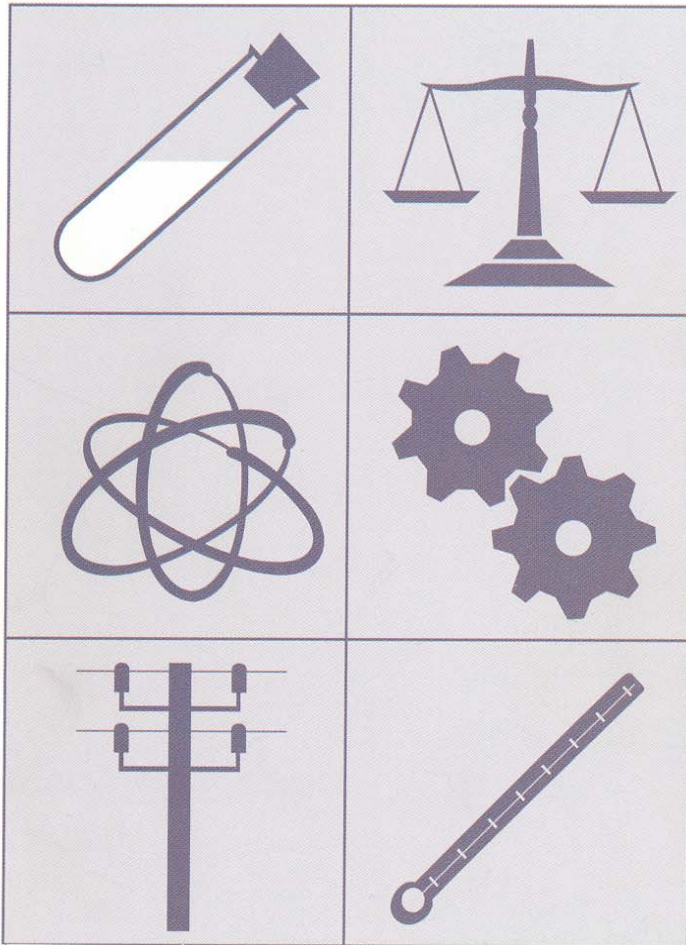


Metrología

PROCEDIMIENTO DE CALIBRACIÓN



PROCEDIMIENTO ME- 001 PARA LA CALIBRACIÓN DE MEDIDORES DE VACÍO

m 10



MINISTERIO DE INDUSTRIA, TURISMO Y COMERCIO



Este procedimiento ha sido revisado, corregido y actualizado, si ha sido necesario.

La presente edición se emite en formato digital. Hay disponible una edición en papel que se puede adquirir en nuestro departamento de publicaciones.

Este procedimiento de calibración es susceptible de modificación permanente a instancia de cualquier persona o entidad. Las propuestas de modificación se dirigirán por escrito, justificando su necesidad, a cualquiera de las siguientes direcciones:

Correo postal
Centro Español de Metrología
C/ del Alfar, 2,
28760 Tres Cantos, Madrid

Correo electrónico
cem@cem.es



ÍNDICE

	Página
1. OBJETO	4
2. ALCANCE	4
3. DEFINICIONES	5
4. GENERALIDADES	11
4.1. Método de comparación estática directa	14
4.2. Método de comparación dinámica directa	15
5. DESCRIPCIÓN	17
5.1. Equipos y materiales	17
5.2. Operaciones previas	20
5.3. Proceso de calibración	25
5.4. Toma y tratamiento de datos	27
6. RESULTADOS	28
6.1. Cálculo de incertidumbres	28
6.2. Interpretación de resultados	38
7. REFERENCIAS	39
7.1. Documentos necesarios para realizar la calibración	39
7.2. Otras referencias para consulta	39
8. ANEXOS	40



1. OBJETO

El presente procedimiento tiene como objeto fijar los métodos y la sistemática adecuada para realizar la calibración de medidores absolutos de vacío.

Este procedimiento ha sido realizado conforme a lo establecido en las recomendaciones de la referencia [1].

2. ALCANCE

El presente procedimiento es de aplicación a aquellos indicadores de presión absoluta en medio gas que trabajen en el campo de 10^3 Pa y 10^{-5} Pa. Dichos indicadores podrán cubrir total o parcialmente el rango mencionado.

Podrá ser aplicado tanto a instrumentos de control de vacío analógicos como digitales, indicadores de alta precisión, patrones de transferencia o patrones secundarios.

El procedimiento comprende la calibración por dos métodos, que serán elegidos en función de las necesidades del medidor a calibrar y del equipo de calibración disponible. El mejor método depende de cada situación y necesidad concreta.

