

SISTEMA DE REFERENCIA NACIONAL PARA LA MEDICIÓN DE VACÍO

Soriano Cardona B., Torres Guzmán J., Santander Romero L.
Centro Nacional de Metrología
km 4,5 carretera a Los Cués, El Marqués, Querétaro, México
Tel. (52) 4 211 0500, fax (52) 4 211 0578, e-mail sorianoc@cenam.mx

Resumen: Los sistemas de medición de vacío que utilizan técnicas de expansión estática múltiple son sistemas de medición primarios. Estos sistemas se utilizan típicamente para la medición de medio y alto vacío en el alcance de medición de $1 \cdot 10^{-5}$ Pa a $1 \cdot 10^3$ Pa en presión absoluta y la incertidumbre relativa expandida, mayor en la parte baja del alcance de medición, es de $8 \cdot 10^{-3}$ a $3 \cdot 10^{-3}$ de la lectura.

En el Centro Nacional de Metrología (CENAM, México) se ha desarrollado un sistema de expansión estática que sirve como sistema de referencia nacional para la medición de vacío [1]. Este patrón es el producto de un proyecto de desarrollo conjunto con el Physikalisch Technische Bundesanstalt (PTB, Alemania), en el cual el diseño, construcción, caracterización y operación del sistema son nacionales, con la asesoría y supervisión de expertos alemanes.

Este artículo presenta las bases del diseño y las características de operación de los sistemas de expansión estática, así como las particularidades del sistema del CENAM (primer patrón primario para medición de medio y alto vacío en América Latina).

INTRODUCCIÓN

El patrón nacional para medición de vacío [2] es un sistema de expansión estática (también llamado sistema de expansión en serie) con un alcance de medición de medio y alto vacío para la calibración de vacuómetros. Consta de cuatro cámaras de volumen conocido, dos de un volumen pequeño de 0,5 L y 1 L y dos cámaras de expansión, de 50 L y 100 L [2]. Este patrón primario se basa en la ley de Boyle–Mariotte, donde un pequeño volumen conocido de gas a una presión conocida relativamente alta, es expandido a un volumen mayor, previamente evacuado, al abrir una válvula entre las dos cámaras (bajo condiciones isotérmicas), esto genera una reducción en la presión conocida inicial que depende de la razón del volumen pequeño inicial entre la suma del volumen pequeño y el volumen grande.

$$f = \frac{V_0}{V_0 + V_1} \quad (1)$$

Esta razón es llamada razón de expansión, y su inversa es la razón de volumen.

SISTEMA DE REFERENCIA

El equipo consiste de dos sistemas, un sistema es la generación de la presión inicial P_0 y el segundo sistema es la expansión del gas de la presión P_0 a la presión de calibración P_{cal} . La presión inicial es generada al llenar un volumen que esta conectado entre la entrada a la cámara de expansión y el

suministro de gas. La presión inicial P_0 es medida con un manómetro absoluto de Bourdón de cuarzo (Ruska 7010) con un alcance de medición de 1 kPa a 200 kPa. La presión inicial es ajustada a su valor deseado por la operación automática de las válvulas en el suministro de gas o en la bomba de vacío.

El sistema completo esta construido con técnicas de ultra alto vacío utilizando sellos metálicos y realizando periódicamente horneado a 260 °C. Todas las válvulas son metálicas completamente de ángulo recto. La posición de cierre de las válvulas está bien definida. Por lo tanto, el volumen del lado del sello de la válvula puede ser conocido. En contraste con la posición de abierto, en el cual el interior de la válvula es comprimido y menos definido, por lo que el volumen total de la válvula es pobremente conocido. Por esta razón, las válvulas son montadas de tal forma que el lado de su posición de cierre se conecta hacia los volúmenes más pequeños.

El equipo tiene dos cámaras grandes V_2 y V_4 ; V_4 es la cámara de calibración y tiene 7 bridas. Esta se evacua a una velocidad de bombeo de $400 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1}$, limitado por una conexión a la bomba turbo molecular. Después de hornear, se alcanza una presión residual de $1 \cdot 10^{-7}$ Pa. Cuando la válvula que separa a la bomba turbo molecular se cierra, se observa una elevación de presión de $1,9 \cdot 10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{s}^{-1}$, bajo condiciones de trabajo normal. Esta elevación corresponde a una razón de desgasificación de al menos $1,6 \cdot 10^{-8} \text{ Pa} \cdot \text{L} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$.

