

NASTAJANJE STANDARDOV O NETESNOSTI SISTEMOV IN NAPRAV

Andrej Pregelj, Janez Novak, Marjan Drab, IEVT, Teslova 30, Ljubljana

Preparative standards for leak detection of systems and devices

ABSTRACT

There is an increased number of products and technologies where vacuum tightness of vessels and tubes is of main importance. Their greater or minor tightness assures good and appropriate maintenance of over or under pressure. Critical points where leak can be expected with great possibility, are usually as follows: fittings, demountable connections, gaskets, welded and soldered joints, defects in material, etc. Due to more and more pretentious requirements regarding the products quality (ISO 9000), in practice we come across with present regulations and standards which include also leak testing methods among which the main procedures are connected with vacuum technique. Regarding to relatively to scarce knowledge in this field at users and to the fact this sphere has not been treated by ISO yet, the European standard organisation (CEN) prepares in the frame of nondestructive testing also the chapters on leak tightness. The contribution represents the basics of leak detection and the actual state of the CEN drafts.

POVZETEK

Vse več je izdelkov in tehnologij, kjer hermetičnost posod in cevnih sistemov igra pomembno vlogo; njihova večja ali manjša tesnost namreč zagotavlja primerno dobro vzdrževanje nadtlaka oz. podtlaka. Nevarna mesta, kjer netesnost (leak) lahko z veliko verjetnostjo pričakujemo, so navadno: spojke, tesnila, varjeni in spajkani spoji, napake v materialu itd. Zaradi vse večjih zahtev po kakovosti proizvodov (ISO 9000) se v tehniški praksi vedno pogosteje srečujemo s predpisi o preverjanju tesnosti. Za to obstaja več različnih metod, katerih najpomembnejše so vezane na vakuumsko tehniko. Ker je tovrstno znanje med uporabniki šibko in ker ISO tega področja še nima obdelanega, pripravljata Evropski komite za standardizacijo (CEN) v okviru neporušnih metod preskušanja tudi poglavja o preverjanju tesnosti. Prispevek podaja osnovne postopke "leak-detekcije" in predstavitev standardov, ki jih pripravljata CEN.

1 UVOD

Pri proizvodnji elementov, katerih pomemben delež kvalitete je hermetičnost ovojnice in podobno pri strojih, ki morajo neprodušno ločevati posamezne medije, se vedno pogosteje srečujemo s predpisi o preverjanju tesnosti. Pri tem je treba nujno poznati naslednje postopke:

- ugotavljanje tesnosti oz. netesnosti
- določanje velikosti puščanja
- iskanje in določitev mesta puščanja

Obstaja več različnih metod za izvajanje naštetih nalog. Med njimi ni univerzalne, ampak so posamezne primerne le za določene velikosti puščanja oziroma uporabne le za določene tehnologije; tudi cene izvedbe kontrole po enem ali drugem načinu niso enake. Zato je prav, da znamo izbrati najpreprostejšo, ki pa še zadovoljuje zahteve v predpisanem preizkusu.

V slovenskem prostoru pridejo omenjeni postopki v poštev pri izdelovalcih tlačnih posod, hladilnih agregatov, posod za aerosole, prehrabnih konzerv, specialnih ventilov, hermetično zaprtih elektronskih komponent, v reaktorski tehniki, pri uporabi nekaterih analizičnih metod v raziskovalno-razvojnih laboratorijih itd.

Nevarna mesta, kjer netesnost (leak) lahko z veliko verjetnostjo pričakujemo, so navadno: spojke, tesnila, varjeni in spajkani spoji, napake v materialu (pore), vrsta materiala (permeacija skozi nekatere snovi) itd. Literatura piše tudi o takoimenovanih navidezni puščanjih (virtualni leaki); to so notranji izviri plinov in par, npr. desorpcija z umazanih površin, izhajanje iz slabo "prezračeni" prostorčkov in razpok. Ker razen v ožjem krogu strokovnjakov, vezanih na vakuumsko znanost, postopki določanja netesnosti (leak detekcije) niso dovolj poznani, je prav, da tej problematiki posvetimo več pozornosti.