Puesto que los diferentes indicadores de vacío pueden diferir enormemente en su técnica, se tratarán de modo genérico. Sin embargo, se prestará una especial atención a algunos de los utilizados con mayor frecuencia en medidas industriales y científicas.

El procedimiento no abarca el tema de las conexiones entre los distintos elementos del sistema de vacío (bridas, juntas y válvulas). En todo momento se supone que estos elementos son elegidos acordes con el trabajo que deben realizar.

Este procedimiento no es aplicable a la calibración de analizadores de gases residuales, utilizados para conocer las presiones parciales de



cada componente químico del gas en el sistema de vacío.

Tampoco es de aplicación a los medidores de vacío del tipo McLeod, basados en la compresión de un gas por una columna de mercurio.

3. DEFINICIONES

Son de aplicación las definiciones generales de la referencia [2] que aparecen a continuación, además de otras específicas para el desarrollo del presente procedimiento.

Vacío

Presión de gas inferior a la atmosférica. Se identifica con una densidad de partículas del gas inferior a la densidad de partículas a presión atmosférica.

Presión:

Es la fuerza por unidad de superficie que ejerce el gas sobre las paredes del recipiente que lo encierra. En el Sistema Internacional de unidades, la unidad de presión se expresa en pascal ($1 \text{ Pa} = 1 \text{ N/m}^2$).

Indicadores o medidores absolutos de vacío

Instrumentos utilizados para la medición de la presión del gas en condición de vacío. En este procedimiento se utilizarán indistintamente los términos: “indicador de vacío” o “medidor de vacío” y se referirán a dispositivos de medida de presión en el campo del vacío.



Mensurando [2] (2.3)

Magnitud que se desea medir.

NOTAS:

1. La especificación de un mensurando requiere el conocimiento de la naturaleza de la magnitud y la descripción del estado del fenómeno, cuerpo o sustancia cuya magnitud es una propiedad, incluyendo las componentes pertinentes y las entidades químicas involucradas.
2. En la 2ª edición del VIM y en IEC 60050-300:2001, el mensurando está definido como “magnitud sujeta a medición”.
3. La medición, incluyendo el sistema de medida y las condiciones bajo las cuales se realiza ésta, podría alterar el fenómeno, cuerpo o sustancia, de tal forma que la magnitud bajo medición difiriera del mensurando. En este caso sería necesario efectuar la corrección apropiada.

EJEMPLOS

1. La diferencia de potencial entre los terminales de una batería puede disminuir cuando se utiliza un voltímetro con una conductancia interna significativa. La diferencia de potencial en circuito abierto puede calcularse a partir de las resistencias internas de la batería y del voltímetro.
2. La longitud de una varilla cilíndrica de acero a una temperatura de 23 °C será diferente de su longitud a la temperatura de 20 °C, para la cual se define el mensurando. En este caso, es necesaria una corrección.
4. En química, la “sustancia a analizar”, el analito, o el nombre de la sustancia o compuesto, se emplean algunas veces en lugar de “mensurando”. Esta práctica es errónea debido a que estos términos no se refieren a magnitudes.

Ajuste de un sistema de medida [3] (4.30)

Conjunto de operaciones realizadas sobre un sistema de medida para que proporcione indicaciones prescritas, correspondientes a valores dados de la magnitud a medir.



NOTAS

1. Diversos tipos de ajuste de un sistema de medida son: ajuste de cero, ajuste del offset (desplazamiento) y ajuste de la amplitud de escala (denominado también ajuste de la ganancia).
2. No debe confundirse el ajuste de un sistema de medida con su propia calibración, que es un requisito para el ajuste.
3. Después de su ajuste, generalmente un sistema de medida debe ser calibrado nuevamente.

Calibración [2] (2.39):

Operación que bajo condiciones especificadas establece, en una primera etapa, una relación entre los valores y sus incertidumbres de medida asociadas obtenidas a partir de los patrones de medida, y las correspondientes indicaciones con sus incertidumbres asociadas y, en una segunda etapa, utiliza esta información para establecer una relación que permita obtener un resultado de medida a partir de una indicación.

NOTAS

- 1 Una calibración puede expresarse mediante una declaración, una función de calibración, un diagrama de calibración, una curva de calibración o una tabla de calibración. En algunos casos, puede consistir en una corrección aditiva o multiplicativa de la indicación con su incertidumbre correspondiente.
- 2 Conviene no confundir la calibración con el ajuste de un sistema de medida, a menudo llamado incorrectamente “autocalibración”, ni con una verificación de la calibración.
- 3 Frecuentemente se interpreta que únicamente la primera etapa de esta definición corresponde a la calibración.

