
Norme internationale



3530

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Technique du vide — Étalonnage des spectromètres de masse détecteurs de fuites

Vacuum technology — Mass-spectrometer-type leak-detector calibration

Première édition — 1979-09-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3530:1979

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b82b511-09f6-40d1-b147-baa3f8f032fa/iso-3530-1979>

CDU 621.52 : 620.165.29 : 543.51

Réf. n° : ISO 3530-1979 (F)

Descripteurs : technique du vide, détecteur de fuite, spectromètre de masse, étalonnage.

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 3530 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 112, *Technique du vide*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5b82b511-09f6-40d1-b147-baa3f8800000/iso-3530-1979>

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne, R.F.	Inde	Royaume-Uni
Australie	Italie	Tchécoslovaquie
Belgique	Japon	URSS
Chili	Mexique	USA
Corée, Rép. de	Pays-Bas	
Espagne	Pologne	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Technique du vide — Étalonnage des spectromètres de masse détecteurs de fuites

0 Introduction

La présente Norme internationale spécifie les méthodes à utiliser pour étalonner les spectromètres de masse détecteurs de fuites, c'est-à-dire pour déterminer la valeur numérique de la sensibilité de ces détecteurs. Ces méthodes impliquent l'utilisation d'une fuite calibrée et d'un mélange de gaz étalon; la préparation et la normalisation de ces derniers sortent de l'objet de la présente Norme internationale. Dans la suite du texte, on entendra par «détecteur de fuites», un détecteur de fuites du type spectromètre de masse.

Un détecteur de fuites permet la détection des fuites dues soit à des orifices, tels que retassures, soit à la perméation, ce qui arrive avec de nombreux polymères. Les fuites virtuelles, dues par exemple à une désorption superficielle, à une vaporisation ou à des poches de gaz ne peuvent pas, en règle générale, être détectées par un détecteur de fuites.

La portée de l'étalonnage du flux de fuite est limitée à un niveau spécifié, des facteurs sans importance pour les grosses fuites pouvant se révéler significatifs pour les flux de fuite sensiblement plus faibles que $10^{-12} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$.

Les objets vérifiés au détecteur de fuites peuvent se trouver sous vide poussé, ou, à l'inverse, sous une pression supérieure à la pression atmosphérique. Les techniques de détection des fuites seront en général différentes dans les deux cas. Dans le premier cas, le détecteur fonctionnera au voisinage de sa pression limite; dans le second cas, le détecteur est généralement utilisé à sa pression maximale de fonctionnement ou au voisinage de celle-ci. Deux facteurs de sensibilité sont ainsi définis, selon que l'on se trouve dans l'une ou l'autre des deux conditions de fonctionnement : le flux de fuite minimale décelable, et la concentration minimale décelable (voir chapitre 2).

Les deux grandeurs ainsi déterminées sont liées mais, en pratique, il n'est pas possible de les déduire l'une de l'autre par le calcul. Des méthodes de détermination sont donc spécifiées pour déterminer ces deux grandeurs.

La présente Norme internationale fait partie d'une série traitant des méthodes d'essai et des appareils utilisés pour la détection des fuites, dans la technique du vide.

Les domaines traités sont l'étanchéité, l'étalonnage des détecteurs de fuites, l'étalonnage des fuites, les mélanges de gaz, les spécifications d'acceptation pour les instruments détecteurs de fuites et les modes opératoires généraux pour les contrôles d'étanchéité des installations à vide.

Les spécifications précitées feront l'objet de futures Normes internationales.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les méthodes à utiliser pour l'étalonnage des spectromètres de masse détecteurs de fuites.

Elle ne traite que des détecteurs de fuites avec installation de vide poussé incorporée permettant de maintenir l'élément sensible (cellule spectrométrique) à basse pression. Les éléments sensibles ne comportant pas cette installation de vide sont explicitement exclus du document. Il va sans dire également que les méthodes ne sont pas censées représenter un essai de réception complet. Ce genre d'essai fera l'objet d'une future Norme internationale.

La présente Norme internationale concerne l'emploi de l'hélium 4. Les méthodes décrites peuvent néanmoins être utilisées pour d'autres gaz d'épreuve tels que l'argon 40, moyennant les précautions appropriées.

La présente Norme internationale s'applique exclusivement aux détecteurs de fuites ne pouvant détecter les fuites inférieures à $10^{-12} \text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$.

Elle décrit deux méthodes, l'une pour déterminer le flux de fuite minimale décelable et l'autre pour déterminer la concentration minimale décelable. Ces deux méthodes sont applicables dans le cas d'utilisation du détecteur de fuite sous vide poussé et à des pressions supérieures à la pression atmosphérique respectivement.