2. METODE ODKRIVANJA NETESNOSTI

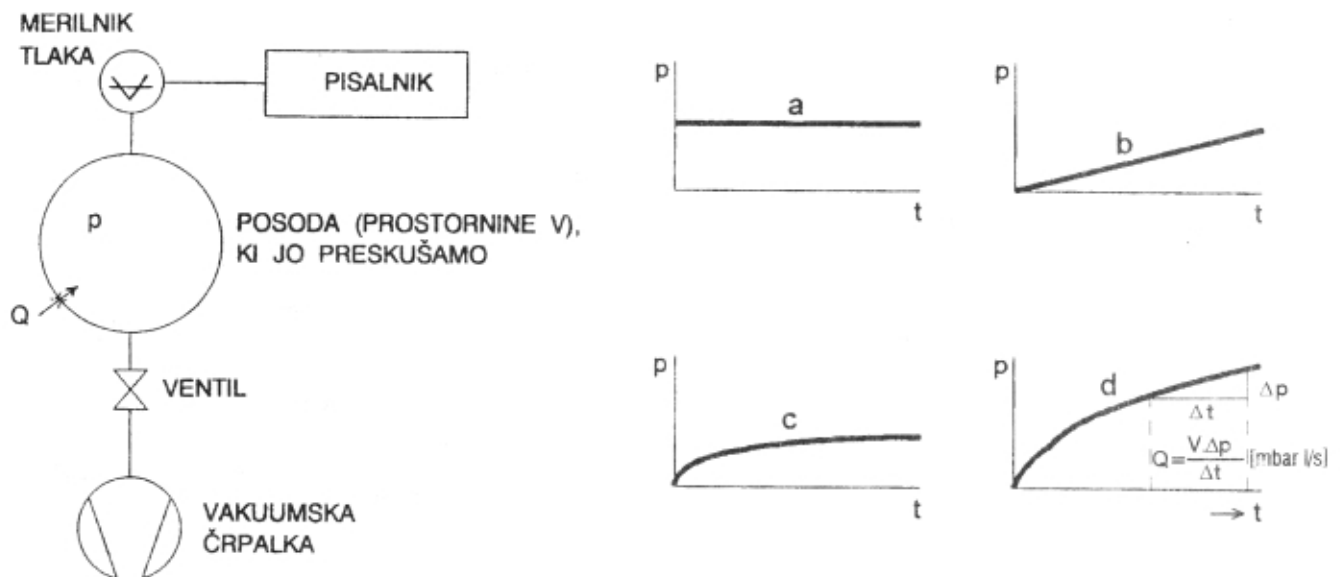
Osnovni poskus, ki razlaga netesnost zaprtih posod, poznan pod nazivom "metoda naraščanja tlaka", je prikazan na sliki 1. Posodo oz. sistem znanega volumna (V), ki ga preskušamo, je priključen na črpalko preko ventila. Po izčrpanju zapremo ventil in potem registriramo, kako se tlak (p) v posodi spreminja (Δp) v določenem časovnem intervalu (Δt). V praksi se v večini primerov pojavljajo štiri možnosti, ki jih prikazujejo narisani diagrami. Iz njihovih oblik navadno lahko sklepamo o vrsti puščanja oz. o izviru plinskega dotoka, iz podatka o naklonu krivulje pa lahko izračunamo velikost puščanja:

$$Q = \Delta p \cdot V / \Delta t \text{ (mbar l/s)}$$

Tako določeni pretok je merilo za velikost netesnosti, in to ne glede na njeno oblikovanost (špranja, razpoka, izvrtina, poroznost,...). Iz enačbe izvira tudi enota za velikost puščanja; to je "mbar l/s". Navadna puščanja imajo vrednosti med 10 in 10^{-10} mbar l/s. Seveda lahko preverjanje "tesno-netesno" izvedemo celo bolje kot z zrakom, tudi s kakim drugim plinom, npr. s helijem, ki ima majhne molekule in je zato zelo pronicljiv. Tovrstni postopki ne zahtevajo dragih naprav, vendar z njimi ne ugotovimo mesta puščanja.