Error de medida [2] (2.16):

Diferencia entre un valor medido de una magnitud y un valor de referencia.



NOTAS

1. El concepto de error de medida puede emplearse
 - a) Cuando exista un único valor de referencia, como en el caso de realizar una calibración mediante un patrón cuyo valor medido tenga una incertidumbre de medida despreciable, o cuando se toma un valor convencional, en cuyo caso el error es conocido.
 - b) Cuando el mensurando se supone representado por un valor verdadero único o por un conjunto de valores verdaderos, en cuyo caso el error es desconocido.
2. Conviene no confundir el error de medida con un error en la producción o con un error humano.

Incertidumbre de medida [2] (2.26):

Parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores atribuidos a un mensurando, a partir de la información que se utiliza

NOTAS

- 1 La incertidumbre de medida incluye componentes procedentes de efectos sistemáticos, tales como componentes asociadas a correcciones y a valores asignados a patrones, así como la incertidumbre debida a la definición. Algunas veces no se corrigen los efectos sistemáticos estimados y en su lugar se tratan como componentes de incertidumbre.
- 2 El parámetro puede ser, por ejemplo, una desviación típica, en cuyo caso se denomina incertidumbre típica de medida (o un múltiplo de ella), o una semiamplitud con una probabilidad de cobertura determinada.
- 3 En general, la incertidumbre de medida incluye numerosas componentes. Algunas pueden calcularse mediante una evaluación tipo A de la incertidumbre de medida, a partir de la distribución estadística de los valores que proceden de las series de mediciones y pueden caracterizarse por desviaciones típicas. Las otras componentes, que pueden calcularse mediante una evaluación tipo B de la incertidumbre de medida, pueden caracterizarse también por desviaciones típicas, evaluadas a partir de funciones de densidad de probabilidad basadas en la experiencia u otra información.



- 4 En general, para una información dada, se sobrentiende que la incertidumbre de medida está asociada a un valor determinado atribuido al mensurando. Por tanto, una modificación de este valor supone una modificación de la incertidumbre asociada.

Resolución (de un dispositivo visualizador) [3] (4.15)

Mínima diferencia entre indicaciones visualizadas, que puede percibirse de forma significativa.

Trazabilidad [2] (2.41):

Propiedad de un resultado de medida por la cual el resultado puede relacionarse con una referencia mediante una cadena ininterrumpida y documentada de calibraciones, cada una de las cuales contribuye a la incertidumbre de medida.

NOTAS

- 1 En esta definición, la referencia puede ser la definición de una unidad de medida, mediante una realización práctica, un procedimiento de medida que incluya la unidad de medida cuando se trate de una magnitud no ordinal, o un patrón.
2. La trazabilidad metrológica requiere una jerarquía de calibración establecida.
3. La especificación de la referencia debe incluir la fecha en la cual se utilizó dicha referencia, junto con cualquier otra información metrológica relevante sobre la referencia, tal como la fecha en que se haya realizado la primera calibración en la jerarquía.
4. Para mediciones con más de una magnitud de entrada en el modelo de medición, cada valor de entrada debiera ser metrológicamente trazable y la jerarquía de calibración puede tener forma de estructura ramificada o de red. El esfuerzo realizado para establecer la trazabilidad metrológica de cada valor de entrada debería ser en proporción a su contribución relativa al resultado de la medición.
5. La trazabilidad metrológica de un resultado de medida no garantiza por sí



misma la adecuación de la incertidumbre de medida a un fin dado, o la ausencia de errores humanos.

6. La comparación entre dos patrones de medida puede considerarse como una calibración si ésta se utiliza para comprobar, y si procede, corregir el valor y la incertidumbre atribuidos a uno de los patrones.
7. La ILAC considera que los elementos necesarios para confirmar la trazabilidad metrológica son: una cadena de trazabilidad metrológica ininterrumpida a un patrón internacional o a un patrón nacional, una incertidumbre de medida documentada, un procedimiento de medida documentado, una competencia técnica reconocida, la trazabilidad metrológica al SI y los intervalos entre calibraciones (véase ILAC P-10:2002).
8. Algunas veces el término abreviado “trazabilidad” se utiliza en lugar de “trazabilidad metrológica” así como para otros conceptos, como trazabilidad de una muestra, de un documento, de un instrumento, de un material, etc., cuando interviene el historial (“traza”) del elemento en cuestión. Por tanto, es preferible utilizar el término completo “trazabilidad metrológica” para evitar confusión.

