

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 667 745**

51 Int. Cl.:

G01M 3/22 (2006.01)

G01M 3/38 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.07.2013 PCT/EP2013/065541**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.01.2014 WO14016308**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.07.2013 E 13752846 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.02.2018 EP 2875328**

54 Título: **Procedimiento e instalación de detección para el control de estanqueidad de productos sellados**

30 Prioridad:

23.07.2012 FR 1202082

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

14.05.2018

73 Titular/es:

**PFEIFFER VACUUM (100.0%)
98 Avenue De Brogny
74000 Annecy, FR**

72 Inventor/es:

**BOUNOUAR, JULIEN;
PALISSON, JULIEN;
BUNOD, PHILIPPE;
RIOUFRAYS, SYLVAIN y
HADJ-RABAH, SMAIL**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 667 745 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCION

Procedimiento e instalación de detección para el control de estanqueidad de productos sellados

AMBITO TECNICO

5 La presente invención se refiere a un procedimiento de detección para el control de estanqueidad de productos sellados tales como los productos farmacéuticos, alimenticios, o productos procedentes de la industria de las biotecnologías, de la industria automóvil o de la industria cosmética. La presente invención se refiere igualmente a una instalación de detección asociada para la realización de dicho procedimiento de detección.

ESTADO DE LA TECNICA

10 Algunos productos tales como los blísteres, sobrecitos, viales, bolsitas, bolsas farmacéuticas o médicas, están sellados dentro de un envase a presión atmosférica o a vacío, para conservar su integridad.

15 Para asegurar que el sellado sea perfectamente estanco, se comprueba la estanqueidad del producto sellado. El ensayo debe garantizar el sellado con una buena sensibilidad para diferentes tipos de productos, secos o líquidos, flexibles o rígidos, opacos o transparentes... Para las industrias farmacéutica y agroalimenticia, esta prueba es esencial para asegurar la estabilidad del medicamento o del producto alimentario protegiéndolo de la humedad, del aire y de las bacterias.

Existen varios métodos para controlar la estanqueidad de los productos sellados. Sin embargo, estos métodos presentan algunos inconvenientes.

20 Se conoce por ejemplo el método de control de estanqueidad llamado «al azul de metileno». Este método consiste en sumergir el producto sellado en una solución coloreada en azul de metileno. Una inspección visual del producto sellado permite detectar una eventual migración de la solución coloreada en la muestra y por consiguiente, descubrir eventuales fugas del envase. La sensibilidad de la detección de fuga es del orden de 10^{-2} mbar.l/s. Este método es rápido y sencillo de realizar pero el ensayo es destructivo y la sensibilidad no es suficiente.

25 Otro método conocido consiste en realizar un ensayo con helio. Este método recurre a la detección del paso del helio a través de las fugas. Se utiliza de este modo la propiedad del helio que atraviesa las pequeñas fugas más fácilmente que los otros gases, debido al pequeño tamaño de su molécula.

30 Para ello, se llena de forma controlada el interior del envase con un gas trazador de helio antes del sellado del producto. Luego, se detecta con la ayuda de un detector de fugas la presencia eventual del gas trazador alrededor de la muestra. La muestra es bien sea colocada en una cámara de ensayo estanco a vacío, o bien se utiliza un detector de fuga llamado «renifleur» y la medición en este caso se realiza a presión atmosférica. La detección debe realizarse para concentraciones de helio bastante superiores a la concentración natural de helio en el aire y perfectamente conocidas. Estos métodos presentan una sensibilidad muy elevada de medición, generalmente superior a 10^{-8} mbar.l/s.

35 Sin embargo después del ensayo, la muestra no puede ser colocada de nuevo directamente en la línea de acondicionamiento puesto que está llena de gas helio. Además, la puesta en práctica de este método es relativamente compleja y costosa. Además, incluso después de haber purgado el helio que el producto contenía para el ensayo, es necesario esperar un cierto tiempo para que la muestra se descontamine. Por último, en la detección de una muestra defectuosa que presenta una fuga importante, el helio expande por la cámara de ensayo. Después de la retirada de la muestra defectuosa, es entonces necesario purgar el helio residual presente en la cámara de ensayo, que podría falsear una medición ulterior.

40 Otros métodos existentes permiten la utilización del producto sellado sometido a ensayo y mostrado íntegro. Se conoce por ejemplo un método de control de estanqueidad de recipientes sellados basado en la espectroscopia de absorción sintonizable de diodo láser. Un haz láser divergente es transmitido a través de las paredes opuestas de un recipiente estanco y, es focalizado sobre un detector. Se miden la acumulación de gases tales como el oxígeno, la humedad y el dióxido de carbono en la muestra a través del envase. Después de una medición de algunos días (cinco días para el seguimiento del oxígeno), es posible descubrir con una buena sensibilidad si las cantidades de gases medidas son estables o evolucionan, pudiendo un aumento o una disminución de estos gases traducir la presencia de una fuga. Sin embargo, la duración del ensayo no permite intervenir rápidamente en una línea de producción defectuosa. La misma implica además la utilización de un lugar de almacenado para la realización de mediciones sensibles. Además, este método no se aplica a los productos líquidos.

50 Otros principios de medición necesitan que el envase sea flexible y por consiguiente, no se aplican a todos los tipos de productos. Es el caso, por ejemplo, para algunos principios de medición óptica o por capacidades de deformación, que siguen la deformación bajo vacío del envase. Por otro lado, la sensibilidad de estas mediciones es

limitada pues éstas no pueden ser fácilmente contrastadas. Otro ejemplo todavía de procedimiento de detección de fuga en los productos sellados es facilitado por el documento WO99/46572.

EXPOSICION DE LA INVENCION

5 Los métodos conocidos son por consiguiente bien sea destructivos y los productos sellados sometidos a ensayo no pueden ser utilizados; bien les faltan sensibilidad y se pueden producir entonces fugas sin ser detectadas y dañar el producto; bien estos métodos son específicos de un tipo particular de producto y no se puede controlar la estanqueidad de todos los productos con el mismo método de medición; o bien los métodos son demasiado costosos.

10 En la industria, la tendencia actual tiende a endurecer los ensayos de integridad y a sistematizar estos últimos. Según los diferentes tipos de productos y de envases, el umbral de rechazo puede variar entre 10^{-3} mbar.l/s y 10^{-6} mbar.l/s. También, estas industrias investigan un método de control de estanqueidad no destructivo y de buena sensibilidad para poder ser utilizado para un control en línea.

15 Un fin de la presente invención es paliar este inconveniente al menos parcialmente proponiendo un método de detección para el control de estanqueidad de productos sellados que no sea destructivo y que presente una buena sensibilidad de medición.

Otro fin de la presente invención es que el método pueda ser aplicado a diferentes tipos de productos, particularmente secos o líquidos y a cualquier tipo de envase, particularmente ópticamente transparentes o no, flexibles o rígidos.

20 A este respecto, la invención tiene por objeto un procedimiento de detección para el control de estanqueidad de productos sellados según la reivindicación 1.

A baja presión, es decir a una presión de vacío secundaria al menos inferior a 10^{-1} mbar, y en ausencia de fugas, el aire que estaba presente en el recinto es evacuado y la atmósfera residual está mayoritariamente constituida por vapor de agua procedente del desgasificado de las paredes. El gas contenido en el producto sellado se encuentra por consiguiente en principio ausente de la atmósfera del recinto, conteniendo ésta mayoritariamente vapor de agua.

25 El procedimiento de detección utiliza el hecho de que los productos sellados contienen una atmósfera gaseosa aprisionada entre el elemento a proteger y el envase. El seguimiento de la evolución de las especies gaseosas contenidas en este volumen gaseoso y su comparación con evoluciones calibradas de concentración de especie gaseosa de referencia permite por consiguiente identificar la presencia de una fuga del producto sellado.

30 El análisis por espectrometría de emisión óptica o de masa permite detectar cantidades muy pequeñas de especies gaseosas ionizadas en tiempo real, es decir sin tiempo de espera separado del bombeo necesario en la acumulación de moléculas de gas a vigilar como esto puede ser el caso en algunos métodos de detección del estado de la técnica. El tiempo necesario para el control de estanqueidad es por consiguiente reducido. Esto se ha hecho posible por una puesta en vacío secundaria, indispensable para distinguir el aire ambiente y sus constituyentes del aire contenido en el producto sellado.

35 El procedimiento de detección puede comprender una etapa previa de detección de fugas importantes, antes de reducir la presión en el recinto a una presión de vacío secundaria, en la cual se vigila la evolución en el recinto de la concentración de al menos una especie gaseosa. Se define por «fugas importantes», las fugas cuyo caudal es superior a 10^{-2} mbars.l/s.