2 Définitions

NOTE — Il n'existe pas encore de vocabulaire ISO des termes utilisés en technique du vide. C'est dans ce contexte qu'a été élaborée la liste de définitions ci-après. Les termes employés dans la présente Norme internationale seront conformes à ces définitions.

2.1 Bruit de fond (ou signal résiduel)

2.1.1 bruit de fond : En général, trace globale donnée par le détecteur de fuites sans injection de gaz d'épreuve. Le bruit de fond peut être engendré soit dans la cellule spectrométrique (voir ci-dessous), soit dans les circuits électriques ou électroniques associés, soit dans les deux. (On utilise fréquemment ce terme pour renvoyer spécifiquement aux indications dues à d'autres ions que ceux produits par le gaz d'épreuve injecté.)

2.1.2 dérivation : Variation relativement lente du bruit de fond. Le paramètre significatif est la dérivation maximale mesurée au cours d'un intervalle de temps déterminé.

2.1.3 bruit : Variations relativement rapides du bruit de fond. Le paramètre significatif est le bruit mesuré au cours d'un intervalle de temps déterminé.

2.1.4 bruit de fond d'hélium : Bruit de fond dû à la désorption d'hélium par les parois du détecteur de fuites ou du système de détection de fuites.

2.2 Composants

2.2.1 conduite d'admission ou rampe d'essai : Conduite par laquelle passe le gaz d'épreuve pour aller de l'objet soumis à l'essai au détecteur de fuites.

2.2.2 robinet d'admission : Robinet placé à l'extrémité de la rampe d'essai et adjacent au détecteur de fuites. (Voir figure 1.) Le robinet d'admission fait presque toujours partie intégrante du détecteur de fuites.

2.2.3 robinet d'isolement de la fuite : Robinet placé entre une fuite utilisée pour vérifier le détecteur de fuites et la rampe d'essai. (Voir figure 1.)

2.2.4 robinet de la pompe : Robinet placé entre la pompe auxiliaire servant à faire le vide dans la rampe d'essai et cette rampe. (Voir figure 1.)

2.2.5 robinet d'entrée d'air : Robinet utilisé pour admettre l'air ou d'autres gaz dans l'enceinte où l'on a fait le vide de manière à y augmenter la pression jusqu'à obtenir la pression atmosphérique (voir figure 1).

2.2.6 contrôle du zéro : Commande électrique se trouvant sur la plupart des détecteurs de fuites et pouvant être utilisée pour déplacer l'aiguille indicatrice de puissance de l'appareil. Cette commande est fréquemment utilisée pour ramener cette aiguille au zéro de l'échelle, d'où son nom.

2.2.7 filament : Source des (thermo) électrons qui ionisent les gaz dans la cellule spectrométrique; le filament se trouve dans cette cellule.

2.2.8 cellule spectrométrique : Élément du détecteur de fuites dans lequel le gaz d'épreuve est ionisé et décelé.

2.3 Gaz d'épreuve

gaz d'épreuve : Gaz mis en contact avec la surface externe de l'installation soumise aux essais de fuite et décelé par un essai sous vide au moment où il entre par la fuite dans l'enceinte, ou bien, gaz introduit dans l'installation soumise aux essais de fuite et décelé par un essai sous pression au moment où il sort par la fuite.

2.4 Fuites

2.4.1 fuite : En technique du vide, trou, porosité, élément perméable, ou autre structure dans la paroi d'une enceinte, capable de laisser s'écouler un gaz d'un côté de la paroi à l'autre par suite de l'existence d'une différence de pression, ou de concentration de part et d'autre de cette paroi.

Par extension, dispositif utilisable pour introduire un gaz dans une installation de vide.

2.4.2 fuite capillaire : Fuite composée d'un ou de plusieurs canaux très fins susceptibles d'être idéalement assimilés à de longs capillaires.

2.4.3 fuite par perméation : Fuite qui permet un écoulement de gaz par perméation de ce gaz à travers une paroi non poreuse. Pour l'hélium, cette paroi peut être en verre, en quartz ou en une autre matière convenable.

2.4.4 fuite moléculaire : Fuite à travers laquelle le débit-masse est sensiblement proportionnel à l'inverse de la racine carrée de la masse moléculaire du gaz qui s'écoule.

2.4.5 fuite visqueuse : Fuite à travers laquelle le débit-masse est sensiblement proportionnel à l'inverse de la viscosité du gaz qui s'écoule.

2.4.6 fuite calibrée : Dispositif qui délivre un débit-masse connu d'un gaz donné dans des conditions données.

2.4.7 fuite étalon : Fuite calibrée dont le flux de fuite est connu dans les conditions normales, à savoir : une température de 23 ± 7 °C, une pression de $100 \text{ kPa} \pm 5\%$ à une extrémité de la fuite, et à l'autre extrémité une pression si faible qu'elle demeure sans influence notable sur le flux de la fuite.