Desgasificación:

Es el fenómeno de desorción molecular que tiene lugar en las superficies de los materiales expuestos a condición de vacío.

La superficie de cualquier material actúa como una fuente de partículas, limitando en la práctica la presión límite que se puede conseguir, en función de las características de la/las bombas de vacío utilizadas y el volumen de gas a desalojar (volumen de la cámara de vacío).

Horneado:

Es un método de limpieza de las superficies expuestas a vacío en el interior de la cámara. Consiste en calentar la superficie que se quiere limpiar, favoreciendo térmicamente la desgasificación de la misma. Al disminuir la contaminación de las superficies expuestas a vacío, la desgasificación de las mismas disminuye con posterioridad al horneado, permitiendo alcanzar, con la misma potencia de bombeo,



una menor presión de base, es decir, un vacío mayor.

4. GENERALIDADES

A lo largo de este procedimiento se utilizará la unidad de presión en el Sistema Internacional de unidades (S.I.), el pascal ($1 \text{ Pa} = 1 \text{ N/m}^2$).

Este procedimiento es de aplicación a aquellos medidores de vacío en que el elemento sensible a la variación de presión es de un de los siguientes tipos:

- Conductividad térmica (piranis y termopares)
- Capacidad (CDG's)
- Viscosidad molecular (SRG's)
- Ionización (IG's)

Todos ellos son instrumentos de medida con la propiedad de transformar algún tipo de señal eléctrica en una lectura de presión. Esta señal procede de la interacción de un sensor con el gas cuyo nivel de vacío se quiere medir.

La figura 4.1 muestra un esquema de la configuración típica de un medidor electrónico de vacío:

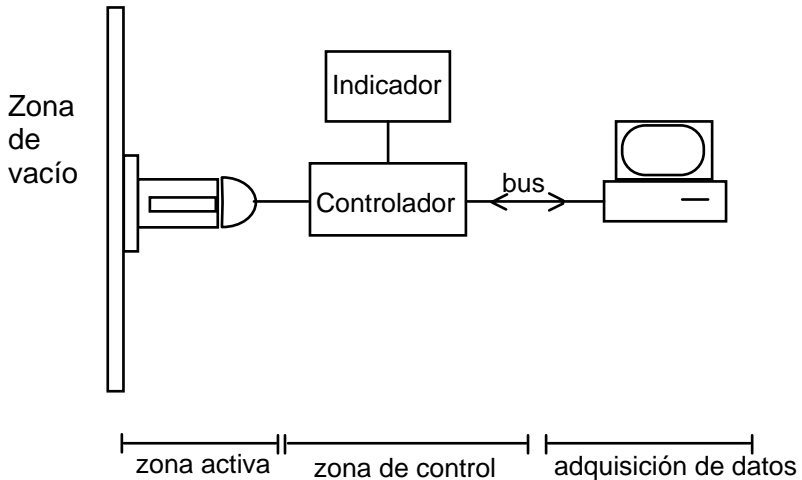


Figura 4.1. Configuración general de un indicador electrónico de vacío.

En la zona activa se produce el proceso físico que en función de la presión presenta una variación de la señal eléctrica analizada por el controlador.

En la zona de control se halla el conjunto controlador – indicador. El controlador proporciona la alimentación adecuada al sensor de la zona activa. El indicador traduce la señal eléctrica en la lectura de la presión existente en la zona del sensor. En sistemas que no posean tal indicador existirá la posibilidad de obtener una señal eléctrica (corriente o voltaje) que pueda relacionarse de un modo sencillo con el nivel de vacío existente en la zona activa del medidor.

Finalmente, en la zona de adquisición de datos, se registran las lecturas de las medidas realizadas por el sensor. La lectura puede ser recogida en soporte informático o bien puede registrarse manualmente.

Frecuentemente los instrumentos de medida tienen posibilidad de



ajuste. Esto podrá realizarse a través de la unidad de control, en los mismos medidores, o bien a través de conexión por ordenador y un bus de comunicaciones (usualmente bus serie, paralelo, o del tipo IEEE - 488).

En el Anexo I se presenta una breve descripción de algunos de los medidores de vacío más utilizados, y de algunas consideraciones a tener en cuenta durante su utilización, tanto para ser calibrados, como para ser utilizados como instrumentos patrón o de referencia.

Este procedimiento describe el procedimiento de calibración de indicadores de vacío mediante uno de los dos métodos siguientes: *por comparación estática directa o por comparación dinámica directa*.