40 La etapa previa de detección permite evitar que en caso de fugas importantes, la reducción de la presión a una presión de vacío secundaria provoque igualmente el bombeo de cualquier gas contenido en la cavidad del producto sellado a través de la fuga importante y por consiguiente la no detección de la fuga importante. Un captador de gas sencillo y de bajo coste, permite así la detección de una fuga importante del producto sellado, con una sensibilidad de detección tal como del orden de ppmv (partes por millón en volumen) a la presión atmosférica o en vacío grosero.

45 En el transcurso de la etapa previa de detección de fugas importantes, se puede bien sea dejar la presión del recinto a la presión ambiente atmosférica, o bajar la presión a una presión de vacío grosero, superior a 1 mbar, para acelerar la difusión de la mezcla gaseosa (gas contenido en el producto sellado y gas del recinto) hacia el captador de gas.

50 Igualmente, en la etapa de detección de fugas importantes, se puede sustituir la atmósfera del recinto que contiene el producto sellado por un gas de purga para vigilar la evolución en el recinto de la concentración de al menos una especie gaseosa del volumen gaseoso contenido en el producto sellado, distinta del gas de purga.

En el transcurso de la etapa previa de detección de fugas importantes y en el transcurso de la etapa de detección en vacío secundario, la especie gaseosa vigilada puede ser una especie gaseosa distintiva del aire como el

nitrógeno o el oxígeno. En efecto, numerosos productos sellados, como los de la industria farmacéutica o agroalimenticia, son sellados bajo aire. El aire que comprende aproximadamente un 78% de nitrógeno y un 20% de oxígeno, estas dos especies gaseosas son fácilmente identificables en el recinto en caso de fuga del producto sellado.

5 Algunos productos son sellados bajo atmósfera de nitrógeno para evitar la oxidación del elemento o proteger, en particular en la industria alimentaria para un cierre estéril particularmente de bolsitas de acondicionamiento. La vigilancia de la evolución de la concentración de nitrógeno permite en este caso indicar una fuga del producto sellado.

10 En caso de fuga o de reventado del envase, el aire o el nitrógeno del producto presentan la ventaja de poder ser fácilmente y rápidamente evacuados del recinto, a diferencia del helio de los ensayos de la técnica anterior, que necesita largos minutos de bombeo del recinto antes de que éste pueda reutilizarse para un nuevo control de estanqueidad.

15 En la industria farmacéutica, algunos materiales biológicos son sellados bajo una atmósfera que comprende un gas neutro, tal como el argón con el fin de evitar la alteración de estos materiales biológicos. Esto es el caso en particular para el ADN (ácido desoxirribonucleico) que corre el riesgo de ser alterado una vez extraído de los tejidos vivos, particularmente por el agua o el oxígeno. El sellado bajo argón puede igualmente ser utilizado en la industria alimenticia, particularmente para la conservación de la carne.

El sellado bajo argón es también utilizado en el ámbito del automóvil.

20 Algunos productos pueden ser sellados bajo una mezcla gaseosa, particularmente una mezcla de argón y de nitrógeno, por ejemplo para depósitos de extintores de incendio.

En estos casos, la especie gaseosa a vigilar puede por consiguiente ser el argón.

25 El helio no es una especie gaseosa retenida como indicador de una fuga del producto sellado debido a la pequeña proporción de helio en el aire y por consiguiente de la proporción ínfima de helio que podría escaparse de un producto sellado que contiene aire. Igualmente, debido a su dificultad para ser evacuado, el helio puede presentar un ruido de fondo importante con relación a las concentraciones de las cuales se trataría de vigilar la evolución.

El procedimiento de detección puede por consiguiente ser utilizado para el control de estanqueidad de diferentes tipos de productos sellados, particularmente secos o líquidos, transparentes u opacos, flexibles o rígidos, a partir del momento en que contienen un volumen gaseoso.

30 Por consiguiente, no es necesario perforar y tapar de nuevo el envase para llenarlo de gas trazador, ni de sellar el producto con un gas trazador como en algunos procedimientos de la técnica anterior. Ninguna etapa particular es necesaria entre el sellado del producto en producción, el control de estanqueidad y la puesta en comercialización del producto sellado sin fugas.

35 El procedimiento de detección es por consiguiente no destructivo pues no daña el acondicionamiento ni su contenido, pudiendo el producto sellado ser sustituido directamente, es decir sin tratamiento específico de limpieza u otro, en la línea de acondicionamiento.

Por último, el procedimiento de detección presenta una buena sensibilidad de medición, del orden de los 10^{-6} mbar.l/s, en el transcurso de la etapa de detección en vacío secundario.

40 La especie gaseosa al ser vigilada por análisis por espectrometría de emisión óptica, se vigila la evolución de la relación de las intensidades de una línea espectral de la especie gaseosa vigilada, por ejemplo de una línea espectral distintiva de nitrógeno o de oxígeno sobre una línea espectral distintiva de vapor de agua en el espectro representativo de las especies gaseosas presentes en el recinto. Se vigila por ejemplo la evolución de la relación de las intensidades de una línea espectral distintiva de nitrógeno sobre una línea espectral distintiva de vapor de agua. Bien entendido, la relación de las intensidades puede ser realizada con una especie distinta que la del vapor de agua.

45 En efecto, la atmósfera del recinto comprende muy a menudo vapor de agua procedente de la humedad del aire introducido con el producto sellado o del desgasificado de las paredes. El espectro de las especies gaseosas presentes en el recinto contiene por consiguiente siempre una raya distintiva de vapor de agua. Así, en el caso en que la ventana óptica del detector de gas captase menos luz, por ejemplo debido a su ensuciamiento, haciendo perder intensidad en la señal transmitida a la unidad de tratamiento, se asegura que la medición dada por la relación de las líneas sea valedera y representativa de la evolución de la presión parcial de aire. Además, el seguimiento de la relación de las intensidades de una línea espectral distintiva del aire sobre una línea espectral distintiva de vapor de agua permite normalizar la intensidad de la línea espectral distintiva del aire para asegurar que la evolución de ésta sea bien representativa de la presión parcial de aire.

Se compara además la relación de las intensidades de la línea espectral de la especie gaseosa vigilada tal como una línea espectral distintiva del aire y de una línea espectral distintiva de vapor de agua, con relaciones de intensidad obtenidas para una pluralidad de fugas calibradas en el transcurso de una bajada de presión en el recinto, para cuantificar la fuga.

- 5 Según otro aspecto, se enfría el producto sellado en el transcurso de la medición. Se limita así el desgasificado del envase del producto sellado a baja presión lo cual permite disminuir el tiempo de medición y por consiguiente aumentar la cadencia de los controles.

La invención tiene también por objeto una instalación de detección para el control de estanqueidad de productos sellados según la reivindicación 7.

- 10 La instalación puede comprender al menos una fuga calibrada conectada con el recinto. Las fugas calibradas pueden ser utilizadas puntualmente entre dos mediciones para corregir una eventual deriva del detector de gases ionizados.

- 15 Según un primer aspecto, la unidad de tratamiento está además configurada para cuantificar la indicada fuga por comparación con curvas de contrastado del detector de gases ionizados obtenidas en el transcurso de una bajada de presión en el recinto para una pluralidad de fugas calibradas, almacenadas en la memoria de la unidad de tratamiento.

La medición se realiza mediante análisis por espectrometría de emisión óptica y el detector de gases ionizados comprende:

- una cámara apta para ser puesta en comunicación con el recinto,
- 20 - un espectrómetro de emisión óptica conectado con una ventana óptica de la cámara, y
- un dispositivo de generación de plasma situado alrededor de la cámara, formando un medio de ionización de los gases del detector de gases ionizados, apto para generar un plasma con las especies gaseosas presentes en la cámara.

- 25 Según otro aspecto, la medición puede ser realizada mediante análisis por espectrometría de masas y en este caso, el detector de gases ionizados es un espectrómetro de masas.

La instalación de detección puede comprender medios de mantenimiento del producto sellado con el fin de limitar su deformación en la puesta bajo vacío particularmente en el caso de envases flexibles que no presentan una resistencia mecánica suficiente. Estos medios de mantenimiento comprenden ventajosamente un medio de enfriamiento para disminuir el tiempo de medición.

- 30 Otro medio de disminución del tiempo de medición puede ser limitar el vapor de agua presente en el recinto previendo que el recinto comprenda una trampa de condensación, tal como una trampa refrigeradora.

- 35 La instalación de detección puede igualmente comprender un medio de inyección de un gas de purga apto para introducir un gas de purga en el recinto en el transcurso de la etapa previa de detección de fugas importantes para el control de estanqueidad del producto sellado y para el retorno a la presión atmosférica después de la puesta bajo vacío del recinto.

La instalación de detección puede igualmente comprender un captador de gas, tal como un captador de gas oxígeno, para vigilar la evolución en el recinto de la concentración de oxígeno en la etapa previa de detección de fugas importantes.