En el equipo se pueden generar diferentes presiones de calibración de acuerdo a la forma de expansión

seleccionada. En un paso de expansión, el gas puede ser expandido del volumen V_1 a los volúmenes $V_1+V_2+V_3$, obteniendo una reducción de la presión de entrada P_0 por un factor de 10^{-2} . En dos pasos de expansión, el gas puede ser expandido primero de V_1 a $V_1+V_2+V_3$ y después de V_3 a V_3+V_4 con lo que se obtiene una reducción total de presión de 10^{-4} (factor de reducción relativo). Se pueden realizar un número mayor de pasos de expansión para obtener factores de reducción de presión más grandes.

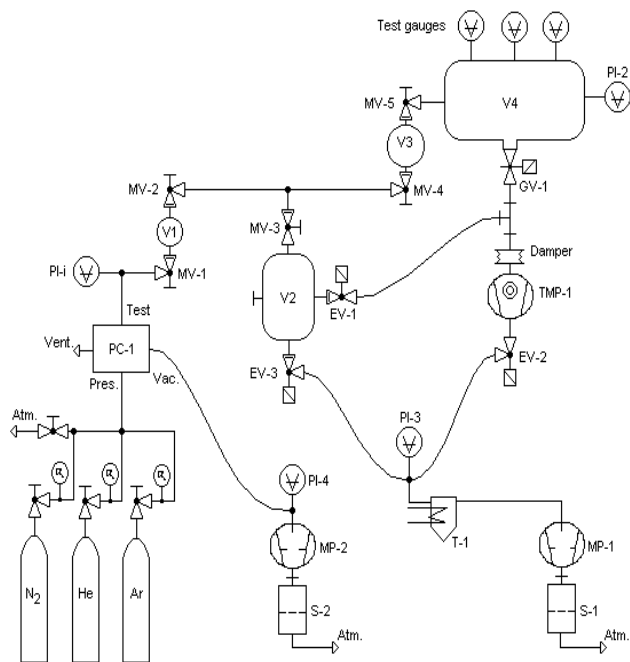


Figura 1. Diagrama del sistema de referencia nacional para la medición de vacío.

EXPANSIÓN DE GASES

En el sistema de expansión estática, la presión generada en el interior de las cámaras se determina mediante la ecuación siguiente:

$$P_{cal} = P_0 \frac{V_0}{V_0 + V_1} \quad (2)$$

Donde P_{cal} representa la presión generada en el sistema de expansión, P_0 es la presión inicial, V_0 es el volumen inicial, V_1 es el volumen de la cámara de expansión.

La presión real generada es ligeramente diferente de la presión P_{cal} , debido a la influencia del comportamiento real del gas y el efecto de

temperatura [4]. La P_{real} se determina mediante la siguiente ecuación.

$$P_{real} = P_0 \frac{V_0}{V_0 + V_1} \cdot \frac{T_1}{T_0} \cdot \frac{1 + B_1 \cdot P_1 / (R \cdot T_1)}{1 + B_0 \cdot P_0 / (R \cdot T_0)} \quad (3)$$

Donde T_0 es la temperatura termodinámica inicial y T_1 es la temperatura termodinámica final. $R = 8\,314$ Pa·L/(mol·K) y $B_{0,1}$ es el coeficiente virial, el coeficiente virial recomendado para el nitrógeno a 25°C es de $-4,7$ cm³/mol [5] (el coeficiente virial del nitrógeno es el más pequeño).

DETERMINACIÓN DE RAZÓN DE EXPANSIÓN

La mayoría de los sistemas de expansión estática tienen diferentes razones de expansión disponibles; estas expansiones son llevadas a cabo en serie para generar muy bajas presiones. Las razones de expansión son parámetros cruciales en todos los sistemas de expansión y deben ser determinados con alta exactitud.

Se utilizan tres métodos para determinar con exactitud la razón de expansión: a) método gravimétrico, b) método de acumulación de gas (método inglés) con dos manómetros de referencia, c) método de acumulación de gas con manómetro estrictamente lineal (sensor de arrastre molecular, SRG).