En cualquiera de estos métodos la calibración consistirá en ajustar, para un punto dado de calibración, que la indicación del patrón se encuentre lo más cerca posible de la presión nominal elegida. En estas condiciones, y con la presión estabilizada, se registran las lecturas del medidor patrón y las del medidor incógnita. La diferencia entre la indicación incógnita y la indicación patrón es el error absoluto del instrumento a calibrar.

Entendemos por “medidor incógnita” el medidor de vacío que está siendo calibrado.

El medidor o medidores usados como patrón deben cubrir el rango de calibración del medidor de vacío a calibrar y es recomendable que tenga una incertidumbre al menos tres veces inferior a la requerida para el medidor incógnita, siempre y cuando sea posible.

La calibración siempre se llevará a cabo con un tipo de gas cuya composición química esté bien definida. El gas debe ser inerte y no inflamable. Usualmente será nitrógeno (N_2). Para los manómetros cuya lectura dependa del tipo de gas, se deberá tener presente la composición de éste y cómo se ve afectada la medida.

El gas utilizado durante la calibración constará siempre en el certificado o informe de calibración.

A continuación se exponen esquemáticamente los métodos de



calibración mencionados. No obstante se puede disponer, y así se recomienda, de un sistema que permita realizar calibraciones con ambos métodos.

NOTA: En los esquemas de los sistemas de vacío no se representan, por brevedad, ni las bridas ni las juntas de conexión. Los símbolos utilizados son frecuentemente usados en la literatura [7].

4.1. Método de comparación estática directa

Este método se basa en conseguir una presión estática y estable en la cámara de calibración. El esquema de la figura 4.2 muestra una posible disposición de los equipos. A la cámara de calibración están conectados: el indicador de referencia o manómetro patrón (indicado por Mp) y el indicador a calibrar, o manómetro incógnita (indicado por Mx).

El sistema deberá constar al menos de una válvula de aislamiento (V1) del sistema de bombeo y una válvula de fuga controlada (V2). Esta disposición permite controlar la cantidad de gas que entra en la cámara.

Es recomendable instalar una tercera válvula entre V2 y la cámara, para evitar la necesidad de actuar frecuentemente sobre la válvula de fuga controlada, por lo general delicada.

Para operar el sistema, se dejará entrar suavemente gas, regulando el flujo por medio de V2, hasta la presión a la que se desea realizar el siguiente punto de calibración. En ese momento se cortará la entrada de gas en la cámara.

Con ambas válvulas cerradas se esperará el tiempo suficiente hasta que la presión se haya estabilizado. Estos pasos son previos al registro de la lectura.

La presión base alcanzable depende de las características de construcción del sistema, tales como la tasa de desgasificación de las paredes de la cámara, máxima fuga permitida en las válvulas y

juntas, o la potencia del grupo de bombeo. Para un dispositivo como el descrito aquí se puede conseguir realizar calibraciones en un nivel de vacío con presiones situadas entre 10^3 y 10^{-3} Pa. Por lo tanto, se cubre sólo parcialmente el campo de aplicación del presente procedimiento.

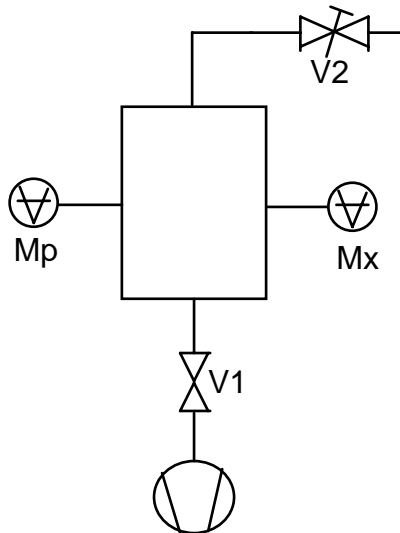


Figura 4.2. Montaje básico para la calibración por comparación directa. Mp y Mx representan los indicadores patrón e incógnita, respectivamente.

4.2. Método de comparación dinámica directa

A diferencia del caso anterior, este método se basa en una entrada continua de gas, que fluye desde su entrada en la cámara hasta que es bombeado al exterior. Esta condición, de forma controlada, se mantiene durante el proceso de calibración.

En la figura 4.3 se representa el sistema de calibración por

comparación dinámica directa. La presión en este sistema es estática, pero mantenida por una circulación dinámica del gas de calibración.

La válvula de fuga controlada V2 se utilizará para regular el flujo de entrada de gas de modo continuo. La presión que se alcanza en la cámara es el resultado de un equilibrio entre la velocidad de bombeo, que tiende a disminuir la presión y la velocidad de entrada de gas, que tiende a aumentarla. La velocidad efectiva de bombeo necesaria se consigue eligiendo el valor adecuado de la conductancia C.