DESCRIPCION RESUMIDA DE LOS DIBUJOS

- 40 Otras características y ventajas de la invención se desprenderán de la descripción siguiente, dada a título de ejemplo, sin carácter limitativo, frente a los dibujos adjuntos en los cuales:

- la figura 1 representa una vista en perspectiva de una instalación de detección para el control de estanqueidad de productos sellados,
- la figura 2a muestra una vista esquemática de elementos de la instalación de detección de la figura 1,
- 45 - la figura 2b muestra una vista esquemática de elementos de una instalación de detección según un segundo ejemplo de realización,
- la figura 3 muestra una vista en perspectiva de un ejemplo de producto farmacéutico sellado,
- la figura 4 representa un ejemplo de realización de un detector de gases ionizados,

- la figura 5 representa un organigrama de un procedimiento de detección para el control de estanqueidad de productos sellados, utilizado en la instalación de detección de la figura 1,
- la figura 6a es un gráfico de la evolución (en segundos en abscisa) de la presión (en mbar en la ordenada de la derecha) de un recinto de instalación de detección que contiene un producto sellado íntegro y de la evolución de las intensidades de las líneas espectrales distintivas (en unidades arbitrarias sobre la ordenada de la izquierda) de nitrógeno y de vapor de agua,
- la figura 6b es un gráfico similar a la figura 6a para el recinto que contiene un producto sellado cuyo envase es defectuoso,
- la figura 7 es un gráfico de un ejemplo de curvas de contrastados del detector de gases ionizados obtenidas para varias presiones en el recinto de la instalación de detección y para varias fugas calibradas, y
- la figura 8 es un gráfico del seguimiento de la relación de las intensidades de una línea espectral distintiva de nitrógeno sobre una línea espectral distintiva de hidrógeno, en función del tiempo (en segundos) en el recinto sin producto sellado (curva A) conteniendo un producto sellado íntegro (curva B) y conteniendo dos productos sellados cuyos envases son defectuosos (curvas C y D).

15 DESCRIPCION DE LOS MODOS DE REALIZACION PREFERIDOS

En la figuras, los elementos idénticos llevan los mismos números de referencia. Las etapas del procedimiento se numeran a partir de 100.

La figura 1 representa una instalación de detección 1 para el control de estanqueidad de productos sellados 2.

Los productos sellados 2 son por ejemplo productos farmacéuticos o alimentarios, tales como blísteres (figura 3), sobrecitos, viales, bolsitas, bolsas farmacéuticas o médicas. Los productos sellados 2 pueden igualmente ser productos procedentes de la industria de las biotecnologías o de la industria automóvil.

Estos productos contienen al menos un elemento a proteger, por ejemplo de la humedad, del aire o de las bacterias, tal como un medicamento o un género alimenticio. El elemento a proteger puede presentarse en forma líquida o sólida. Se envasa en un envase sellado. Un sellado íntegro garantiza que el acceso al interior del envase sea imposible, ningún gas puede entrar o salir del envase.

El producto sellado 2 contiene un volumen gaseoso, como el aire, entre el elemento a proteger y su envase. Otros ejemplos de gases de sellado en el volumen gaseoso del producto sellado 2 se facilitan a continuación. La presión del volumen gaseoso contenido en el producto sellado 2 es por consiguiente constante. Esta puede ser la presión atmosférica o una presión subatmosférica para envases llamados «bajo vacío», según su acondicionamiento.

Como se puede apreciar en la figura 2a, la instalación de detección 1 comprende un recinto 3 configurado para recibir al menos un producto sellado 2 a someter a ensayo, un grupo de bombeo 4 fluidicamente conectado con el recinto 3 por una canalización 5 por medio de una válvula de aislamiento 5a, un detector de gases ionizados 7 y un captador de gases 25 fluidicamente conectados con el recinto 3 y una unidad de tratamiento 8 conectada con el detector de gases ionizados 7 para recibir de éste último, señales representativas de la evolución de especies gaseosas.

La instalación de detección 1 comprende un medio de introducción de un gas de purga 6 apto para introducir un gas de purga en el recinto 3 para el control de estanqueidad del producto sellado 2 y para el retorno a la presión atmosférica después de la puesta bajo vacío del recinto 3.

La instalación 1 puede igualmente comprender al menos una fuga calibrada conectada con el recinto. Se entiende por fuga calibrada, una fuga de la cual se conocen las características. Las fugas calibradas pueden ser utilizadas para la etapa previa de calibración o puntualmente entre dos mediciones para corregir una eventual deriva del detector de gases ionizados 7. Para ello, se puede inyectar un gas de ensayo con un caudal conocido para contrastar el detector de gases ionizados 7. Según un ejemplo de realización, la instalación está conectada con un distribuidor de la especie gaseosa que se trata de descubrir una botella de gas por ejemplo, y con un medio de control del caudal de la especie gaseosa.

Como se puede apreciar en la figura 1, la instalación de detección 1 puede igualmente comprender un medio de mantenimiento 13 del producto sellado 2 con el fin de limitar su deformación en la puesta a vacío particularmente en el caso de envases flexibles que no presentan una resistencia mecánica suficiente.

Estos medios de mantenimiento 13 comprenden ventajosamente un medio de enfriamiento. El medio de enfriamiento comprende por ejemplo un serpentín de agua de enfriamiento o elementos Peltier.

El medio de enfriamiento permite controlar la temperatura del envase del producto sellado 2 reduciéndola por ejemplo a una temperatura inferior a los 20°C, tal como 10°C. Se puede así enfriar el producto sellado 2 en el

transcurso de la medición, lo cual limita el desgasificado del envase del producto sellado 2 a baja presión y permite por consiguiente disminuir el tiempo de medición y por consiguiente aumentar la cadencia de los controles.

5 Otro medio de disminuir el tiempo de medición puede ser limitar el vapor de agua presente en el recinto 3 previendo que el recinto 3 comprenda trampa de condensación 14, tal como una trampa refrigeradora, como se ha esquematizado en la figura 2a.

El recinto 3 está adaptado para poder ser puesto bajo vacío. El grupo de bombeo 4 comprende una bomba de vacío primario 4b y una bomba de vacío turbomolecular 4a, aptas para proporcionar un vacío secundario en presión de vacío límite en el recinto 3 inferior a 10^{-1} mbar, tal como del orden de los 10^{-5} mbar.

10 La bomba de vacío primaria 4b y la bomba de vacío turbomolecular 4a están conectadas en serie, estando la entrada de la bomba de vacío turbomolecular 4a conectada con la salida del recinto 3.

15 El recinto 3 presenta un volumen que puede contener uno o varios productos sellados 2 y que presenta dimensiones ligeramente superiores al volumen del o de los productos sellados 2 a someter a ensayo, con el fin de limitar al máximo la absorción de los gases por las superficies del recinto 3 cuanto éste se encuentra a presión atmosférica para la carga/descarga del producto sellado 2. Se limita así el desgasificado de las paredes del recinto 3 a baja presión que podría aumentar el ruido de fondo. Además, un volumen justo un poco más grande que el volumen del producto sellado 2 permite reducir más rápidamente la presión en el recinto 3 y por consiguiente mejorar el tiempo de respuesta y la sensibilidad de la medición, siendo el volumen de medición igual al volumen del recinto 3 al cual se ha sustraído el volumen del producto sellado 2.

20 El captador de gas 25 es por ejemplo un captador de oxígeno, por ejemplo basado en la tecnología a base de dióxido de circonio, apto para medir concentraciones de oxígeno con una sensibilidad de detección del orden de ppmv a presión atmosférica o vacío grosero. Este captador de gas es sencillo, de bajo coste y permite la detección de una fuga importante del producto sellado 2.

25 En la práctica, el detector de gases ionizados 7 puede estar conectado con la canalización 5 que conecta el grupo de bombeo 4 con el recinto 3, con el fin de permanecer bajo baja presión en la carga y descarga del producto sellado 2, en el recinto 3 a presión atmosférica.

Según un primer ejemplo de realización representado en la figura 2a, el detector de gases ionizados 7 es un espectrómetro de masa configurado para medir la evolución de la concentración de al menos una especie gaseosa en el recinto 3.

El espectrómetro de masa comprende una fuente de ionización, al menos un analizador y un medio de adquisición.

30 La fuente de ionización está configurada para ionizar el gas a medir del recinto 3, formando el medio de ionización de los gases del detector de gases ionizados 7.

El analizador separa los iones generados según su relación m/z donde m representa la masa y z la valencia (o m/q , representando q la carga). El analizador es por ejemplo un analizador cuadripolar que comprende un cuadripolo (o cuadrupolo) formado por cuatro electrodos paralelos de sección hiperbólica o cilíndrica.