Za odkrivanje mesta puščanja obstaja več metod. Možno jih je združevati po različnih značilnostih (npr. glede na uporabo tlaka oz. podtlaka, glede na fizikalni princip, na vrsto plina, na velikost puščanja itd), vendar za prakso to ni pomembno. V nadaljnjem sestavku jih na kratko predstavljamo po vrstnem redu: od preprostejših do bolj zahtevnih.

Metoda nadpritiska. Posodo, ki jo želimo preskusiti na tesnost, napolnimo s tekočino ali plinom. Kot tekočino navadno uporabimo vodo iz hišne napeljave. Mokra mesta na zunanji površini nam pokažejo groba puščanja ("velike luknje"), pa tudi manjša, tja do velikosti približno 1 mbar l/s. Pri preskušanju s plinom pa v posodo natlačimo zrak do nekaj barov (toliko, da je še varno, glede na debelino stene in vrsto materiala) ter jo potopimo v vodo. Izhajajoči mehurčki (bubble method) pokažejo netesnosti do velikosti $1 \cdot 10^{-3}$ mbar l/s. V primeru, da je posoda prevelika za potopitev, premažemo sumljiva mesta z milnico in spet opazimo me-



Slika 1. Preizkušanje posode, ki pušča, po metodi naraščanja tlaka. Rezultat so diagrami, iz katerih lahko sklepamo o stanju posode:

a - posoda je tesna in čista (ni puščanja, ni desorpcije; $p = \text{konst.}$, $Q = 0$)

b - ni tesna, toda je čista (idealni "leak"; $p = k \cdot t$; $Q = \text{konst.}$)

c - je tesna, toda ni čista (pojavlja se samo razplinjanje oz. desorpcija; tlak močno narašča v začetku)

d - kombinacija b) in c), torej nastopata netesnost in desorpcija

hurčke na netesnih mestih. Metoda omogoča odkrivanje puščanja do 10^{-5} mbar l/s in je uporabna tudi za zelo velike sisteme.

Penetracijska metoda. To je priredba tehnike, ki se uporablja za iskanje razpok v zvarih in defektov v materialih. Preskusna tekočina je zelo redka in ima dobro omočljivost. Z njo namažemo sumljiva mesta stene na eni (navadno na nadtlačni) strani; v primeru prisotnosti puščanja pride do prodiranja skozi pore v materialu (penetracija) in na drugi strani zasledimo barvo preizkusne tekočine. Metoda je enostavna, poceni in pusti označbo lokacije. Omogoča zaznavanje puščanja do 10^{-6} mbar l/s.

Metoda s Teslovim preizkuševalnikom je uporabna za iskanje netesnosti na steklenih sistemih. Konica detektorja je antena visokofrekvenčnega Teslovega transformatorja, ki v svojo okolico oddaja elektromagnetno valovanje. Taka valovanja povzročajo v razredčenih plinih nastanek svetleče plazme. Pojav izkoristimo tako, da s sevajočo anteno "potujemo" ob sumljivih delih steklene posode. Ker smo posodo prej izčrpali (na grobi vakuum 1 - 0,01 mbar), se v notranjosti pojavi svetloba. Ko pa se približamo netesnosti, opazimo, da skozi njo izhaja plazma v obliki izostrenega žara (iz vakuuma v atmosfero) proti konici antene. S tem je mesto puščanja natančno pokazano.

Akustična metoda temelji na zvočni oz. ultrazvočni energiji plina, ki ekspandira skozi odprtino. Komprimiran plin izteka iz preizkušanca skozi pore, katerih položaj lahko od zunaj zaznamo z občutljivim mikrofonom (navadno frekv. 40 kHz). Postopek se precej uporablja pri visokotlačnih napeljavah. Je hiter in enostaven; ne potrebuje drage opreme, toda ne zazna puščanj, manjših od 10^{-3} mbar l/s.

