组成 (在两个试验开始前, 都对抽真空管路、各密封面联接处采用氦罩法检漏, 检漏仪器为 ALCTEL ASM 142 型氦质谱检漏仪; 并对分子筛充填口局部氦罩, 漏率小于 $2 \times 10^{-7} \text{Pa/s}$)。

(1) 试验 1 —— 充装分子筛抽真空至 1Pa 试验: 将新处理过的分子筛充装到夹层内, 将夹层真空度抽真

空至 1Pa, 测试日漏放气率后加注 LN₂, 测试冷态真空度以及日蒸发率。

(2) 试验 2 —— CO₂ 置换抽真空法: 将新处理过的分子筛充装至夹层内。将夹层抽真空至 20Pa, 向夹层内充入高纯 CO₂, 重要该步骤 4 次, 然后将夹层真空度抽空至 1Pa, 测试日漏放气率后加注 LN₂, 测试冷态真空度以及日蒸发率。

3 试验结果及分析

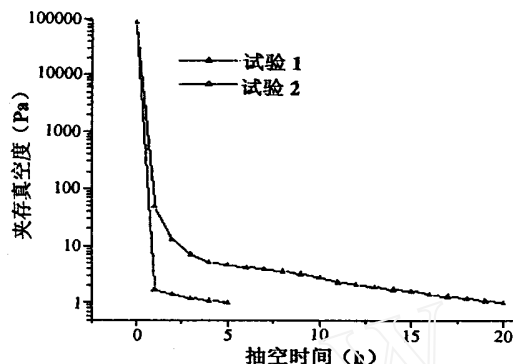


图 2 抽真空过程夹层真空度与抽真空时间关系图

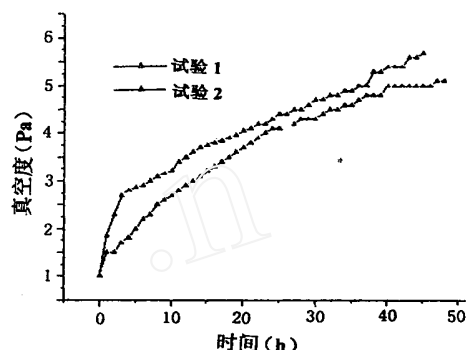


图 3 测量漏放气率时夹层真空度随时间变化图

由图 2 可以看出, 试验 1 的抽真空时间明显小于试验 2 的抽真空时间。主要原因在于机械真空泵。由机械泵抽真空原理可知, 机械泵是靠压缩气体达到一定的压强后才能将气体排出泵外的。在试验 2 中, 用 CO₂ 气体置换 4 次后, 夹层内混合气体主要成分为 CO₂ 气体。混合气体经压缩后, 若达到 CO₂ 气体饱和蒸气压, 部分 CO₂ 气体就会冷凝成液态 CO₂, 与泵油混在一起, 回到吸气空间; 随后液态 CO₂ 又挥发成 CO₂ 气体, 这就严重影响机械真空泵的抽真空速度, 使机械真空泵的实际抽速降低。

由图 3 可以看出, 试验 1 的夹层漏放气率明显高于试验 2 的夹层漏放气率。根据文献[3], 当夹层真空度小于 2×10^{-2} Pa 时, 小分子(例如氦气、氢气)的渗入基本可以忽略不计。在测试夹层漏放气率时, 试验 1 和试验 2 的夹层真空度都为 1Pa, 因此, 此时夹层真空度降低的主要原因有两个: (1) 绝热层之间气体的扩散: 在多层绝热中, 多层间的气体由于抽气阻力的原因而很难被抽出, 致使多层间残留的气体较多。并且多层间的气体压强要高于腔内气体的压强, 在停止抽真空后, 由于压强差, 多层间的气体将向腔内扩散, 致使腔内真空度降低。在试验 2 中, 由于抽气的时间较长, 因此多层间气体的残留量要比试验 1 少, 故多层间残留气体扩散量较少。(2) 支承以及储罐内外壁材料放气: 由于抽真空时未对储罐内外壁进行烘烤, 因此, 夹层内外壁材料以及支承材料的放气率较大。并且, 根据 M D Maley 等人的理论以及文献[7], 材料放气率和抽真空时间有非常大的关系, 抽真空时间越长, 材料的放气率越小。由图 1 可知, 试验 1 抽真空时间明显小于试验 2 的抽真空时间, 故试验 1 容器材料的出气率要大于试验 2 容器材料的出气率。由于上面两个因素的综合影响, 试验 1 中夹层漏放气率要大于试验 2 的夹层漏放气率。