35 Los medios de adquisición cuentan los iones y amplifican la señal. Se obtiene de este modo un espectro de masa que representa las relaciones m/z de los iones detectados en función de la abundancia relativa de estos iones.

40 Según otro ejemplo de realización representado en las figuras 2b y 4, el detector de gases ionizados 7 comprende un espectrómetro de emisión óptica 9, una cámara 10 apta para ser puesta en comunicación fluidica con el recinto 3 y un dispositivo de generación de plasma 11. El dispositivo de generación de plasma 11 está configurado para ionizar el gas a medir del recinto 3 en la cámara 10, formando el medio de ionización de los gases del detector de gases ionizados 7.

En espectrometría por emisión óptica, las moléculas cargadas (iones) se separan en función de la longitud de onda a la cual emiten. La amplitud de un pico del espectro (o línea espectral) corresponde a la abundancia relativa de un fragmento de molécula.

45 Según un ejemplo de realización, el dispositivo de generación de plasma 11 comprende una fuente de plasma y un generador de corriente continua 15.

50 Mejor apreciable en la figura 4, la cámara cilíndrica 10 está delimitada por paredes 16 de un material conductor resistente al vacío, tal como por ejemplo el acero inoxidable. La cámara 10 está conectada con la canalización 5 por su extremo abierto. Así, la puesta bajo vacío de la cámara cilíndrica 10 puede ser realizada gracias al grupo de bombeo 4 conectado con el recinto 3, así mismo bajo vacío. Un plasma se genera en el interior de esta cámara 10 con el fin de permitir analizar las especies gaseosas presentes en el recinto 3.

5 La fuente de plasma está formada por un ánodo 17 (polo +) y por un cátodo 18 (polo -) respectivamente conectados a los polos positivo y negativo del generador de tensión continua 15. El cátodo 18 comprende las paredes 16 que delimitan la cámara cilíndrica 10 y un disco 19 perforado. El ánodo 17 tipo hilo está colocado en el centro del cátodo 18 del cual está aislado por un soporte 20 de material dieléctrico con escaso porcentaje de desgasificado, como por ejemplo una cerámica, colocado en la superficie del disco 19 del cátodo 18.

10 El generador 15 aplica entre el ánodo 17 (cargado positivamente) y el cátodo 18 (cargado negativamente) una fuerte diferencia de potencial, del orden de los 3000 Voltios, que genera un campo eléctrico E 21 intenso de dirección transversal con relación al eje 200 de la fuente de plasma. Este campo 21 permite crear un plasma por generación y aceleración de un flujo de electrones del cátodo 18 hacia el ánodo 17 con el fin de excitar e ionizar las moléculas gaseosas procedentes del recinto 3. Para obtener una plasma explotable, se le añade un campo magnético B 22 de intensidad constante, aproximadamente 100 mT, y de dirección dada, perpendicular al campo eléctrico 21 y paralelo al eje 200. El campo magnético 21 es generado por al menos un imán 23 tórico permanente que rodea la cámara cilíndrica 11. La presencia de un campo magnético B 22 acoplado al campo eléctrico E 21 permite aumentar fuertemente la excitación de las moléculas de gas del plasma. Así la fuente de plasma es generada por la acción combinada de un campo eléctrico 21 constante entre dos electrodos 17, 18 de geometría cilíndrica y con un campo magnético 22 constante, paralelo a la superficie de los electrodos 17, 18 y ortogonal al campo eléctrico 21.

El plasma generado con las especies gaseosas presentes en la cámara 10 emite luz procedente de la desexcitación de las moléculas características de los gases presentes.

20 La cámara cilíndrica 10 comprende una ventana óptica, tal como un ojo de buey transparente 24. La luz que atraviesa la ventana óptica es recogida por ejemplo por un sistema colector óptico y analizada espectralmente por el espectrómetro de emisión óptica (EOS) 9 conectados ópticamente por una fibra 12 que transporta la luz del colector óptico hacia el espectrómetro 9. El espectrómetro óptico 9 establece el espectro característico de las especies gaseosas presentes en la cámara 10. Las longitudes de onda de las líneas del espectro óptico así obtenido son características de las especies gaseosas presentes en el recinto 3.

25 Un detector de gases ionizados de este tipo está por ejemplo descrito en la solicitud de patente WO 2009/027156 de la Firma solicitante.

En funcionamiento, el procedimiento de detección 100 para el control de estanqueidad de productos sellados 2 utilizado en la instalación de detección 1 comprende las etapas siguientes (figura 5).

30 En una primera etapa 101, se coloca al menos un producto que ha sido sellado 2 antes bajo atmósfera de aire, de nitrógeno o de argón en el recinto 3. Esta primera etapa 101 se realiza a la presión de la atmósfera que reina en el exterior del recinto 3, por ejemplo la presión atmosférica.

En una etapa previa de detección de fugas importantes 102, se vigila la evolución en el recinto 3 de la concentración de al menos una especie gaseosa.

35 Por ejemplo, en el caso de un producto que ha sido sellado antes bajo una atmósfera distinta del aire, tal como bajo atmósfera de argón o de nitrógeno, se vigila la evolución en el recinto 3 de la concentración de al menos una especie gaseosa del recinto 3, tal como el oxígeno.

En presencia de una fuga importante, el volumen gaseoso contenido en el producto sellado 2 migra al recinto 3, lo cual reduce la concentración de las especies gaseosas del aire presente en el recinto 3, tal como el oxígeno. La disminución de la concentración de oxígeno en el recinto 3 indica entonces la presencia de una fuga importante.

40 Según otro ejemplo, se sustituye la atmósfera del recinto 3 que contiene el producto sellado 2 por un gas de purga, tal como el nitrógeno o el argón, y se vigila la evolución en el recinto 3 de la concentración de al menos una especie gaseosa del volumen gaseoso contenido en el producto sellado 2, distinta del gas de purga, tal como el oxígeno.

45 La etapa previa de detección permite evitar que en caso de fugas importantes, la reducción de la presión a una presión de vacío secundaria provoque igualmente el bombeo de todo el gas contenido en la cavidad del producto sellado 2 a través de la fuga importante y por consiguiente la no detección de la fuga importante.

En el transcurso de la etapa de detección de fugas importantes 102, se puede bien dejar la presión del recinto 3 a la presión ambiente atmosférica, o bajar la presión a una presión de vacío grosero, superior a 1mbar, para acelerar la difusión de la mezcla gaseosa (gas contenido en el producto sellado y gas del recinto 3) hacia el captador de gas 25.

50 Luego en una segunda etapa de detección 103, si no se ha detectado ninguna fuga importante, se reduce la presión en el recinto 3 a una presión de vacío secundaria al menos inferior a 10^{-1} mbar, poniendo en comunicación el recinto 3 y el grupo de bombeo 4 mantenido continuamente bajo vacío.

5 Cuando la presión en el recinto alcanza una presión de vacío secundaria, por ejemplo inferior a 10^{-2} mbar, continuando el bombeo bajo vacío secundario en el recinto 3, se ionizan los gases contenidos en el recinto 3 para vigilar la evolución en el recinto 3 de la concentración de al menos una especie gaseosa ionizada del volumen gaseoso contenido en el producto sellado entre el nitrógeno, el oxígeno o el argón, por análisis por espectrometría de emisión óptica o de masa y, se compara la evolución de la concentración de la especie gaseosa con evoluciones calibradas de concentración de una especie gaseosa de referencia para identificar la presencia de una fuga del producto sellado (etapa 103).

10 A baja presión y en ausencia de fugas, el aire que estaba presente en el recinto 3 es evacuado y la atmósfera residual está mayoritariamente constituida por vapor de agua procedente del desgasificado de las paredes. El gas contenido en el producto sellado 2 está por consiguiente en principio ausente de la atmósfera del recinto 3, conteniendo ésta mayoritariamente vapor de agua.

15 La etapa de detección de vacío secundario 103 y la etapa previa de detección de fugas importantes 102, utilizan el hecho de que los productos sellados 2 contienen una atmósfera gaseosa aprisionada entre el elemento a proteger y el envase. El seguimiento de la evolución de las especies gaseosas contenidas en este volumen gaseoso y su comparación con evoluciones calibradas de una especie gaseosa de referencia permite por consiguiente identificar la presencia de una fuga del producto sellado 2.

20 El análisis por espectrometría de emisión óptica o de masa permite detectar cantidades muy pequeñas de especies gaseosas ionizadas en tiempo real, es decir sin tiempo de espera separado del bombeo necesario para la acumulación de moléculas de gas a vigilar como éste puede ser el caso en algunos métodos de detección del estado de la técnica. El tiempo necesario para el control de estanqueidad es por consiguiente reducido. Esto se hace posible por una puesta en vacío secundario, indispensable para distinguir el aire ambiente y sus constituyentes del aire contenido en el producto sellado 2.