Termična prevodnost plinov. Temperatura površine električno ogrevane žice se ustali pri neki ravnotežni vrednosti, ki je rezultat dotekajočih in odtekajočih energij. Na odtekanje energije seveda vpliva tudi toplotna prevodnost okoliškega plina. Plini z dobro toplotno prevodnostjo (npr. helij, vodik, oglj. dioksid, butan) žico bolj ohladijo kot zrak. Prihod takih plinov skozi netesnost v okolico senzorja torej zniža temperaturo žice. Spremembo temperature lahko zaznamo direktno s termočlenom ali pa posredno z meritvijo uporosti žice. Metoda je uporabna v območju od 10^{-3} mbar do atmosferskega tlaka, omogoča pa zaznavanje pretokov do 10^{-5} mbar l/s.

Metoda z radioizotopi je primerna za preskus hermetično zaprtih komponent. Le-te namestimo v posodo, ki je predhodno evakuirana in nato napolnjena z radioaktivnim sledilnim plinom (navadno kripton 85). Ta pronica skozi morebitne netesnosti v komponente.

Ko ga kasneje odstranimo iz njihove okolice, prične iz komponent ekspandirati nazaj v okolico, kjer ga lahko zaznamo s senzorjem za radiacijo. Tovrstni instrumenti so zelo dragi, omogočajo pa sledenje puščanja do 10^{-11} mbar l/s.

Metoda z vakuummetri. Posodo, ki jo želimo preizkusiti, opremimo s Piranijevim ali z ionizacijskim vakuummetrom in jo izčrpamo. Sumljivi del oplakujemo od zunaj s plinom, ki dobro difundira (He , H_2) v pore in razpoke, ali pa s hitro hlapljivimi tekočinami, ki imajo visok parni tlak (acetone, eter,...). Kadar se z oplakovanjem približamo netesnemu mestu, pokaže vakuummeter nenaden narast tlaka v notranjosti. Zaznamo lahko (npr. z ioniz. vakuummetrom) puščanja do 10^{-6} mbar l/s.

Halogenški efekt. Princip je opazno povečanje emisije ionov, predvsem K in Na (ki sta vedno prisotna kot nečistoča), s površine razžarjene platine (Pt), kadar nanjo zadenejo halogenški plini (F, Cl, Br, I) ali njihove spojine (npr. freoni). Stene puščajočega sistema lahko izpostavimo tlačni razliki na dva načina: ali nadtlak-atmosfera, ali atmosfera-vakuuum, in sicer vedno tako, da je na nadtladni strani prisoten npr. freon. Senzor (Pt, 800°C) se nahaja na strani nižjega tlaka in je različne izvedbe za oba primera. Pri prvem načinu je izveden kot "vohljač" in z njim ročno "tipamo" po sumljivih zunanjih površinah posode, ki vsebuje komprimiran freon. Pri drugem načinu pa je senzor vgrajen v aparaturo, ki je spojena z evakuirano preskušano posodo in zazna skozi netesno mesto vanjo prodirajoči freon, s katerim na zunanji strani obpihujemo sumljiva mesta. S prvim načinom lahko izsledimo le grobe netesnosti (do 10^{-3} mbar l/s), z drugim pa tudi že bolj majhne (10^{-7} mbar l/s).

Masni spektrometri (MS) so najbolj občutljivi instrumenti za odkrivanje netesnosti v vakuumskih sistemih. To so merilniki parcialnih (delnih) tlakov ali, z drugo besedo, senzori za ugotavljanje prisotnosti različnih plinov v residualni atmosferi. Metoda je enaka kot pri halogenskem načinu. Z detektorjem na podtladni (vakuumski) strani stene zaznamo plin, ki ga pripuščamo k poram v steni z nasprotne strani. Kot sledilni plin se v tem primeru vedno uporablja helij, ki ima več prednosti (je pronicljiv, varen, ...) pred drugimi plini (kot npr. vodik ali argon) in z njim dosežemo občutljivost od 10^{-10} do 10^{-12} mbar l/s.