2.4.8 fuite virtuelle : Semblant de fuite due au dégagement de gaz ou de vapeur dans l'installation.

2.5 Flux de fuite

2.5.1 flux d'une fuite : Flux gazeux¹⁾ en $\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ d'un gaz déterminé passant au travers d'une fuite dans des conditions données.

2.5.2 flux d'une fuite d'air normal : Débit-masse à travers une fuite d'air dont le point de rosée est inférieur à -25 °C, dans les conditions normales suivantes : pression d'admission : $100 \text{ kPa} \pm 5\%$, pression de sortie inférieure à 1 kPa , température : 23 ± 7 °C.

1) Se différencie du débit-volume, encore appelé «vitesse de pompage». Le flux gazeux est égal au débit-masse lorsque la température et la masse moléculaire du gaz sont spécifiées.

2.5.3 flux d'une fuite d'air normal équivalent : Les fuites à trajectoires courtes ayant un flux de fuite d'air normal inférieur à 10^{-7} ou 10^{-8} Pa·m³·s⁻¹ sont du type moléculaire (voir 2.4.4). Par conséquent, l'hélium (masse moléculaire relative 4) passe à travers ces fuites plus rapidement que l'air (masse moléculaire relative 29,0) et un flux donné d'hélium correspond à un flux d'air plus faible. Dans la présente Norme internationale, le flux d'hélium est mesuré, et le «flux de la fuite d'air normal équivalent» est estimé à $\sqrt{4/29,0} = 0,37$ fois le flux de la fuite d'hélium dans les conditions normales (voir 2.5.2).

2.6 Fonctionnement du détecteur de fuites

2.6.1 pic : Tracé indiquant un maximum sur l'enregistreur lorsqu'on balaye le détecteur de fuites (voir ci-dessous) avec le gaz présent, généralement le gaz d'épreuve, qui influe sur le détecteur.

2.6.2 régler sur le pic : Régler la commande de balayage (voir 2.6.3) du détecteur de fuites de manière à rendre maximal le signal de sortie dû à un gaz d'épreuve donné. C'est une forme de réglage.

2.6.3 balayer : Faire varier la tension d'accélération (ou tout autre paramètre de service équivalent) du détecteur de fuites, notamment dans la gamme de tension englobant la tension nécessaire pour obtenir un pic du gaz d'épreuve.

2.6.4 régler : En technique de détection des fuites, ajuster une ou plusieurs commandes du détecteur de fuites de manière à rendre maximale sa réponse à un gaz d'épreuve. Un réglage au moyen de la commande de balayage seulement s'appelle «réglage sur le pic».

2.6.5 régler le zéro : Ajuster la commande de contrôle du zéro, de sorte que le signal de sortie du détecteur de fuites se situe au zéro de l'échelle ou en un autre point de référence.

2.7 Concentration relative des gaz

2.7.1 concentration : Synonyme de fraction molaire (2.7.2).

2.7.2 fraction molaire : Rapport du nombre d'atomes (ou de molécules) d'un constituant donné d'un mélange au nombre total d'atomes (ou de molécules) dans le mélange. Dans les gaz parfaits, la fraction molaire a la même valeur que le rapport des volumes; en général, les détecteurs de fuites fonctionnent dans la gamme de pression où les gaz se comportent comme des gaz parfaits. Synonyme de concentration.

2.7.3 pression partielle : Dans un mélange gazeux, la pression partielle d'un constituant est le produit de la pression totale du mélange par la fraction molaire ou la concentration de ce constituant.

2.8 Facteurs de sensibilité

2.8.1 sensibilité : La sensibilité d'un appareil est le rapport entre la variation de la quantité délivrée et la variation de la quantité admise ayant suscité la réponse.

2.8.2 signal minimal décelable : Variation du signal de sortie, égale à la somme du bruit et de la dérive, provoquée par l'arrivée du gaz d'épreuve.

2.8.3 fuite minimale décelable; flux de fuite minimale décelable : Fuite minimale, exprimée par son flux de fuite d'air normal, susceptible d'être mise en évidence sans ambiguïté possible, par un détecteur de fuites donné (voir chapitre 1). Le flux de la fuite minimale décelable dépend d'un certain nombre de facteurs. Physiquement, il est lié au débit-volume q_{vi} du gaz d'épreuve, mesuré à la source des ions, et à la pression partielle minimale p_g du gaz d'épreuve dans la source d'ions qui peut être décelée par la formule

$$\text{flux de la fuite minimale décelable} = p_g \times q_{vi}$$

Le flux de la fuite minimale décelable se calcule en faisant le rapport du signal minimal décelable et de la sensibilité.