25 En el transcurso de la etapa de detección en vacío secundario 103 y de la etapa previa de detección de fugas importantes 102, la especie gaseosa vigilada puede ser una especie gaseosa distintiva del aire como el nitrógeno o el oxígeno. En efecto, numerosos productos sellados, como los de la industria farmacéutica o agroalimenticia, son sellados bajo el aire. Puesto que el aire comprende aproximadamente un 78% de nitrógeno y un 20% de oxígeno, estas dos especies gaseosas son fácilmente identificables en el recinto 3 en caso de fuga del producto sellado 2.

30 Algunos productos son sellados bajo atmósfera de nitrógeno para evitar la oxidación del elemento a proteger, en particular en la industria alimenticia para un cierre estéril particularmente de bolsitas de acondicionamiento. La vigilancia de la evolución de la concentración de nitrógeno permite en este caso indicar una fuga del producto sellado.

Así, en caso de fuga o de reventado del envase, el aire o el nitrógeno del producto puede ser fácilmente y rápidamente evacuado del recinto 3, a diferencia del helio de los ensayos de la técnica anterior, que necesita largos minutos de bombeo del recinto antes de que éste pueda ser reutilizado para un nuevo control de estanqueidad.

35 Además, en el caso en que la especie gaseosa sea vigilada mediante medición por espectrometría de emisión óptica, el nitrógeno presenta la ventaja de producir un espectro óptico que es fácil de interpretar. Además, un plasma de nitrógeno es fácil de iniciar.

40 En la industria farmacéutica, algunos materiales biológicos son sellados bajo una atmósfera que comprende un gas neutro, tal como el argón con el fin de evitar la alteración de estos materiales biológicos. Este es el caso en particular para el ADN (ácido desoxirribonucleico) que corre el riesgo de ser alterado una vez extraído de los tejidos vivos, particularmente por el agua o el oxígeno. El sellado bajo argón puede igualmente ser utilizado en la industria alimentaria, particularmente para la conservación de la carne.

El sellado bajo argón se utiliza también en el ámbito del automóvil.

45 Algunos productos pueden ser sellados bajo una mezcla gaseosa, particularmente una mezcla de argón y de nitrógeno, por ejemplo para depósitos de extintores de incendio.

La especie gaseosa a vigilar puede por consiguiente ser el argón.

50 El helio no es una especie gaseosa retenida como indicador de una fuga del producto sellado debido a la baja proporción de helio en el aire y por consiguiente de la proporción ínfima de helio que podría escaparse de un producto sellado que contiene aire. Igualmente, debido a su dificultad para ser evacuado, el helio puede presentar un ruido de fondo importante con relación a las concentraciones de las cuales se trataría de vigilar la evolución.

Según un primer ejemplo de realización, la presión en el recinto 3 se baja a una presión llamada de vacío límite, es decir que el bombeado es máximo y que ningún gas se ha introducido en el recinto 3 y la línea de bombeo que

comprende la canalización 5 y el grupo de bombeo 4. La medición es así particularmente sensible pues el gas que podría provenir del volumen gaseoso contenido en un producto sellado 2 defectuoso está poco diluido.

5 Los gráficos representados en las figuras 6a y 6b muestran un ejemplo de control de estanqueidad de envases de productos sellados mediante vigilancia de la evolución de la concentración de una especie gaseosa en el recinto 3, que está presente en el aire de un producto sellado mediante medición por espectroscopia de emisión óptica.

El gráfico de la figura 6a representa la evolución de la bajada en presión en vacío límite en un recinto 3 que contiene un producto sellado 2 íntegro.

En este ejemplo, la especie gaseosa vigilada es el nitrógeno. Se vigila por ejemplo la línea espectral de nitrógeno a 390 nm.

10 Se observa en esta figura que después de aproximadamente 200 segundos de bombeo, el nitrógeno que estaba presente en el recinto 3 está totalmente evacuado, siendo la intensidad de la línea distintiva de nitrógeno seguida entonces casi nula, es decir del orden de la intensidad del ruido de fondo. La atmósfera residual está entonces mayoritariamente constituida por vapor de agua procedente del desgasificado de las paredes.

15 Se ha representado igualmente en este gráfico, la evolución de las líneas espectrales de hidrógeno a 656 nm y de la molécula OH a 309 nm como líneas espectrales de vapor de agua. Las líneas espectrales distintivas de vapor de agua son las de las especies gaseosas constituidas por uno o varios átomos de hidrógeno tales como H₂ o H, constituidas por uno o varios átomos de oxígeno tales como O₂ (pudiendo el oxígeno ser un producto generado en un plasma de vapor de agua) y constituidas por uno o varios átomos de hidrógeno y oxígeno, tales como H₂O u OH.

20 Las intensidades de las líneas espectrales distintivas de hidrógeno y de OH después del bombeo, siguen siendo importantes, lo cual indica que la atmósfera residual está mayoritariamente constituida por vapor de agua.

El aire está por consiguiente ausente de la atmósfera del recinto 3 de forma que el seguimiento temporal de las especies gaseosas vigiladas, de las especies gaseosas de aire en este ejemplo, y su comparación con una evolución calibrada, permite indicar la presencia de una fuga del producto sellado 2.

25 En el ejemplo ilustrado en la figura 6a, el umbral predeterminado S₀ es por ejemplo 200 unidades arbitrarias de intensidad de la línea espectral distintiva del nitrógeno a 390 nm después de 125 segundos de puesta bajo vacío o a una presión en el recinto 3 de 3.10⁻⁴ mbar.

En la figura 6b que representa la evolución de la bajada de presión en vacío límite en el recinto 3 que contiene un producto sellado defectuoso, se observa que la intensidad de la línea espectral distinta de la raya de nitrógeno es superior a este umbral predeterminado S₀, lo cual traduce la presencia de una fuga del producto.

30 Según este ejemplo, la evolución de la especie gaseosa vigilada, tal como el nitrógeno, es la comparada con la evolución calibrada de esta especie gaseosa, aquí el nitrógeno, en ausencia de fuga (figura 6a) que sirve de referencia.

35 Según un ejemplo de realización mediante medición por espectrometría de emisión óptica, se vigila la evolución de la relación de las intensidades de una línea espectral de la especie gaseosa vigilada, por ejemplo una línea espectral distintiva del aire, y de una línea espectral distintiva de vapor de agua del recinto 3. Bien entendido, la relación de la línea puede ser realizada con una especie distinta del vapor de agua.

40 En efecto, la atmósfera del recinto 3 comprende muy a menudo vapor de agua: a alta presión, el recinto 3 contiene vapor de agua procedente de la humedad del aire introducido con el producto sellado 2 y, a baja presión el recinto 3 contiene vapor de agua procedente del desgasificado de las paredes. El espectro de las especies gaseosas presentes en el recinto 3 contiene por consiguiente a menudo una línea distintiva de vapor de agua, tal como la línea espectral distintiva de H o de OH. Así, en el caso en que la ventana óptica de la cámara 10 del detector de gases ionizados 7 captase menos luz, por ejemplo debido a su ensuciamiento, haciendo perder la intensidad de la señal transmitida a la unidad de tratamiento 8, se asegura que la medición dada por la relación de las líneas sigue siendo valedera y representativa de la evolución de la presión parcial del aire. Además, el seguimiento de la relación de las

45 intensidades de una línea espectral distintiva del aire sobre una línea espectral distintiva del vapor de agua permite normalizar la intensidad de la línea espectral distintiva del aire para asegurar que la evolución de ésta sea bien representativa de la presión parcial del aire.

50 En este caso, la evolución de la especie gaseosa vigilada, tal como el nitrógeno, se compara por consiguiente con evoluciones calibradas de la relación de línea espectral de esta especie gaseosa, aquí el nitrógeno sobre una línea distintiva de vapor de agua, en ausencia de fuga o según el porcentaje de fuga.

En una cuarta etapa 104, se compara la relación de las intensidades de la línea espectral de la especie gaseosa vigilada, por ejemplo de la línea espectral distintiva del aire, y de una línea espectral distintiva de vapor de agua, con curvas de contrastados almacenadas en la memoria de la unidad de tratamiento 8, para cuantificar la fuga.

5 Las curvas de contrastado son realizadas con las mismas condiciones que el procedimiento de detección 100. Las mismas proporcionan la correspondencia entre las relaciones de las intensidades de la línea espectral de la especie gaseosa vigilada, por ejemplo una línea espectral distintiva del aire y de una línea espectral distintiva del vapor de agua para diferentes fugas calibradas a diferentes presiones en el recinto 3 de la instalación de detección 1. Las curvas de contrastado permiten así hacer corresponder las señales obtenidas por el detector de gases ionizados 7 en valores de fugas cuantificados en mbar.l/s.

