

聚 α -烯烃（PAO）性质对过滤器泄漏测试中光度计测量的影响

ATI-FLT-A01-CN

摘要

聚 α -烯烃（PAO）自从代替二辛酯（DOP）以来，一直被用于高效过滤器检漏测试的气溶胶试剂。本研究表明，PAO性质之间的微小差异会导致在同样质量浓度下光度计响应的显著变化。这些变化可能导致诸如高效过滤器检漏测试结果不准确、HEPA过滤器服务寿命缩短、光度计校准无效，以及浪费时间和效率等问题。研究结果表明，进行PAO的化学成分分析对于确保高效过滤器检漏测试结果准确性至关重要。自2014年以来，ATI一直供应符合美国军方早期研究所定义的化学成分的PAO。相比之下，此报告中的中国当地市场供应的PAO显示出非常不同的化学分析结果和光度计响应。

简介

聚 α -烯烃（PAO）自从代替二辛酯（DOP）作为安全的气溶胶试剂以来，广泛用于高效过滤器泄漏测试。PAO是一类具有聚合链长可达50个碳及以上的聚合物化合物¹。ISO 14644-3^{2,3}，和IEST-RP-CC034⁴都规定使用在100 °C时粘度为4 cSt的PAO，通常称为PAO-4。

PAO挑战气溶胶的质量浓度通过在过滤器的上游和下游使用气溶胶光度计进行测量，从而可以计算局部/整体泄漏。光度计基于前向光散射原理工作，该原理表明，气溶胶中悬浮粒子在固定检测角度下散射的光强与气溶胶的质量浓度成线性关系。散射光的强度取决于多个参数，其中气溶胶试剂的性质至关重要⁵。然而，由于PAO是聚合物，PAO的性质往往会有所变化，进而导致光度计响应的变化。

¹ Hsu, C. S., & Robinson, P. (2006). Practical Advances in Petroleum Processing. New York: Springer New York.

² ISO 14644-3: 2005, Cleanrooms and associated controlled environments—Part 3: Test methods.

³ ISO 14644-3: 2019, Cleanrooms and associated controlled environments—Part 3: Test methods.

⁴ IEST-RP-CC034.5: 2022, HEPA and ULPA Filter Leak Tests.

⁵ Görner, P., Bemer, D., Fabries, J.F. 1995. J. Aerosol Sci. 26:1281-1302.

高效过滤器检漏测试现场实证表明，在相同设置下使用不同来源的PAO会导致光度计响应与原PAO的响应之间有超过20%的差异。由于建议验证挑战气溶胶浓度，以确保仪器在高效过滤器检漏测试中的灵敏度并避免过度加载滤芯，因此这种浓度读数的巨大变化可能会带来一系列后果，从缩短高效过滤器的使用寿命到获得不可靠的检漏测试数据。因此，确认使用适当的PAO以确保有效的高效过滤器检漏测试是至关重要的。

本应用说明旨在首先理解PAO性质在光度计响应中的作用，展示PAO性质对光度计测量的影响，最后确定选择适当PAO的关键性质。

光度计测量原理

光度计是基于前向光散射原理设计的，该原理表明，光度计的光度响应，即由多分散气溶胶散射的光强，与其质量浓度呈线性关系。通过多分散气溶胶散射的光强可以通过以下公式计算⁵：

$$R = \frac{3C\lambda^2}{4\rho\pi^3} \int_0^\infty \frac{1}{D^3} \int_{\theta=\varphi-\beta}^{\theta=\varphi+\beta} (i_1 + i_2)(D, \theta, n) \cdot \omega(\theta, \varphi) d\theta F_M(D) dD \quad (1)$$

其中R= 散射光强度, C=质量浓度, λ =波长, ρ =密度, D=颗粒直径, θ =散射角, φ =倾斜角, β =孔径半角, i_1, i_2 =强度函数, n =折射率, $F_M(D)$ = 粒径分布函数。