NOTE — L'un des objectifs de la présente Norme internationale est de donner des méthodes pratiques de détermination du flux de la fuite minimale décelable en tenant compte du bruit de fond, du débit-volume (vitesse de pompage) et du facteur temps.

2.8.4 concentration minimale décelable : Concentration minimale d'un gaz d'épreuve donné dans un mélange gazeux, susceptible d'être mise en évidence de manière non ambiguë par un détecteur de fuites déterminé lorsque le mélange est injecté dans le détecteur avec un débit susceptible d'élever la pression régnant dans l'appareil jusqu'à une valeur élevée optimale. Dans la présente Norme internationale, le flux de la fuite minimale décelable se calcule d'une manière assez arbitraire à partir d'observations de la réponse du détecteur de fuites à un mélange d'hélium et d'air dont la concentration en hélium est connue (voir 3.5).

2.9 Facteurs de temps

2.9.1 constante de temps τ : Intervalle de temps nécessaire pour que le signal délivré par un instrument ou une installation varie de $1 - 1/e$ ou 63 % de la variation du signal de sortie limite (état stationnaire) produite par une brusque modification à l'entrée.

2.9.2 temps de réponse : Constante de temps correspondant au passage d'une indication nulle ou de petite fuite à une indication positive ou de fuite plus grande.

2.9.3 temps d'effacement : Constante de temps correspondant au passage d'une indication de fuite positive à une indication de petite fuite ou de fuite nulle.

NOTE — Dans la présente Norme internationale, on suppose que le temps de réponse et le temps d'effacement sont égaux.

3 Conditions d'essai

3.1 Température ambiante

La température ambiante doit être de 23 ± 7 °C.

3.2 Pression ambiante

La pression ambiante doit être de $100 \text{ kPa} \pm 5 \%$. Quand l'écart par rapport à 100 kPa dépasse 5% , une correction appropriée doit être faite en prenant une imprécision admissible de 5% .

3.3 Fuites

3.3.1 Généralités

Deux fuites peuvent être nécessaires : l'une dont le flux est relativement faible, l'autre dont le flux est relativement grand. La petite fuite est utilisée pour déterminer la fuite minimale décelable, la grosse fuite pour déterminer la concentration minimale décelable. La petite fuite doit être calibrée et peut être une fuite capillaire ou une fuite par perméation; la grosse fuite doit de préférence être réglable, pour faire varier son flux, mais ceci n'est pas essentiel. Les fuites sont décrites ci-dessous.

3.3.2 Petite fuite capillaire

Son flux doit être tel que lorsque l'hélium, sous une pression de 100 kPa et à $23 \pm 7 \text{ }^\circ\text{C}$, est introduit dans la fuite, et par conséquent dans le détecteur de fuites soumis à l'essai, il se produise une déviation sur la courbe enregistrée qui ne soit pas inférieure à 50 fois le signal minimal décelable (voir 6.1.2). Le détecteur de fuites doit être réglé comme indiqué en 4.3. Une correction de température doit être indiquée pour la fuite et on fera cette correction pour tenir compte de la différence entre la température de la fuite au moment de son utilisation et la température à laquelle la fuite a été calibrée.

3.3.3 Petite fuite par perméation

Elle doit avoir sa propre source d'hélium incorporée et étanche, à une pression au moins égale à 100 kPa . Elle doit laisser passer l'hélium avec un débit tel qu'il se produise une déviation semblable à celle indiquée pour la petite fuite capillaire (voir 3.3.2). Une correction de température doit être indiquée pour la fuite et on fera cette correction pour tenir compte de la différence entre la température de la fuite au moment de son utilisation et la température à laquelle la fuite a été calibrée.

3.3.4 Grosse fuite (réglable)

Ce doit être une fuite visqueuse, soit fixe, soit réglée de telle sorte que lorsqu'elle est reliée au détecteur de fuites, avec de l'air ambiant à l'entrée de la fuite, la pression dans le détecteur s'élève jusqu'à la pression de service élevée optimale ($\pm 50 \%$) spécifiée par le constructeur.

3.4 Hélium

Il doit contenir au moins 99% d'hélium (on peut se le procurer en bouteilles).

3.5 Mélange d'hélium

Ce doit être un mélange d'hélium et d'air dont la concentration en hélium est connue et qui produit une déviation au moins égale à 10 fois le signal minimal décelable (voir 6.1.2) quand il est injecté dans le détecteur de fuites soumis à l'essai au moyen d'une grosse fuite (réglable) (voir 3.3.4) alimentée en mélange sous une pression de $100 \text{ kPa} \pm 5 \%$ et une température de $23 \pm 7 \text{ }^\circ\text{C}$.