10 La figura 7 ilustra así un ejemplo de curvas de contrastados de un detector de gases ionizados 7.

15 Las curvas de contrastado proporcionan igualmente una indicación de la bajada en presión en el recinto 3 con el transcurso del tiempo. El porcentaje de desgasificado de las paredes del recinto 3 depende de la presión en el recinto 3 en vacío límite. El desgasificado y la presión disminuyen con el transcurso del tiempo y por consiguiente, la proporción de vapor de agua en el recinto 3 disminuye igualmente, aumentando la sensibilidad de detección del detector de gases ionizados 7.

Así, a partir de la presión en el recinto 3 o de la duración de la puesta en vacío del producto sellado 2, y de la relación de las intensidades de las líneas espectrales distintivas, las curvas de contrastado corresponden a un valor cuantificado de la fuga que es independiente del porcentaje de desgasificado del aire de las paredes del recinto 3.

20 Diferentes ejemplos de controles de estanqueidad de envases de productos sellados se representan en el gráfico de la figura 8.

En estos ejemplos, se vigila la evolución de la relación de las intensidades de una línea espectral distintiva de nitrógeno a 390 nm y de una línea espectral distintiva de hidrógeno a 656 nm.

25 En un ensayo previo, se baja la presión en el recinto 3 a una presión de vacío límite del orden de $5 \cdot 10^{-5}$ mbar y se mide el nivel del ruido de fondo en el recinto 3 (curva A). A baja presión, el nitrógeno que estaba presente en el recinto 3 fue evacuado y la atmósfera residual del recinto 3 está entonces mayoritariamente constituida por vapor de agua procedente del desgasificado de las paredes del recinto 3. La relación de las intensidades de las líneas de nitrógeno y de hidrógeno es casi nula pues la línea espectral distintiva de nitrógeno no está presente en el espectro.

30 Luego, se coloca un producto sellado 2 que no presente fugas en el recinto 3 y se baja la presión en el recinto 3 a una presión de vacío límite (curva B). La relación de las intensidades de las líneas de nitrógeno y de hidrógeno aumenta ligeramente a causa del desgasificado de nitrógeno de las paredes del producto sellado 2. Esta relación representa por consiguiente el ruido de fondo.

Luego, se someten a ensayo dos productos sellados 2 defectuosos.

35 El aumento temporal de la relación de intensidades es el indicador de que los productos sellados C y D presentan una fuga. El aire presente en el producto sellado 2 migra en el recinto 3 de forma que la concentración de las especies gaseosas del aire se vuelve superior a la concentración gaseosa del aire en el recinto 3 en ausencia de fugas.

En el gráfico de la figura 8, se observa igualmente que la fuga del producto sellado D es más importante que la del producto sellado C. En efecto, cuanto más rápidamente aumenta la relación de intensidades de las líneas, más importante es la fuga.

40 Se observa igualmente que la señal de la relación de intensidades no es constante en el transcurso del tiempo. En efecto, a medida que se va produciendo la bajada de presión, el desgasificado de las paredes del recinto 3 disminuye. La comparación de la evolución de la relación de intensidades de la línea espectral distintiva de nitrógeno sobre la línea espectral distintiva del hidrógeno, con curvas de contrastado de la relación de intensidades de fugas calibradas a diferentes presiones realizadas en el recinto 3 de la instalación de detección 1 permite deducir el efecto del desgasificado de las paredes del recinto 3 en la cuantificación del porcentaje de fuga.

45 Así, el porcentaje de fuga del segundo producto sellado (curva C) presenta un porcentaje de fuga del orden de $5,2 \cdot 10^{-5}$ mbar.l/s y el porcentaje de fuga del tercer producto sellado (curva D) presenta un porcentaje de fuga más importante del orden de 10^{-4} mbar.l/s.

50 El procedimiento de detección 100 puede por consiguiente ser realizado para el control de estanqueidad de diferentes tipos de productos sellados, particularmente secos o líquidos, transparentes o no, flexibles o rígidos, a partir del momento en que contienen un volumen gaseoso.

Por consiguiente, no es necesario perforar y volver a tapar el envase para llenar el producto sellado con gas trazador, ni sellar el producto con un gas trazador como en algunos procedimientos de la técnica anterior. Ninguna etapa particular es necesaria entre el sellado del producto en producción, el control de estanqueidad y la comercialización del producto sellado sin fugas.

- 5 El procedimiento de detección 100 es por consiguiente no destructivo pues no daña el envase ni su contenido, pudiendo el producto sellado ser sustituido directamente, es decir sin tratamiento específico de limpieza u otro, en la línea de acondicionamiento. Además, el procedimiento de detección 100 presenta una buena sensibilidad de medición.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de detección para el control de estanqueidad de productos sellados que comprende las etapas siguientes:

5 - se coloca al menos un producto que ha sido sellado (2) antes bajo atmósfera de aire, nitrógeno o de argón, en un recinto (3) (etapa 101),

caracterizado por que:

10 - se baja la presión en el recinto (3) a una presión de vacío secundaria inferior a 10^{-1} mbar y, continuando con el bombeado bajo vacío secundario en el recinto (3), se ionizan los gases contenidos en el recinto para vigilar la evolución en el recinto (3) de la concentración de al menos una especie gaseosa ionizada del volumen gaseoso contenido en el producto sellado (2), siendo la especie gaseosa el nitrógeno, para identificar la presencia de una fuga de dicho producto sellado (2) mediante análisis por espectrometría de emisión óptica (etapa 103),

15 - se vigila la evolución de la relación de las intensidades de una línea espectral distintiva de nitrógeno sobre una línea espectral distintiva de vapor de agua en el espectro representativo de las especies gaseosas presentes en el recinto (3), y

- se compara la relación de las intensidades de la línea espectral distintiva del aire y de una línea espectral distintiva del vapor de agua, con relaciones de intensidad obtenidas para una pluralidad de fugas calibradas en el transcurso de una bajada de presión en el recinto para cuantificar la fuga.

20 2. Procedimiento de detección según la reivindicación 1, caracterizado por que antes de bajar la presión en el recinto (3) a una presión de vacío secundaria, el procedimiento de detección comprende una etapa previa de detección de fugas importantes (etapa 102) en la cual se vigila la evolución en el recinto de la concentración de al menos una especie gaseosa.

3. Procedimiento de detección según la reivindicación 2, caracterizado por que en la etapa de detección de fugas importantes, se vigila la concentración de oxígeno.

25 4. Procedimiento de detección según una de las reivindicaciones 2 o 3, caracterizado por que en la etapa de detección de fugas importantes, se baja la presión en el recinto (3) a una presión de vacío grosero, superior a 1mbar.

30 5. Procedimiento de detección según una de las reivindicaciones 2 a 4, caracterizado por que en la etapa de detección de fugas importantes, se sustituye la atmósfera del recinto que contiene el producto sellado por un gas de purga y se vigila la evolución en el recinto de la concentración de al menos una especie gaseosa del volumen gaseoso contenido en el producto sellado, distinto del gas de purga.

6. Procedimiento de detección según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que se baja la presión en el recinto (3) a una presión de vacío secundaria al menos inferior a 10^{-2} mbar.

7. Instalación de detección para el control de estanqueidad de productos sellados que comprende:

35 - un recinto (3) configurado para recibir al menos un producto que ha sido sellado (2) bajo atmósfera de aire, nitrógeno o de argón,

- un grupo de bombeo (4) que comprende una bomba de vacío primario (4b) y una bomba de vacío turbomolecular (4a) conectadas en serie, estando la entrada de la bomba de vacío turbomolecular (4a) conectada con la salida del recinto (3),

40 - un detector de gases ionizados (7) que comprende un medio de ionización de los gases, conectado con el recinto (3), comprendiendo el detector de gases ionizados:

- una cámara apta para ser puesta en comunicación con el recinto,

- un espectrómetro de emisión óptica conectado con una ventana óptica de la cámara, y

45 - un dispositivo de generación de plasma dispuesto alrededor de la cámara, formando un medio de ionización de los gases del detector de gases ionizados, apto para generar un plasma en las especies gaseosas presentes en la cámara,