En el método gravimétrico, el volumen desconocido se llena con agua destilada, se obtiene la masa del agua destilada contenida y con su temperatura se obtiene la densidad. Con lo que se determina el volumen de la cámara [6] de acuerdo a la siguiente ecuación.

$$V = \frac{m_{H_2O}}{\rho_{H_2O}} \quad (4)$$

El proceso se repite varias veces para verificar un llenado adecuado. Los valores de volumen de cada una de las cámaras son los siguientes:

V_1	=	520,429	mL
V_2	=	51 056,65	mL
V_3	=	992,675	mL
V_4	=	96 881,07	mL

En el método de acumulación de gas, se mide la presión antes de la expansión con una balanza de pesos muertos y después de la expansión con un manómetro de Bourdón de cuarzo absoluto, recién

calibrado. Para la determinación correcta de la razón de expansión, es muy importante asegurar estabilidad de la temperatura, debido al alto valor de presión de P_0 , o por lo menos debe ser corregida por los gradientes de temperatura entre los volúmenes y por la deriva de temperatura. Después de la relajación de presión, se miden los valores de temperatura con los sensores y se toman las lecturas del manómetro de Bourdón de cuarzo absoluto [7].

En el mismo método utilizando un manómetro lineal, sensor de arrastre molecular (SRG), se determina la presión antes y después de cada expansión para diferentes rutas de expansión [8]. Este método presenta un problema de fluctuación del offset del SRG [9-11], lo que impacta en la evaluación de la incertidumbre de la razón de expansión; por otra parte, el pequeño alcance de medición lineal, menor a 0,1 Pa, solo permite medir razones de expansión bajas.

RUTAS DE EXPANSIÓN

Cuando el volumen de cada cámara ha sido determinado mediante la ecuación (4). La razón de expansión f puede ser calculada mediante la ecuación (1). En la siguiente tabla se definen cuatro rutas de expansión.

Expansión	Ruta de expansión	f
A	$V_I > V_I + V_x + V_2$	$1,0077 \cdot 10^{-2}$
B	$V_I > V_I + V_x + V_2 + V_3$	$9,8869 \cdot 10^{-3}$
C	$V_3 > V_3 + V_4$	$1,0142 \cdot 10^{-2}$
D	$V_I + V_x + V_3 > V_I + V_x + V_3 + V_4$	$1,6059 \cdot 10^{-2}$

Tabla 1. Rutas de expansión y valores de f .

Para generar presiones del orden de 10^{-5} Pa se requiere incrementar el volumen original en al menos 10^8 veces, esto se logra con un sistema de multi-etapas, en donde la relación de volumen total es lograda por expansiones sucesivas [7]. El diagrama fundamental del método de expansión en serie se muestra en la siguiente figura.

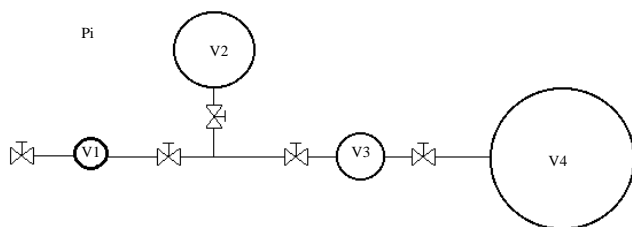


Figura 2. Diagrama fundamental.

Para cubrir el alcance de medición de $1 \cdot 10^{-5}$ Pa a $1 \cdot 10^3$ Pa se realizan expansiones sucesivas, las cuales son descritas en la siguiente tabla.

Alcance de medición	Rutas de expansión
$1 \cdot 10^{-5}$ Pa a $1 \cdot 10^{-3}$ Pa	$V_I > V_I + V_x + V_2$ $V_I > V_I + V_x + V_2$ $V_I > V_I + V_x + V_2 + V_3$ $V_3 > V_3 + V_4$
$1 \cdot 10^{-3}$ Pa a $1 \cdot 10^{-1}$ Pa	$V_I > V_I + V_x + V_2$ $V_I > V_I + V_x + V_2 + V_3$ $V_3 > V_3 + V_4$
$1 \cdot 10^{-1}$ Pa a $1 \cdot 10^2$ Pa	$V_I > V_I + V_x + V_2 + V_3$ $V_3 > V_3 + V_4$
$1 \cdot 10^2$ Pa a $1 \cdot 10^3$ Pa	$V_3 > V_3 + V_4$ $V_I + V_x + V_3 > V_I + V_x + V_3 + V_4$

Tabla 2. Expansiones sucesivas para cubrir el alcance de medición de $1 \cdot 10^{-5}$ Pa a $1 \cdot 10^3$ Pa.