Obstaja več izvedb masnih spektrometrov. Osnova njihovega delovanja je ionizacija prisotnih plinskih molekul. Nastale ione spektrometer nato ločuje in združuje po masah ter izmeri njihovo količino. To je podatek o parcialnem tlaku oz. o prisotnosti določenega plina v razredčeni plinski mešanici. MS so v splošnem zelo uporabne naprave, saj priključene na vakuumski sistem ne dajo le informacije o puščanju, ampak še o kontaminaciji, razplinjanju, reakcijah v komori, o permeaciji...itd). Helijeve MS so umerjeni samo na helij in namenjeni samo za iskanje netesnosti s helijem.

3 STANDARDI, VEZANI NA PROBLEMATIKO NETESNOSTI

3.1 Splošno

Standardi, ki obravnavajo tesnost in puščanje, so vezani na eni strani na vakuumsko področje, na drugi strani pa na neporušne preizkusne metode. V okviru standardizacijske dejavnosti DVTS smo poleg doslej poznanih standardov Ameriškega vakuumskega društva (AVS) in nemških standardov DIN v letošnjem letu izvedeli še za novo nastajajoče evropske standarde (EN). Le-ti pa so trenutno še v fazi priprave (draft) in imajo zato oznako "prEN". Arhivirane imamo torej naslednje standarde, ki se nanašajo na netesnost:

- standardi AVS za kalibracijo pri iskanju netesnosti:
 - poglavje 2.1: Kalibracija helijskih detektorjev netesnosti masnospektrometrijskega tipa (1963)

- poglavje 2.2: Metode za vakuumsko kalibracijo netesnosti (1968)
- poglavje 2.3: Postopek kalibracije plinskih analizatorjev MS- tipa (1972)

- standard DIN 28 411 (1976):
 - Prevzemni preskus za detektorje netesnosti MS- tipa
- Standardi EN za neporušno preskušanje (1994)
 - prEN 1330-8: Terminologija - 8. del; Izrazi, ki se uporabljajo pri preskušanju na netesnost
 - prEN 1518: Preskušanje netesnosti - karakterizacija detektorjev netesnosti MS- tipa
 - prEN 1593: Preskušanje netesnosti - preizkusna metoda z mehurčki
 - prEN 1779: Preskušanje netesnosti - napotki za izbiro metode

3.2 Opis nastajajočih EN standardov

Predložene osnutke je pripravil tehnični odbor CEN (Comite European de Normalisation) / TC 138 in jih poslal v pregled članom CEN, tj. nacionalnim organom za standardizacijo 18-ih severno- in zahodno-evropskih držav. Teksti so izdelani v angleškem, francoskem in nemškem jeziku. V naslednjih odstavkih na kratko podajamo njihovo vsebino.

3.2.1 Izrazi, ki se uporabljajo pri preskušanju na netesnost

Standard **prEN 1330-8** vsebuje 112 izrazov oz. definicij, po abecednem vrstnem redu. Nanašajo se na stanja plinov, na merilnike in meritve pretokov in tlakov ter tozadevne enote, na vrste netesnih mest, naštete so vrste plinov, metode iskanja in detektorje netesnosti, doseganje in vzdrževanje nizkih tlakov itd. Ker veliko metod temelji na ustvarjanju podtlaka, med njimi tudi najbolj priznan postopek s He masnim spektrometrom, je več kot polovica izrazov s področja vakuumske tehnike.