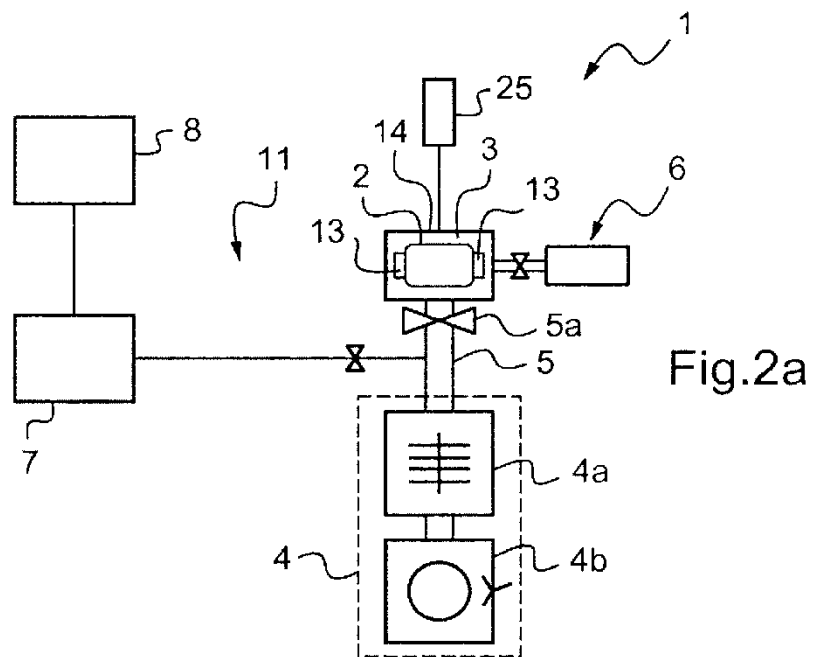
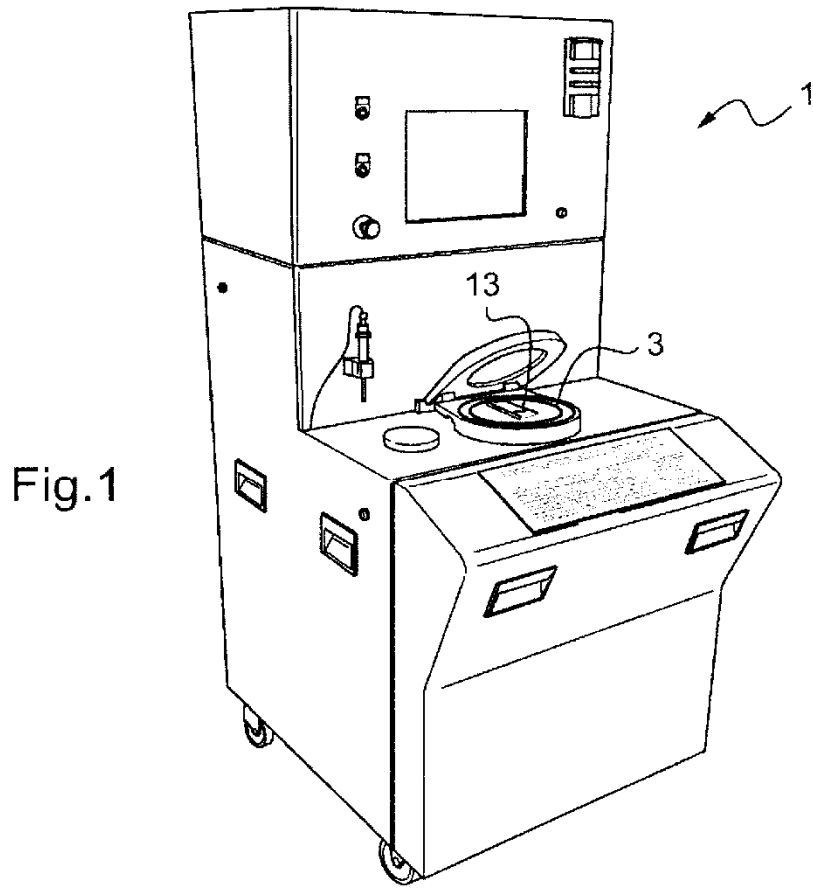
- una unidad de tratamiento (8) conectada con el detector de gases ionizados (7) para recibir señales representativas de la evolución de especies gaseosas,

5 - caracterizada por que la unidad de tratamiento (8) está configurada para vigilar la evolución en el recinto de la concentración de al menos una especie gaseosa ionizada del volumen gaseoso contenido en el producto sellado, siendo la especie gaseosa el nitrógeno, y para comparar la evolución de la concentración de la indicada especie gaseosa ionizada con evoluciones calibradas de concentración de especie gaseosa de referencia para identificar la presencia de una fuga de dicho producto sellado (2) mediante análisis por espectrometría de emisión óptica,

10 - se vigila la evolución de la relación de intensidades de una línea espectral distintiva del nitrógeno sobre una línea espectral distintiva del vapor de agua en el espectro representativo de las especies gaseosas presentes en el recinto (3), y

- se compara la relación de las intensidades de la línea espectral distintiva del aire y de una línea espectral distintiva del vapor de agua, con relaciones de intensidad obtenidas para una pluralidad de fugas calibradas en el transcurso de una bajada de presión en el recinto para cuantificar la fuga.

15



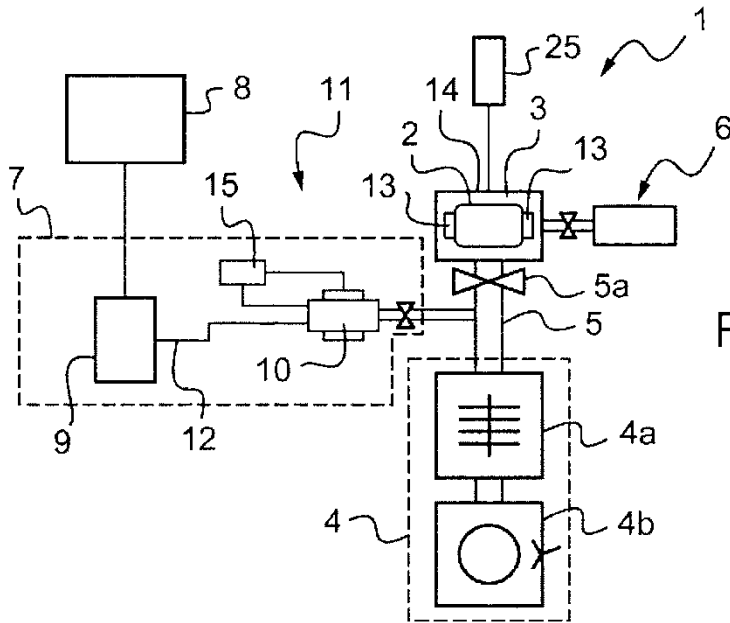


Fig. 2b

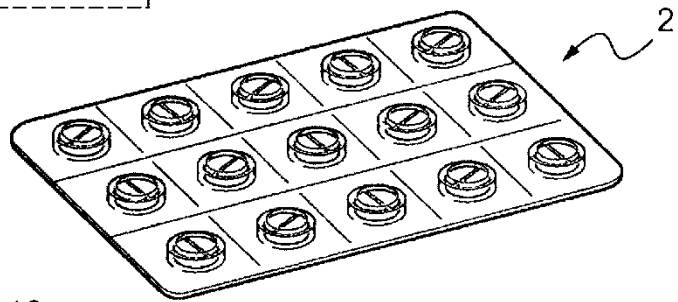


Fig. 3

Fig. 4

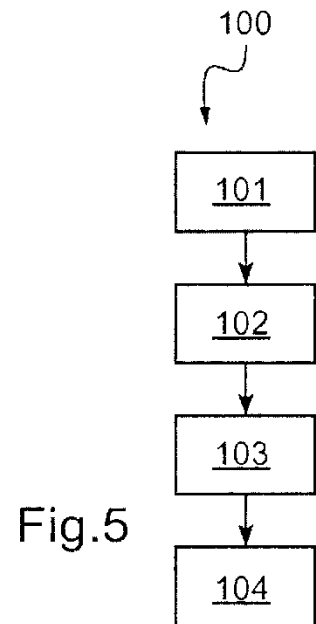
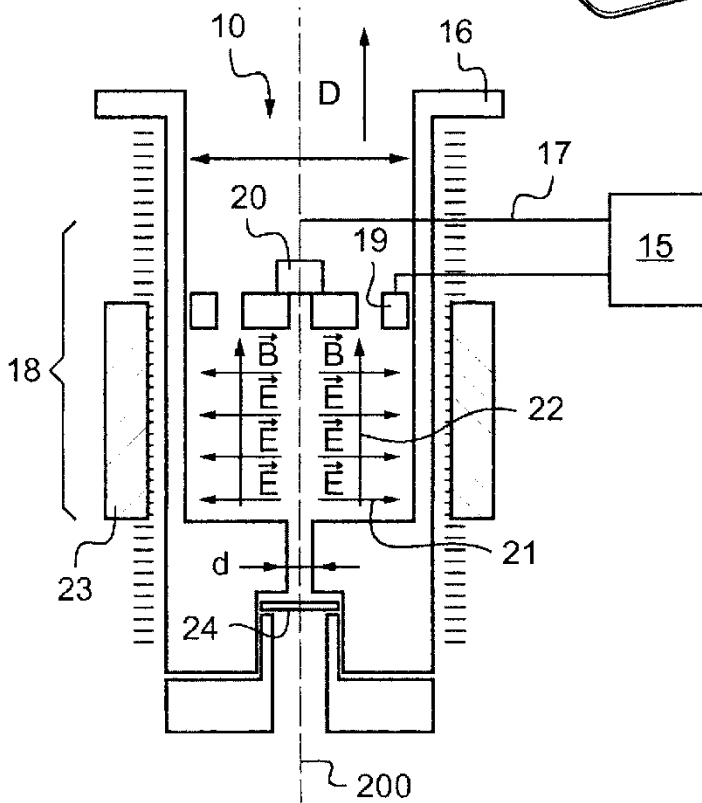