由图 4 可以看出, 试验 2 中, 采用 CO₂ 置换夹层内气体使 CO₂ 浓度达到 90% 以上后抽空至 1Pa, 加注 LN₂ 后所能达到的最高冷态真空度高于 1.0×10^{-3} Pa (实际值为 9.4×10^{-4} Pa), 而试验 1 抽真空至 1Pa 加注 LN₂ 后所能达到的最高冷态真空度低于 1.0×10^{-3} Pa (实际值为 1.2×10^{-3} Pa)。并且从图 4 中还可以看出, 试验 2 加注 LN₂ 后冷态真空度上升速度明显大于试验 1 加注 LN₂ 后冷态真空度的上升速度。其原因可以归结为如下两点: (1) 研究表明, 夹层中残气的主要成分为 H₂、He 等气体。这些气体在 LN₂ 温度下为不凝性气体。采用 CO₂ 置换夹层内的气体时, 将这些不凝性气体(如 H₂、He 等)置换为可凝性气体 CO₂, 因此, 充入 LN₂ 后夹层内的 CO₂ 气体冷凝, 使夹层真空度升高; (2) CO₂ 霜为一种疏松、多空的多晶体, 对 H₂、He 等不凝性气体有捕集、吸附作用。笔者通过 CO₂ 霜在 LN₂ 温度下吸 H₂ 性能试验发现, 其捕集、吸附 H₂ 的能力虽然

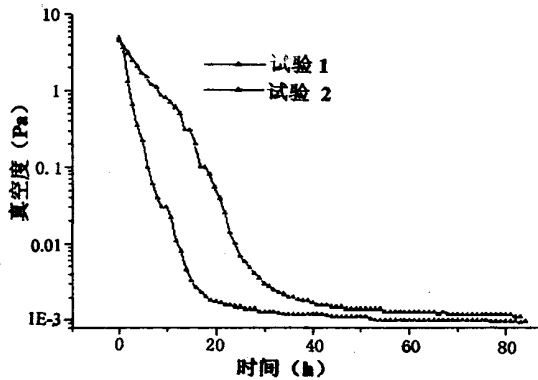


图4 加注液氮后夹层真空度随时间变化图

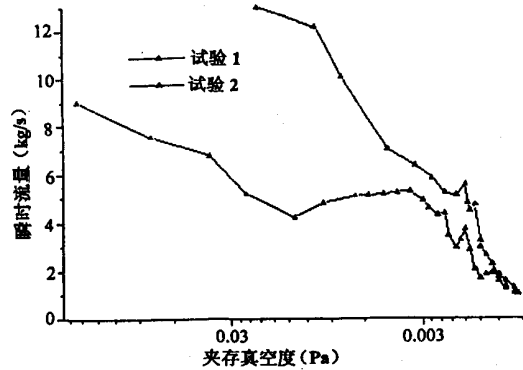


图5 加注LN₂后瞬时流量-夹层真空度关系图

比较小,但是仍然可以有效地提高夹层真空度。

由图5可知,试验2加注LN₂后,在相同的真空度下低温储罐的瞬时流量大于试验1的瞬时流量;但是当夹层真空度基本稳定后,试验2的日蒸发率低于试验1的日蒸发率(参见图4)。这说明试验2在加注LN₂直至夹层真空度基本稳定的过程中,由于CO₂凝聚放热、CO₂霜吸附其它气体放热以及分子筛吸附气体放热的多重影响,致使储罐内LN₂的日蒸发率相比试验1的日蒸发率要大;但是在试验2储罐夹层真空度基本稳定(约为 9.6×10^{-4} Pa)后,由于夹层真空度高于试验1的夹层真空度,故残留气体的传热减小。当然,在试验2中,加注LN₂后致使CO₂冷凝,CO₂霜会凝结在多层绝热的层间并导致多层反射屏的黑度增加,使辐射传热和层间固体传导传热增大^[5],但是由于加注LN₂前夹层抽真空至1 Pa后夹层内CO₂的量较小,故凝结后CO₂霜的量较小对多层反射屏黑度的影响很小。

4 结束语

本文研究了两种不同的抽真空工艺,并对两种抽真空工艺的抽真空时间、日漏放气率、冷态真空度和日蒸发率等进行了探讨。研究结果表明,CO₂置换抽真空方法的抽真空时间较长,但在日蒸发率、冷态真空度和日蒸发率这几个方面的表现较好。综合看,CO₂置换抽真空方法不失为一种效果较好的抽真空方法。

参 考 文 献

- [1] 达道安 真空设计手册,北京:国防工业出版社,1991,122-134
- [2] 刘作桐 真空技术及设备,南京:东南大学出版社,1991,36-39
- [3] Weston G F (George Frederick) Butterworths, U ltrahigh Vacuum Practice London, Boston 1985,126-127
- [4] 郑建耀等 低温容器二氧化碳冷凝绝热试验 深冷技术,1989,(2):4-7
- [5] 符锡理 真空多层绝热采用CO₂冷凝真空的探讨 低温工程,1993,(2):1-5
- [6] 周充等 高真空多层绝热的主要影响因素 真空与低温,1998,(3):11-22
- [7] 徐烈等 低温容器设计、制造和应用,378-379
- [8] M alev M D, V acuum, 1973,23:42
- [9] Redhead P. V acuum, 1996,17:317

(下转第58页后)