De l'air pourra éventuellement être utilisé comme mélange d'hélium. Dans tous les cas, l'air qui sert pour le mélange doit être prélevé à au moins 2 m à l'extérieur des parois du local abritant le matériel d'essai. La concentration en hélium doit être représentée par le symbole C_M et devrait être exprimée sous forme de fraction dont le numérateur est égal à l'unité. La concentration peut en variante être exprimée en parties d'hélium par million de parties du mélange (parties par million en volume). On admettra arbitrairement que la concentration d'hélium dans l'air est de $1/200\,000$ ou 5 parties par million, et l'on devrait tenir compte de ce chiffre en préparant des mélanges contenant plus d'hélium.¹⁾

4 Appareillage

4.1 Description

4.1.1 Détecteur de fuites

4.1.1.1 Le détecteur de fuites à hélium considéré ici est essentiellement un analyseur de gaz fonctionnant sur le principe du spectromètre de masse. On ionise d'abord, dans la cellule spectrométrique, un mélange des gaz de l'objet soumis à l'essai, puis on le sépare en une série de faisceaux ou de groupes d'ions, chaque faisceau ou groupe représentant idéalement une espèce unique de gaz. (En fait, les ions de chaque faisceau ont le même rapport masse/charge). Le détecteur de fuites à hélium comporte des moyens de réglage de l'instrument, de manière que seul le faisceau dû à l'hélium vienne heurter le collecteur d'ions. (On peut habituellement régler à nouveau le détecteur pour obtenir une réponse à d'autres gaz.) Le courant produit par le faisceau est amplifié et sa grandeur est une mesure de la pression partielle d'hélium dans l'échantillon qui arrive. On supposera que l'ionisation du gaz est provoquée par les électrons provenant d'un filament chaud.

4.1.1.2 Un détecteur de fuites comprend une cellule spectrométrique, une installation de vide poussé pour maintenir la cellule sous vide, avec une entrée ou un passage de gaz échantillon dans la cellule, une alimentation en tension et un amplificateur de courant d'ions. Le signal de sortie de l'amplificateur peut être donné de diverses manières, l'un des moyens le plus souvent choisi étant un indicateur électrique. Pour les besoins des méthodes décrites ici, on supposera toutefois que le signal de sortie apparaît sur un enregistreur. Il y a moyen de réduire ce signal pour déceler et mesurer une large gamme de fuites. En d'autres termes, le détecteur de fuites peut être réglé à différents niveaux de détection, appelés ci-après réglages de sensibilité.

1) Les dernières données indiquent $5,24$ parties par million d'hélium dans l'air par volume — GLUECKAUF, E., Compendium of Meteorology, T.F. Malone, Ed. (American Meteorological Society, Boston, 1951), pp. 3 à 10.

4.1.1.3 La cellule spectrométrique devant recevoir un échantillon de gaz de l'installation soumise aux essais, tout en devant elle-même être maintenue sous vide, une conduite d'admission sert à amener le gaz de l'extérieur vers la cellule; cette conduite comprend donc un robinet d'isolement («robinet d'admission»). Elle comporte de la même manière un dispositif indicateur de pression; on peut ainsi observer la pression dans la cellule spectrométrique et l'empêcher de dépasser la pression de service maximale spécifiée.

4.1.2 Enregistreur

4.1.2.1 Il doit permettre un enregistrement d'au moins 1 h, temps nécessaire pour enregistrer le signal de sortie du détecteur de fuites soumis à l'essai.

La constante de temps de l'enregistreur doit être assez petite pour ne pas introduire d'erreur dans le temps de réponse du détecteur de fuites.

4.1.2.2 L'interaction entre l'enregistreur et l'instrument de mesure du signal de sortie doit être négligeable, c'est-à-dire que la vitesse de leurs index respectifs ne doit pas créer de signal électrique susceptible d'affecter l'indication de l'autre. Lorsque l'enregistreur est monté en parallèle avec l'instrument de mesure, cette interaction sera négligeable si la résistance de chacun est égale à 200 fois celle de leur source de tension commune.

4.2 Dispositions d'essai

4.2.1 Le détecteur de fuites est relié à une installation auxiliaire comme le montre la figure 1. (Fréquemment cette installation auxiliaire fait partie intégrante du détecteur.)

4.2.2 L'installation doit renfermer un nombre minimal de surfaces recouvertes de caoutchouc ou de polymères. Ces surfaces doivent de préférence représenter uniquement les surfaces exposées d'un ou plusieurs joints toriques. De la même manière, il est préférable que le «robinet d'isolement de la fuite» indiqué à la figure 1 soit d'une construction entièrement métallique et qu'en aucun cas, il ne puisse constituer une source notable d'absorption de l'hélium.