Fig. 5

Fig.6a

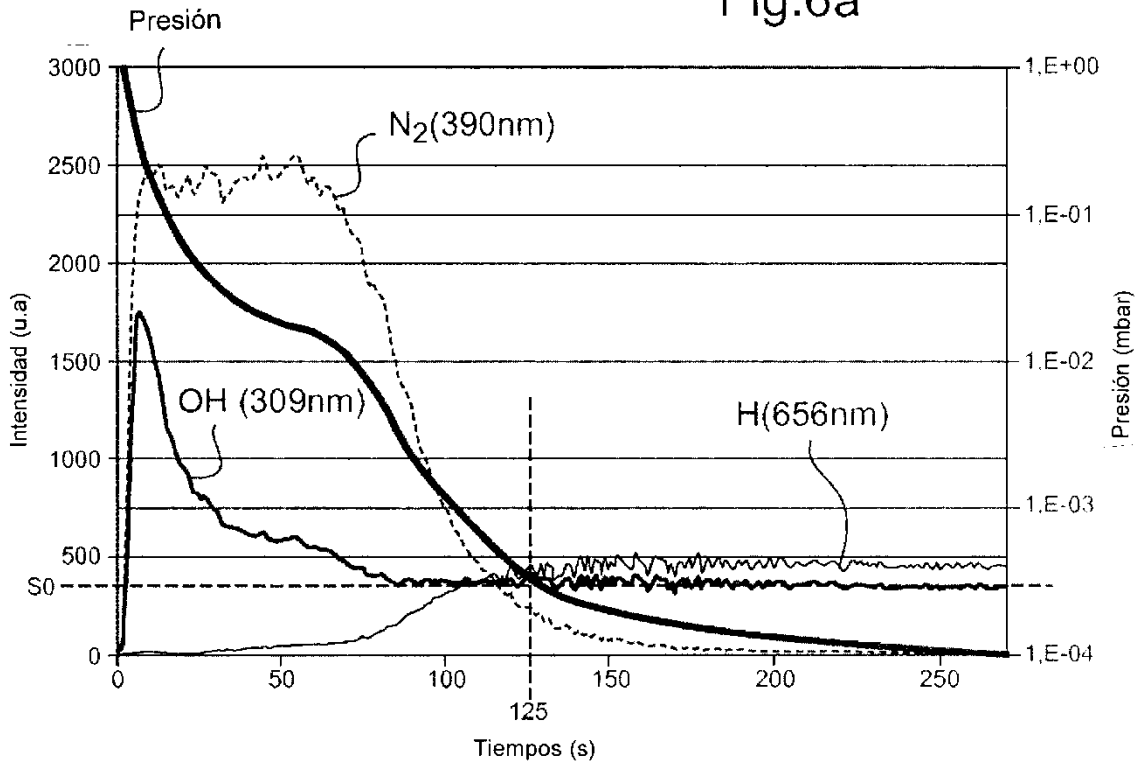


Fig.6b

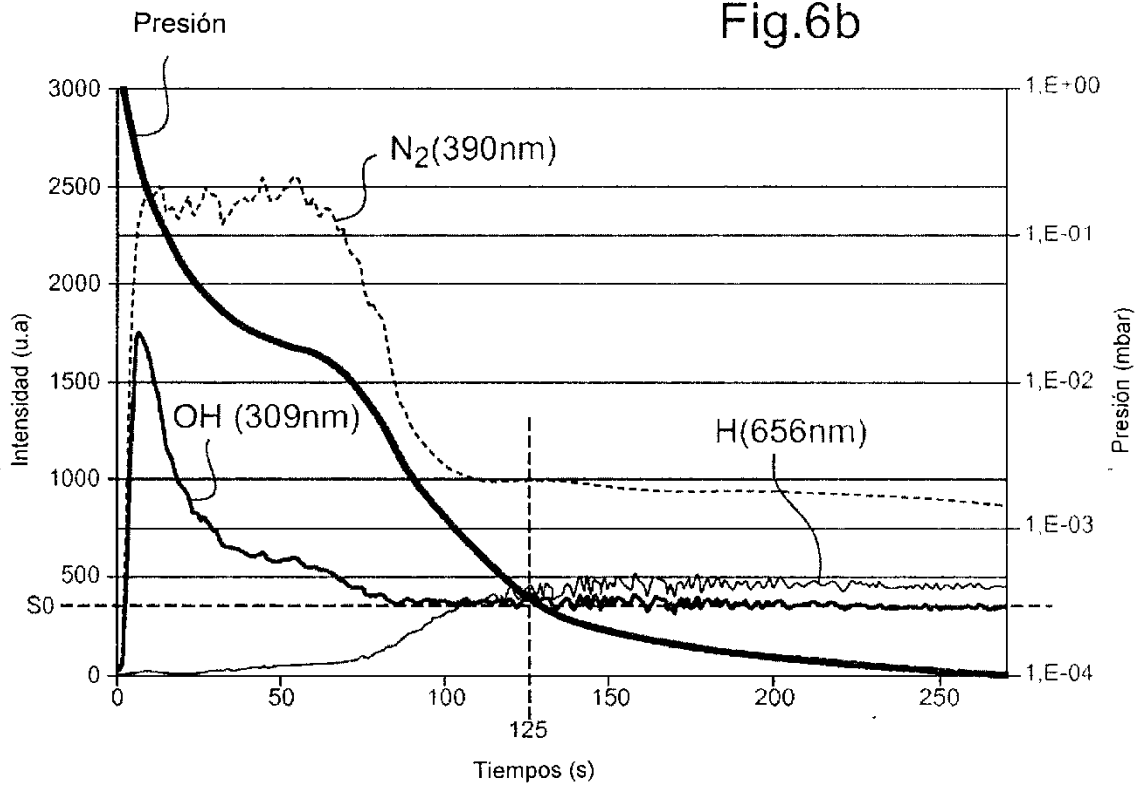
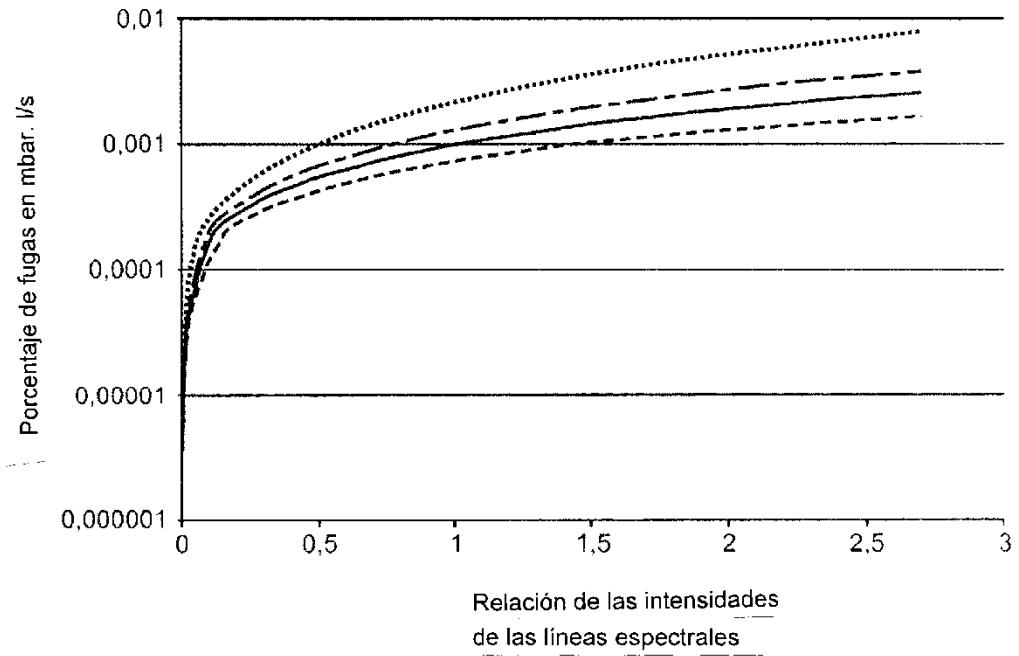


Fig.7



Relación de las intensidades de las líneas espectrales

Fig.8