INCERTIDUMBRE DEL SISTEMA

El sistema de referencia nacional para medición de vacío (identificado como SEE-1), tiene un alcance de medición de $1 \cdot 10^{-5}$ Pa a $1 \cdot 10^3$ Pa. La incertidumbre de P_{cal} se obtiene al sumar las incertidumbres individuales, no correlacionadas linealmente [12].

$$\frac{\Delta P_{cal}}{P_{cal}} = \frac{\Delta P_0}{P_0} + \frac{\Delta f}{f} + \frac{\Delta T_0}{T_0} + \frac{\Delta T_1}{T_1} \quad (5)$$

La presión inicial P_0 varía desde 1 kPa a 200 kPa y es medida con el manómetro de Bourdón absoluto de cuarzo con una incertidumbre relativa expandida de $3 \cdot 10^{-5}$ de la lectura entre 20 kPa y 200 kPa y con una incertidumbre relativa expandida de $1 \cdot 10^{-4}$ de la lectura en el alcance de 1 kPa a 20 kPa.

Durante la determinación de la razón de expansión, de aproximadamente 10^{-2} , por el método de acumulación de gas en el volumen V_4 por expansiones repetidas, existen siete fuentes que contribuyen a la incertidumbre relativa expandida de $1 \cdot 10^{-3}$ de la lectura [12]. La incertidumbre relativa expandida debida a la presión inicial contribuye con

$1 \cdot 10^{-5}$ de la lectura y la presión final tiene una incertidumbre relativa expandida de $1 \cdot 10^{-4}$ de la lectura. Los gradientes de temperatura en y a través de las cámaras contribuyen con $4 \cdot 10^{-4}$ de la lectura, la incertidumbre relativa por deriva de temperatura es $1 \cdot 10^{-4}$ de la lectura, adsorción $2,5 \cdot 10^{-4}$ de la lectura, el coeficiente virial con menos de $3 \cdot 10^{-5}$ de la lectura; y la incertidumbre relativa expandida debido a la repetibilidad es $5 \cdot 10^{-5}$ de la lectura. , Cuando f es aproximadamente 10^{-3} , su incertidumbre relativa expandida es de $2 \cdot 10^{-3}$ de la lectura, principalmente debido a la presión final más baja.

No solo las temperaturas entre las dos cámaras deben ser consideradas, sino además la deriva de las temperaturas durante la expansión. Típicamente, la incertidumbre de los dos últimos términos en la ecuación (5) contribuye a la incertidumbre total en P_{cal} con 0,1 % de la lectura [12].

La incertidumbre relativa expandida total de este patrón a una presión de $1 \cdot 10^3$ Pa es de $3 \cdot 10^{-3}$ de la lectura, de acuerdo a la ecuación 5, y a la presión de $1 \cdot 10^{-5}$ Pa es de $8 \cdot 10^{-3}$ de la lectura.

EFFECTOS DE TEMPERATURA

La temperatura y la presión de gas en un pequeño volumen (típicamente 1 L) son medidas antes de expandirlo a un volumen mucho más grande (100 L). Este efecto es de considerable importancia para las presiones de calibración en el régimen de vacío.

Cuando se transfiere gas de una cámara a alta presión a una cámara con mucha menor presión, o a vacío, pueden alcanzarse velocidades de flujo mayores que la velocidad del sonido. Dado que la transferencia es adiabática por un periodo corto, el gas inyectado en la cámara adquiere mayor temperatura que las paredes del entorno, mientras que el gas que permanece en el lado de alta presión (y que esta realizando el trabajo de aceleración) adquiere una temperatura más baja que la temperatura ambiente [13]. Esto sucede siempre y cuando el gas sea ideal.

Cuando en lugar de la temperatura del gas se mide la temperatura de las paredes antes de la expansión, las temperaturas de las paredes y del gas deben ser idénticas; de otro modo la presión calculada con estos valores de temperatura de pared será incorrecta.

En el sistema de expansión estática se tienen 10 termómetros Pt 100 de 4 hilos con una resolución de 10 mK. V_1 y V_3 tienen cada uno un sensor y V_2 y V_4 pueden tener desde 0 hasta 8 sensores de acuerdo a

la configuración utilizada (manteniendo el máximo total de 10 sensores).

Típicamente, se tiene que esperar entre 10 y 25 minutos después de llenar el volumen de 1 L a la presión de 100 kPa, desde el suministro de gas [13] hasta que los cambios de temperatura del gas y de la cámara están por abajo de 0,1 K y 0,01 K, respectivamente. La constante de tiempo es la misma y el cambio de la temperatura de la cámara es proporcional únicamente a la cantidad de gas.