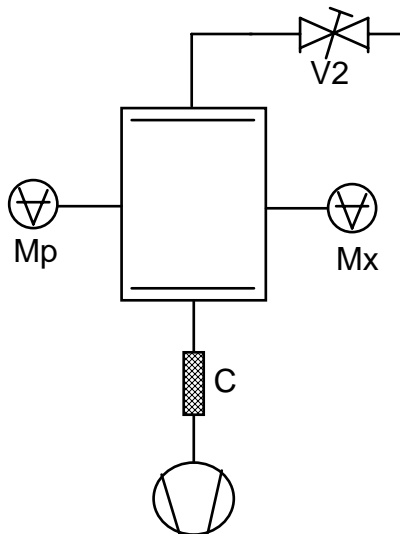


Figura 4.3. Montaje básico para la calibración dinámica directa. Las líneas horizontales representan difusores a la entrada y a la salida del gas.

Se recomienda que el sistema tenga instalados difusores a la entrada y a la salida del gas de calibración, como se representa en el esquema de la figura 4.3. De este modo se uniformiza la presión del gas que se encuentra circulando por la cámara.



El rango de utilización de este método oscila según el diseño del equipo. La utilización de este sistema para calibración se extiende en el rango de presiones 10^{-1} Pa a 10^{-5} Pa (orientativo).

NOTA: Interponiendo una válvula de cierre, entre la conductancia C y la cámara de la figura 4.3, el sistema se puede utilizar también tal como se describe en el apartado 4.1, permitiendo su utilización en todo el rango útil tratado en este procedimiento.

5. DESCRIPCIÓN

5.1. Equipos y materiales

Los requisitos necesarios para la realización de una calibración en vacío dependen de las necesidades de incertidumbre y de las décadas de presión que la calibración pretende cubrir.

Será el responsable de la calibración quien en último lugar deberá evaluar si el equipo disponible permite calibrar el medidor incógnita con el grado adecuado de incertidumbre. Para ello deberá poseer un perfecto conocimiento de las incertidumbres que puede obtener de su sistema de calibración y también toda la información posible del instrumento a calibrar, datos que pueden obtenerse generalmente del fabricante.

Como regla general, el sistema donde se vaya a realizar la calibración deberá poder alcanzar un nivel de vacío tal que la presión base del sistema de calibración se sitúe al menos:

- 100 veces por debajo de la presión inicial de calibración cuando previo a la calibración se tenga que ajustar el cero del instrumento (CDG's) o el valor de cero tenga influencia en los cálculos (SRG's). Por ejemplo, si el primer punto de calibración es 10^{-5} Pa, la presión de base deberá ser menor que 10^{-7} Pa.
- 10 veces por debajo de la presión inicial de calibración en caso contrario. Por ejemplo, si el primer punto de calibración es 10^{-5} Pa, la presión de base deberá ser



menor que 10^{-6} Pa.

El equipo básico con el que se debe contar para realizar la calibración es el siguiente:

a) Cámara de vacío

Obviamente, la cámara de vacío es uno de los elementos principales para la realización de calibraciones de medidores de vacío, puesto que es el lugar físico que albergará el gas cuya presión deseamos determinar con precisión.

El diseño de la cámara debe cumplir, al menos, con los siguientes requisitos:

- Debe situarse sobre una base estable y libre de vibraciones
- Estará construida en un material resistente y que no se deforme debido a la presión atmosférica exterior (p.e. acero inoxidable).
- La cámara dispondrá de distintas conexiones para instalar los medidores, calibradores, y patrones. Las posiciones entre ellos deberán ser idealmente equivalentes, en cuanto a la distribución espacial de la presión se refiere.

Los criterios de construcción generales de una cámara de vacío destinada a la realización de calibraciones se pueden encontrar en la guía ISO – DIS 5300 [5].

b) Equipo de bombeo

Para llegar a alcanzar los niveles de vacío de este procedimiento, se deberá disponer del sistema de bombeo adecuado. Éste depende del volumen a desalojar, de la presión última a conseguir, y de las conductancias del sistema que intervienen en el proceso de bombeo.

c) Equipo patrón



Es el conjunto de instrumentos, incluyendo sensores, controladores, sistemas de alimentación y dispositivos de lectura, que permiten conocer la presión dentro de la cámara con una incertidumbre. Esta incertidumbre deberá ser obtenida a partir de su comparación con otro sistema patrón, superior en la cadena de trazabilidad.