3.2.2 Karakterizacija detektorjev netesnosti masnospektrometrijskega tipa (angl. okrajš.: MSLD)

Ta standard **prEN 1518** ima naslednjo vsebino:

- Uvod, ki predstavi metodo MSLD in sedanje stanje tehnike (zaznavanje puščanja do 10^{-11} mbar l/s)
- Dva glavna tipa detektorjev MSLD (direct- and counterflow) ter zgradba in delovanje MSLD
- Posebnosti: delovni pogoji, signal ozadja, občutljivost, zaznavanje in resolucija skale
- Potrebni deli za izvedbo detekcije (posoda z velikimi oz. malimi luknjami, ločilni ventil, črpalni sistem, predpriprave za preskušanje)
- Referenčni pogoji za meritev (temperatura, tlak, vlažnost)
- Postopek preskušanja s pomembnimi temami:
 - minimalni pretok, ki ga lahko zaznamo
 - minimalna koncentracija sledilnega plina, ki jo še lahko zaznamo
 - črpalna hitrost za sledilni plin

- O rezultatih:
 - minimalno zaznava puščanja
 - minimalna zaznavna koncentracija
 - vstopna črpalna hitrost
 - poročilo o preskusu

3.2.3 Metoda iskanja netesnosti z mehurčki

Tozadevni standard **prEN 1593** ima naslednjo vsebino:

- Uvod o potopni in tekočinski tehniki
- Referenčni standardi (prEN 1330-8, EN473)
- Definicije in princip
- Splošne zahteve (plini, omejitve tlaka, stabilizacijski čas, temp. površine, vizualna kontrola)
- Drugi vplivi
- Potopna tehnika (metode in tekočine)
- Tehnika z uporabo tekočine
- Zgled za določitev velikosti puščanja (tesnjenje ventilnega sedeža)

3.2.4 Napotki za izbiro metode

Standard **prEN 1779** z zg. naslovom je tudi sedaj v javni obravnavi in ima naslednjo vsebino:

- Uvodni odstavki (namen standarda, sorodni standardi, definicije in enote)
- Podajanje zahteve po tesnosti
- Določanje netesnosti, okvirne opredelitve (tabela)
 - totalna oz. integralna metoda za določitev mesta netesnosti
 - časovna odvisnost pri metodah s sledilnim plinom
 - vpliv pretočnih pogojev (tlaka, temperature, vrste plina in drugih faktorjev)
- Splošni principi za izbiro preskusa:
 - velikost puščanja
 - tip preskusa

- oblika in velikost preskušanca
- izvedba in preskusni pogoji
- varnost in okoliški faktorji
- Dodatek:
 - specifične lastnosti oz. prednosti vsake metode
 - metode s spremembo totalnega tlaka
 - pretvorbeni faktorji za različne enote

4 SKLEP

V prispevku je poleg pregleda problematike preverjanja netesnosti posod predstavljena vsebina štirih standardov, ki se tičejo tega področja in ki jih je l.1994 pripravil tehnični odbor TC138 Evropskega komiteja za standardizacijo. Sedaj so v javni razpravi; dostavljeni so bili tudi slovenskemu teh. komiteju "Preizkušanje kovinskih gradiv (USM/TC PKG)", kjer so na razpolago za pripombe. Zaradi naraščajočih potreb po kvaliteti pri mnogih proizvodih, kjer igra hermetičnost pomembno vlogo, je prav, da se seznanjamo s tehnikami iskanja netesnosti nasploh in tudi s tozadevnimi standardi.

5 LITERATURA

- /1/ AVS standard 2.1: Helium Mass-spectrometer Leak-detector Calibration
- /2/ AVS standard 2.2: Metod for Vacuum Leak Calibration
- /3/ AVS standard 2.3: Procedure for Calibrating Gas Analyzers of the Spectrometer Type
- /4/ DIN standard 28411: Abnahmeregeln für Massenspektrometer-Lecksuchgeräte
- /5/ prEN 1330-8: Terms used in testing for leak tightness
- /6/ prEN 1518: Characterization of mass spectrometer leak detectors
- /7/ prEN 1593: Bubble test method
- /8/ prEN 1779: Guide to the method selection
- /9/ M. Wutz, H. Adam, W. Wachler: Theorie und Praxis der Vakuumtechnik, F. Vieweg&Sohn Verlag GmbH, Braunschweig, 1982
- /10/ N.S. Harris: Modern Vacuum Practice, McGraw Hill, 1989
- /11/ N.G. Wilson, L.C. Beavis: Handbook of vacuum leak detection, AVS, 1977