4.3 Préparation de l'essai

4.3.1 Le détecteur de fuites doit avoir été connecté à une source de puissance dont la tension, la fréquence et la stabilité seront conformes aux spécifications du constructeur.

4.3.2 Le détecteur de fuites doit avoir été mis en service, comme le précise le constructeur, avant de commencer les essais.

4.3.3 Le détecteur de fuites soumis à l'essai doit avoir été réglé pour donner la meilleure détection d'hélium possible, de la manière précisée par le constructeur.

4.3.4 Si le système à vide du détecteur de fuites permet un réglage du débit-volume (vitesse de pompage), le débit choisi ne doit pas varier pendant l'essai.

4.3.5 L'enregistreur doit être réglé de façon que la valeur maximale de l'échelle de l'enregistreur corresponde à la valeur maximale de l'échelle de l'instrument de mesure du signal de sortie du détecteur de fuites quand le détecteur est réglé sur la sensibilité de détection maximale, et que le zéro de l'enregistreur corresponde au zéro de l'instrument de mesure du signal de sortie.

5 Mode opératoire

5.1 Généralités

Afin de déterminer la fuite minimale décelable ou la concentration minimale décelable, il est nécessaire de définir le comportement du détecteur de fuites au voisinage de sa sensibilité limite. On doit donc au premier stade déterminer le signal minimal décelable par rapport à la dérive et au bruit. Cette opération est suivie par la détermination de la sensibilité globale de l'appareil par rapport à une fuite étalon.

5.2 Fuite minimale décelable

5.2.1 Détermination de la dérive et du bruit

5.2.1.1 Relier la sortie du détecteur de fuites à l'enregistreur, le détecteur de fuites étant réglé sur sa sensibilité maximale et le robinet d'admission étant fermé. Voir aussi 4.3.

5.2.1.2 Régler la commande du zéro du détecteur de fuites de façon que l'enregistreur indique environ 50 % de la valeur maximale de l'échelle, le filament étant allumé.

5.2.1.3 Enregistrer le signal de sortie durant 20 min ou jusqu'à ce qu'il ait atteint la valeur maximale de l'échelle pour une dérive positive, ou une valeur nulle pour une dérive négative.

5.2.1.4 Tracer une série de segments de droites coupant la courbe enregistrée en 5.2.1.3, ces droites étant tracées toutes les minutes, perpendiculairement à l'axe des temps (abscisse) de la courbe, en partant du moment où l'opération définie en 5.2.1.3 est commencée. Les droites ainsi tracées seront appelées «verticales de 1 min».

5.2.1.5 Traiter les courbes de la dérive et du bruit comme en 6.1.1.

Pour chaque portion de courbe située entre deux verticales adjacentes de 1 min, tracer le segment de droite correspondant.

5.2.2 Détermination du signal résiduel

5.2.2.1 Cette détermination nécessite l'emploi de la petite fuite calibrée. Si la fuite calibrée possède son propre robinet, et si la fuite et le robinet sont entièrement métalliques (à l'exception peut-être de la paroi, dans le cas d'une fuite du type par perméation), on pourra omettre de procéder à l'opération décrite en 5.2.2.

5.2.2.2 Relier une tache métallique au détecteur de fuites, comme indiqué sur le côté gauche de la figure 1.

5.2.2.3 Mettre au zéro le signal de sortie, le filament étant allumé.

5.2.2.4 Ouvrir le robinet d'isolement de la fuite.

5.2.2.5 Ouvrir le robinet de la pompe.

NOTE — Par raison de sécurité, le filament du spectromètre de masse peut alors être éteint.

5.2.2.6 Fermer le robinet de la pompe après évacuation de l'air présent entre la tache et le robinet d'admission.

5.2.2.7 Ouvrir le robinet d'admission rapidement, mais graduellement. Laisser la pression dans le détecteur de fuites atteindre une valeur constante, ne présentant pas de variation durant 1 min.

5.2.2.8 Allumer le filament du spectromètre de masse, si cela n'est déjà fait.

5.2.2.9 Quand le signal de sortie a atteint une valeur constante, mais en aucun cas plus de 3 min après l'opération décrite en 5.2.2.7, lire et noter le signal de sortie. Si le détecteur de fuites a été réglé sur une sensibilité réduite, la lecture doit être convertie en divisions d'échelle équivalente pour un réglage à sensibilité maximale.

5.2.2.10 Fermer, aussi vite que possible, le robinet d'isolement de la fuite et, 10 s après, noter la lecture du signal de sortie. Comme en 5.2.2.9, convertir si nécessaire la lecture.

