
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

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

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 :

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 dérive : Variation relativement lente du bruit de fond. Le paramètre significatif est la dérive 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 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 Pa·m³·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 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 $10^{-8} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ 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 $23 \pm 7^\circ \text{C}$.