Cuando sucede la expansión de V_1 a V_4 , el gas en V_1 esta a temperatura más baja que el gas en V_4 , después de la relajación, la temperatura de la pared de V_4 se mantiene constante dentro de 0,01 K, mientras que la temperatura de la pared de V_1 disminuye por 0,26 K [13].

Esto es esencialmente importante cuando el método de expansión estática es utilizado para la calibración de sensores de vacío.

CONCLUSIONES

El método de expansión estática es fundamental para la generación de presión en el alcance de medición de medio y alto vacío con las más bajas incertidumbres, sin embargo la incertidumbre se incrementa con cada expansión.

Hay varias magnitudes de influencia que deben ser tomadas en cuenta o deben estar bajo un control razonable, i.e. la desviación de las leyes de gases ideales, las diferencias de temperatura dentro del equipo, desorción y adsorción de gas. Una fuente de incertidumbre importante es la determinación de razón de expansión usada en el proceso de expansión del gas, por lo que se han aplicado varias técnicas para determinar la razón de expansión. Las incertidumbres relativas expandidas típicas en el caso de una razón de volumen de 100:1 son estimadas en 10^{-4} de la lectura [7]. El método de acumulación de gas puede proveer una razón de volumen con una incertidumbre relativa expandida de aproximadamente 0,05 % de la lectura [4]. La incertidumbre relativa expandida de la presión generada es típicamente del orden de $1 \cdot 10^{-3}$ de la lectura. Las incertidumbres logradas son bastante razonables para los límites de estabilidad de los vacuómetros de transferencia disponibles, por ejemplo: sensor de arrastre molecular, y los sensores de capacitancia de diafragma.



Figura 3. Sistema de referencia nacional para la medición de vacío.

RECONOCIMIENTOS

En el diseño, construcción, caracterización y operación del sistema de referencia nacional para la medición de vacío han colaborado Víctor Aranda, Alfredo Esparza y toda la especialidad de Presión y vacío, junto con el apoyo, asesoría y supervisión del Dr. Karl Jousten, Peter Rohl, Georg Rupschus y Olaf Jahn del PTB.

REFERENCIAS

- [1] Jorge Torres, Benjamín Soriano, Sistema de referencia nacional para la medición de vacío, Publicación Técnica CNM-PNM-25, División de Metrología de Fuerza y Presión, 2000.
- [2] Diario Oficial de la Federación. Publicado el 7 de marzo de 2000.
- [3] Jorge Torres, Benjamín Soriano and Víctor Aranda, Pressure Metrology in México, International Conference on Pressure Metrology from Ultra High Vacuum to Very High Pressures, Torino, Italia, Mayo de 1999.

- [4] W. Ditchin, J. K. Migwi and G. Grosse, Pressures in the high and medium vacuum range generated by a series expansion standard, *Vacuum* / Vol. 40 / No 3 / páginas 293 a 304 / 1990.
- [5] J. H. Dymond and E. B. Smith, *The virial coefficients of gases - A critical compilation*, Clarendon Press, Oxford, 1969.
- [6] Manuel Maldonado, Curso de flujo y volumen, División de Metrología de Flujo y Volumen, CENAM, 2000.
- [7] K. W. T. Elliott and P. B. Clapham, The accurate measurement of the volume ratios of vacuum vessels, NPL Report NOM 28, Enero 1978.
- [8] A. Berman and J. K. Fremerey, *J. Vac. Sci. Technol. A* 5, páginas 2436 a 2439. 1987.
- [9] J. K. Fremerey, *J. Vac. Sci. Technol. A* 3, páginas 1715 a 1720/ 1985.
- [10] K. E. McCulloh, S. D. Wood and C. R. Tilford, *J. Vac. Sci. Technol. A* 3, páginas 1738 a 1741. 1985.
- [11] Suk-Ho Choi, S. Dittmann and C. R. Tilford, *J. Vac. Sci. Technol. A* 8, páginas 4079 a 4085. 1990.
- [12] K. Jousten and G. Rupschus, The uncertainties calibration pressures at PTB, *Vacuum* 44, Pergamon Press Ltd, páginas 569 a 572. 1993.
- [13] K. Jousten, Temperature relation of argon and helium after injection into a vacuum vessel, PTB – Berlin, Germany, *Vacuum* / volume 45 / number 12 / páginas 1205 a 1208. 1994.
- [14] M. Bergoglio, A. Calcatelli, L. Marzola and G. Rumanio, Primary and secondary vacuum measurements, *Vacuum* 44, Pergamon Press Ltd, páginas 573 a 576. 1993.