5.2.2.11 Fermer le robinet d'admission.

5.2.2.12 Ouvrir le robinet d'entrée d'air.

5.2.2.13 Ne retirer que la tache de la ligne d'admission; tous les raccordements doivent rester en place.

5.2.2.14 Fermer le robinet d'entrée d'air.

5.2.3 Détermination de la sensibilité

5.2.3.1 Remplacer la tache enlevée en 5.2.2.13 par la petite fuite calibrée, en l'enfonçant exactement au même endroit dans le raccordement.

5.2.3.2 Mettre au zéro le signal de sortie, le filament étant allumé.

5.2.3.3 Ouvrir le robinet d'isolement de la fuite.

5.2.3.4 Ouvrir le robinet de la pompe.

5.2.3.5 Envoyer de l'hélium dans la fuite sous une pression de

100 kPa \pm 5 %. Si la fuite a son alimentation propre en hélium, cette opération peut être omise.

NOTE — On peut éteindre le filament du spectromètre de masse avant 5.2.3.6.

5.2.3.6 Fermer le robinet de la pompe après évacuation de l'air présent entre la fuite calibrée et le détecteur de fuites.

5.2.3.7 Ouvrir le robinet d'admission tout de suite après 5.2.3.6. Laisser la pression dans le détecteur de fuites atteindre une valeur constante ne présentant pas de variation durant 1 min.

5.2.3.8 Allumer le filament du spectromètre de masse, si cela n'est déjà fait.

5.2.3.9 Il peut être nécessaire à ce moment de modifier le réglage de la sensibilité. Quand le signal de sortie a atteint une valeur constante, c'est-à-dire dont la variation en 1 min est inférieure à la dérive (corrigée en fonction du réglage de la sensibilité), noter la lecture du signal de sortie en divisions de l'échelle. Si le détecteur de fuites a été réglé sur une sensibilité réduite, convertir la lecture en divisions de l'échelle équivalente pour le réglage le plus sensible.

5.2.3.10 Immédiatement après l'opération précédente, mettre en marche le chronomètre et simultanément fermer, aussi vite que possible, le robinet d'isolement de la fuite. On peut, alternativement, mettre un repère sur le papier sur lequel est fait l'enregistrement pour indiquer le début de l'opération et fermer ensuite rapidement le robinet d'isolement de la fuite.

5.2.3.11 Afin de déterminer le temps d'effacement (voir 2.9), il est nécessaire d'observer le signal de sortie de manière continue et d'arrêter le chronomètre quand la valeur lue a diminué jusqu'à 37 % de la valeur observée en 5.2.3.9. Noter la valeur lue au chronomètre. On peut, en variante, examiner la courbe enregistrée pour déterminer le temps nécessaire pour la diminution spécifiée du signal de sortie.

NOTE — Si le temps d'effacement est fonction du réglage de la sensibilité, le temps observé doit être corrigé en temps d'effacement à la sensibilité maximale si l'on avait utilisé un autre réglage.

5.2.3.12 Une minute après la fermeture du robinet de fuite (5.2.3.10), lire et noter le signal de sortie. Corriger pour le réglage de la sensibilité comme en 5.2.3.9.

5.3 Concentration minimale décelable

5.3.1 Généralités

5.3.1.1 La détermination de la concentration minimale décelable nécessite un moyen placé à l'intérieur du détecteur de fuites soumis à l'essai pour balayer le pic d'hélium. Ce moyen consiste généralement en un ajustement de la tension d'accélération, et on supposera ici que c'est le cas (voir 2.6.3). Le relevé du signal de sortie (divisions de l'échelle) du détecteur de fuites en fonction de la tension d'accélération donne une courbe, dont l'allure générale est donnée par la ligne continue sur la figure 2 a). La

montée de la courbe jusqu'à un pic en B est due à la présence d'hélium. La courbe régulière indiquée en pointillés est due à un signal de bruit de fond variable provenant d'autres ions en l'absence d'hélium. En présence d'hélium et en l'absence de bruit de fond, la courbe obtenue serait symétrique tombant asymptotiquement jusqu'au zéro de chaque côté du pic de tension. La courbe de la figure 2 a) constitue presque une superposition directe de la courbe du bruit de fond et de la courbe symétrique d'hélium pur.

5.3.1.2 On notera que lorsque la tension varie de la gauche vers la droite du graphique, le signal de sortie décroît d'abord, puis croît et finalement décroît à nouveau. Cette inversion de direction, indiquant la présence d'hélium, se décèle très facilement en observant visuellement le balayage sur l'instrument de mesure. L'admission d'hélium étant réduite progressivement, l'inversion devient plus petite jusqu'à ce que l'on obtienne finalement une courbe semblable à la ligne continue de la figure 2 b). Dans ces conditions, le signal de sortie ne change jamais de direction; il reste constant pour un très faible intervalle de tension. Une telle condition sera à peine décelée par les observations visuelles habituelles. En l'absence de bruit et de dérive, la concentration en hélium qui fournit cette condition détermine la concentration minimale décelable.