d) Sistema de calentadores

Para calibraciones de hasta 10^{-5} Pa, se requerirá llegar a una presión de base de al menos 10^{-6} Pa. Cuando se instala un nuevo medidor de vacío a calibrar, el interior de la cámara habrá sido expuesto a condiciones ambientales. Para eliminar los gases residuales, y llegar a la presión de base, es aconsejable *hornear* el sistema (ver apartado 3). Para ello, se recomienda que la cámara posea un sistema de calentadores, que permita mantener una temperatura controlada de entre 150 y 200°C durante al menos 48 horas. La temperatura máxima de calentamiento depende de las características de las juntas, válvulas, conexiones eléctricas, o de cualquier otro componente sometido al calentamiento. Deberá ponerse cuidado en no sobrepasar la máxima temperatura tolerada por ninguno de los equipos o componentes.

e) Sistema de control de presión

Para realizar los puntos de calibración a distintas presiones, necesitamos un mecanismo de control de la presión en la cámara de calibración.

Esto se realiza mediante un juego de válvulas que permitan la entrada de gas y la conexión del sistema al grupo de bombeo, como se representa en las figuras 4.2 y 4.3.

Para que el control del flujo de entrada sea suficientemente fino, al menos una de las válvulas será de “fuga controlada”.

f) Sensores de temperatura



Se requiere conocer la temperatura del sistema en algunos puntos. Debe tenerse en cuenta que para las presiones tratadas en este procedimiento, la temperatura y la presión determinan la densidad de partículas, que es el factor determinado por los medidores de vacío.

Como mínimo se dispondrá de un sensor de temperatura en contacto con la cámara de vacío. Preferiblemente, también se dispondrá de un sensor en contacto con zonas cercanas a los medidores de vacío.

g) Detectores de fugas

Es aconsejable disponer de métodos y procedimientos para la detección de fugas. Los cuales deben ser aplicados siempre que se producen modificaciones en las conexiones realizadas al sistema de calibración. Por ejemplo cuando se conecta un nuevo medidor para calibrar.

h) Medidores de presión de base.

Cuando el patrón utilizado no permita medir el valor de la presión de base, es necesario tener otros instrumentos de medida que si permitan hacerlo.

5.2. Operaciones previas

Antes de comenzar la calibración, deberán ser tenidos en cuenta los siguientes puntos generales:

- a) Se comprobará que el indicador a calibrar y su unidad de control, en caso de tenerla, se encuentren perfectamente identificados, con la marca, modelo y número de serie bien visibles. En su defecto se requerirá un número de identificación interno del propietario del instrumento. En caso contrario se le asignará un código de identificación que se fijará en el instrumento. Esto quedará reflejado en el certificado de



calibración emitido.

- b) La persona encargada de realizar la calibración estudiará el manual del equipo, de forma que se familiarice con su manejo. Se prestará una especial atención a las medidas de seguridad recomendadas por el fabricante, tanto para la protección del personal como para la del equipo.
- c) Cuando sea posible y así esté previsto se dispondrá de las instrucciones del fabricante relativas al ajuste del equipo para el caso en que esta operación sea necesaria.
- d) El patrón/indicador de referencia que se vaya a utilizar debe cubrir holgadamente los requisitos de incertidumbre del equipo a calibrar. En caso contrario deberá ser rechazada la posibilidad de realizar la calibración o se consultará con el peticionario de la calibración.
- e) Se comprobará el estado del patrón o del instrumento de referencia que vaya a ser utilizado durante la calibración (conservación, calibración, etc.).
- f) Se verificará que las conexiones eléctricas de todos los equipos se realizan al voltaje adecuado, y que posean tomas de tierra adecuadas como medida elemental de protección de equipos y personal.
- g) Es aconsejable que las condiciones ambientales durante la calibración estén dentro de los márgenes aceptados como estándar: de 15 °C a 25 °C de temperatura ambiente y una humedad relativa no superior al 70%. A distintas temperaturas y superior humedad la calibración podría llevarse a cabo, siempre que las especificaciones de los equipos lo permitan.
- h) Se comprobará mediante un indicador ya calibrado, o por métodos indirectos fiables, que la presión en la cámara de calibración está por debajo (al menos una o dos décadas, según el caso) de la inicial de ensayo antes del comienzo de la calibración. Esto podrá realizarse con el manómetro patrón, si



abarca ese rango, o bien disponer de otro que sirva de guía, aún cuando no intervenga activamente en el proceso de calibración.