因此，气溶胶的光度计响应取决于所使用的PAO的性质，例如密度和折射率。我们测量了两种气溶胶流的光度响应，一种由ATI提供的PAO生成，另一种由中国当地市场供应的PAO生成。在测量之前，两种气溶胶的质量浓度均已调至100 mg/m³。两种试剂均使用同一气溶胶发生器，在喷嘴压力为1.6 bar（23 psi）的条件下生成。

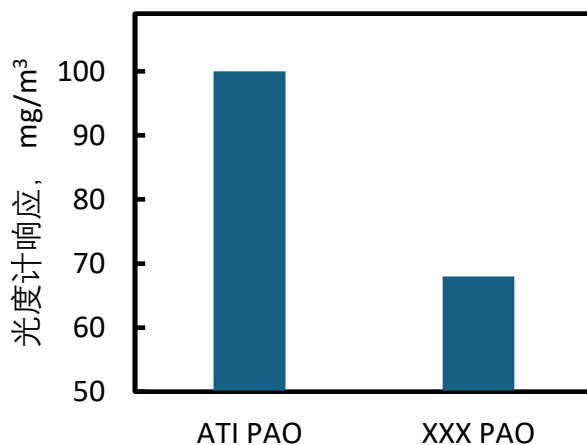


图1. 在同一光度计上测量由ATI和中国当地市场（XXX）提供的气溶胶的光度响应。两种气溶胶均在同一气溶胶发生器中生成，工作压力为1.6 bar（23 psi），且两种气溶胶的质量浓度均已调整为100 mg/m³。

如图1所示，尽管两种气溶胶的质量浓度相同，其光度计读数却相差超过30%。这种显著的差异是由于所使用的PAO性质不同所导致的（将在后续部分讨论），因为其他变量（如发生器中的喷嘴压力）已被严格控制。

不当的PAO引发的潜在问题

由于PAO性质不同引起的光度计响应显著差异可能在高效过滤器检漏测试中导致多个问题。首先，使用不当的PAO可能导致高估或低估上游挑战气溶胶浓度。ISO 14644-3 (2005) 警告，较低的浓度会降低泄漏检测的灵敏度，而较高的浓度会导致过度加载过滤器滤芯²。不当的PAO可能导致不必要的过滤器负载，会缩短过滤器的使用寿命（在低估气溶胶浓度时）；而在高估气溶胶浓度时，可能会降低检测灵敏度，进而产生不可靠的测试结果。

其次，使用由不当的PAO生成的校准气溶胶可能导致光度计校准失效。如图1所示，当光度计使用不正确的PAO进行校准时，测量误差可能超过30%。如果使用这种校准不当的光度计进行高效过滤器检漏测试，将会在后续的每次测试中产生错误的结果。最后，从合适的PAO更换为不当的PAO可能会导致不必要的设备投资、错误的设备诊断以及不准确的洁净室认证报告。例如，当挑战气溶胶的浓度被测量为比平常低30%时，如果未意识到这是由于PAO不当所致，常见的反应可能是增加一个额外的气溶胶发生器以实现足够的气溶胶浓度，或者错误地认为光度计存在故障。这两种情况都会损失时间和效率。

PAO的控制性质

不当的PAO可能引发的潜在问题使得研究PAO的性质变得至关重要，这有助于识别合适的PAO。根据光度计测量理论，首先需要研究的PAO性质是其密度和折射率。如表1所示，两种PAO的密度（比重）和折射率分别仅相差7%和2%。尽管在粘度上观察到稍高的差异（10%），但两种PAO的粘度均与4 cSt相当接近。由于这些性质缺乏历史记录，因此很难据其判断哪种PAO适合高效过滤器检漏测试。