5.3.1.3 Le bruit de fond d'hélium donne un tracé semblable à celui de la figure 2 a). La représentation complète est donnée par la figure 2 c). La première courbe en trait continu (la plus basse) représente la concentration minimale décelable. La courbe suivante représente le signal de sortie d'hélium dû au bruit de fond en l'absence d'hélium injecté. La troisième courbe représente le signal de sortie dû à l'hélium injecté plus le bruit de fond de l'hélium.

5.3.1.4 Dans la détermination suivante, le bruit de fond d'hélium est appelé signal résiduel.

5.3.1.5 Dans la pratique, il n'est pas possible de déterminer très correctement la concentration minimale décelable, comme définie ci-dessus. On emploie ci-dessous des déterminations quelque peu arbitraires pour calculer une valeur de sensibilité. La concentration minimale décelable ainsi obtenue semble raisonnable en fonction de la pratique.

5.3.2 Détermination de la dérive et du bruit

5.3.2.1 Relier la sortie du détecteur de fuites à l'enregistreur, le détecteur de fuites étant réglé sur sa sensibilité maximale, le robinet d'admission fermé et le filament éteint. Voir 4.3.

5.3.2.2 Relier le détecteur de fuites à un système auxiliaire comme indiqué à la figure 1 et spécifié en 4.2.1.

5.3.2.3 Relier la grosse fuite (calibrée ou réglable) au détecteur de fuites. Voir figure 1.

5.3.2.4 Alimenter la fuite en air ou mélange d'hélium (voir 3.5) sous une pression de $100 \text{ kPa} \pm 5 \%$. Dans le cas où l'on utilise de l'air, la conduite d'alimentation ne doit pas se comporter elle-même comme une source d'hélium et doit de préférence être de fabrication complètement métallique.

5.3.2.5 Ouvrir le robinet d'isolement de la fuite.

5.3.2.6 Ouvrir le robinet de la pompe.

5.3.2.7 Ouvrir le robinet d'admission après évacuation de l'air présent entre la fuite et le robinet d'admission.

5.3.2.8 Fermer le robinet de la pompe.

5.3.2.9 Si l'on utilise une fuite réglable, faire en sorte que la pression dans le détecteur de fuites atteigne sa valeur optimale, comme indiqué en 3.3.4.

5.3.2.10 Allumer le filament et, si nécessaire, régler la commande de sensibilité sur la plus grande sensibilité possible donnant une indication sur l'échelle de l'enregistreur.

5.3.2.11 Régler la commande du zéro de façon que la lecture sur l'enregistreur soit aussi près que possible de 50 % de la valeur maximale de l'échelle.

5.3.2.12 Enregistrer le signal de sortie durant 20 min ou jusqu'à ce qu'il ait atteint la valeur maximale de l'échelle pour une dérive positive, ou une valeur nulle pour une dérive négative. Ce graphique s'appelle «courbe de dérive».

5.3.2.13 Régler la commande de sensibilité sur le réglage le plus sensible. Si l'indication sort de l'échelle, la ramener à mi-échelle en agissant sur la commande du zéro. Si cela n'est pas possible, adopter le réglage le plus sensible possible donnant une indication sur l'échelle. Amener l'indication à mi-échelle au moyen de la commande du zéro.

5.3.2.14 Enregistrer le signal de sortie durant 20 min ou jusqu'à ce qu'il sorte de l'échelle. Ce graphique s'appelle «courbe de bruit».

5.3.2.15 Traiter les courbes de dérive et le bruit comme indiqué en 6.1.1.

5.3.3 Détermination du signal résiduel

5.3.3.1 L'appareillage étant dans l'état défini à la fin de 5.3.2.13, fermer le robinet d'isolement de la fuite.

5.3.3.2 Régler le détecteur de fuites sur la plus grande sensibilité qui donnera des lectures sur l'échelle. (Si nécessaire, réajuster la commande du balayage pour le pic d'hélium.)

5.3.3.3 Quand le signal de sortie a atteint une valeur constante, ne présentant pas de variation notable en 1 min, balayer le pic d'hélium comme précisé pour l'instrument. Le signal de sortie fournira, en général, une courbe de la forme de celle donnée à la figure 2 a). Rendre la courbe régulière comme cela est aussi indiqué sur la figure par la ligne brisée.

5.3.3.4 Considérer l'ordonnée AB comme la mesure du bruit de fond d'hélium, B étant situé au maximum de la courbe et A directement sous B.