根据ISO 14644-3 (2005) 的引用，所使用的4 cSt PAO由82.1%的C30碳氢化合物组成²。相同成分的PAO也在美国陆军化学研究、开发与工程中心（CRDEC）的研究中被指定。因此，PAO中大多数（约80%）的异构体具有约30个碳的链长，从而形成其窄的分子量分布¹。根据这一定义，很明显，ATI提供的PAO是正确的，其中81%为C30链。因此，化学成分是选择合适PAO的可靠且优选的标准。

表1. ATI与中国当地市场（XXX）提供的PAO性质对比。

PAO 来源	15.6 °C 时比重 (ASTM D4052)	折射率 (ASTM D1218)	100 °C时粘度, cSt (ASTM D445)	C ₃₀ 分子量分布, % (ASTM D7169)
ATI	0.8190	1.4533	3.900	81.1
XXX	0.8735	1.4754	4.315	22.0

⁶ Carlon, H. R. (1993). Aberdeen, MD: U.S. Army Chemical Research, Development and Engineering Center (CRDEC).

对PAO的建议

高效过滤器检漏测试中存在许多变量，例如来自不同品牌和型号的气溶胶发生器生成的气溶胶粒径分布、每次测试现场的气溶胶路径、光度计的品牌和型号及其各自的校准等。本研究突出了另一个变量：PAO的性质。尽管一些因素是不可改变的（例如，气溶胶路径），但其他因素可以被控制，以尽量减少高效过滤器检漏测试中的测量误差。PAO的选择属于后者，因为新的理解表明，它可以显著影响过滤器检漏测试结果的准确性。

PAO的物理化学性质和化学成分已被充分表征并详细记录。然而，由于PAO的聚合性质，其异构体的分子量分布可能会发生变化。这些变化虽然对PAO表现性质（如密度和折射率）影响较小，但正如本研究所揭示的，它们可能对光度响应导致巨大差异。因此，建议为PAO制定一个包括密度、折射率、粘度以及最重要的化学成分在内的性质要求。

为PAO建立这样的性质要求需要高效过滤器检漏测试行业参与者的认知和合作。然而，这一努力值得付出，因为围绕PAO的原始定义进行标准化可以减少一个变量，从而最大限度地减少高效过滤器检漏测试中的测量不确定性。值得庆幸的是，制定一个确保PAO品质的质量计划是直接可行的，一旦建立，它也可以追溯地于已有的PAO。图2比较了ATI在2014年和2024年分别提供的PAO与中国当地市场提供的PAO的分子量分布。比较ATI和中国当地市场提供的PAO可以体现，化学成分是区分PAO质量的可靠工具。此外，ATI提供的两种PAO之间的高度一致性表明，ATI一直在按照其原始定义持续供应适用于高效过滤器检漏测试的PAO。

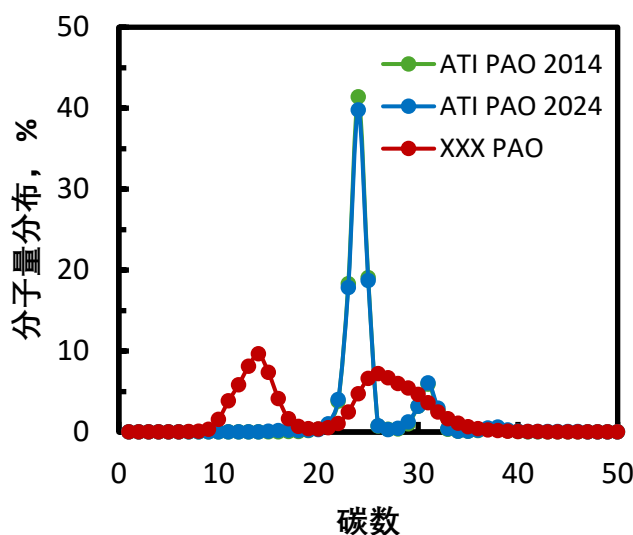


图2. ATI在2014年和2024年分别提供的PAO与中国当地市场（XXX）提供的PAO的分子量分布（ASTM D7169模拟蒸馏法）。