- i) Se variará repetidamente la presión en la cámara para comprobar que tanto el equipo de referencia como el equipo a calibrar responden adecuadamente. Seguidamente se devolverá el sistema a la presión de inicio. Se aprovechará este punto para hacernos una idea del estado del medidor incógnita.
- j) Los equipos electrónicos utilizados durante la medida deberán estar conectados con la antelación suficiente en función de lo indicado en sus manuales.
- k) En sistemas que deban llegar a presiones iguales o inferiores a 10^{-5} Pa, es recomendable realizar un *horneado* del sistema, para favorecer su desgasificación, sobre todo cada vez que el sistema se ponga en marcha después de un tiempo prolongado de inactividad y, en cualquier caso, siempre después de haber sido sometido a condiciones ambientales.

Medidas elementales de seguridad:

- La manipulación de los instrumentos durante su instalación en el equipo de calibración se realizará con éstos desconectados totalmente de la alimentación eléctrica.
- Utilizar siempre cables y conectores que una vez instalados no presenten al exterior ninguna parte activa.
- El técnico comprobará visualmente el estado de los aislantes eléctricos antes de su utilización.

ADVERTENCIA: Los indicadores de vacío pueden hacer uso de altos voltajes, especialmente los de ionización. Por ello deberán seguirse escrupulosamente las normas de protección del personal y de los equipos en trabajos de alta tensión.



Requisitos particulares para cada tipo de dispositivo

Algunos de los dispositivos indicadores de vacío, ya se trate del instrumento patrón, bien del instrumento incógnita, necesitan algunas operaciones previas o consideraciones especiales. En este texto se pretenden cubrir de un modo general estas operaciones. En cualquier caso, es el manual del fabricante el que debe servir de guía completa en cada caso particular.

a) Medidores de conductividad térmica

Se instalaran con el eje del mismo en la posición indicada por el fabricante o en su defecto en la indicada por el usuario final.

b) Medidores capacitivos

Se hará el cero en los medidores antes de comenzar la calibración. Para ello, se situará el sistema a una presión por debajo del umbral de sensibilidad de los mismos.

Se cuidará que el medidor esté instalado sobre una base estable y libre de vibraciones.

Se atenderá a la orientación espacial del dispositivo, puesto que esto afecta a la deformación de la membrana y por tanto al valor de la lectura.

Se cuidará que la temperatura del indicador sea estable. Se comprobará que se encuentre lejos de focos de calor.

Especialmente si poseen control propio de temperatura, éstos se conectarán al menos 48 horas antes de su utilización.

c) Manómetros de viscosidad

Se comprobará que las orientaciones, tanto del tubo conectado a vacío, como del sensor, sean las adecuadas.

Cada vez que este dispositivo se pone en funcionamiento se



debe evaluar su presión residual, debida al factor de arrastre residual RD (ver Anexo I).

Para ello el sistema de vacío debe ser llevado a una presión inferior a su nivel de sensibilidad (es decir se bajará la presión al menos hasta 10^{-6} Pa). Una vez comprobado que la presión en la cámara es inferior a la sensibilidad del instrumento (usando por ejemplo un medidor de ionización), la presión indicada es la presión residual. Dependiendo de las características del equipo, este valor puede ser memorizado, ofreciendo el equipo una lectura de presión ya corregida, o bien, puede ser necesario realizar esta operación manualmente.

Se seleccionará en la unidad de control el tipo de gas que va a ser utilizado. Usualmente la calibración se realizará para nitrógeno (N_2). El factor, σ_m , de acomodación del equipo calibrado (ver Anexo I) será un resultado de la calibración, válido sólo para el gas empleado.

d) Manómetros de ionización

Algunos medidores de ionización están preparados para trabajar con distintos gases mediante la aplicación de un coeficiente de conversión. Para que las medidas del manómetro de ionización sean adecuadas, hay que seleccionar el tipo de gas en que se está trabajando. En el certificado de calibración se debe indicar el tipo de gas y el factor de corrección que tenía introducido el instrumento durante su calibración, si este se puede modificar.

Antes de la utilización de un manómetro de ionización, es aconsejable desgaseificarlo. Esto se realiza con el propósito de limpiar de posibles impurezas la superficie del filamento y obtener una lectura adecuada. Para ello se hace pasar una corriente eléctrica superior a la de operación por el filamento, haciendo que éste se caliente y favorezca térmicamente la desorción de moléculas de su superficie. En la mayoría de los equipos, esta operación puede realizarse automáticamente



desde la unidad de control del manómetro. En caso de realizarse de modo manual, deberá hacerse pasar la corriente adecuada por el filamento, según especificaciones del fabricante, poniendo especial cuidado en no sobrepasar la corriente máxima permitida.

Cuando el sistema haya sido expuesto a condiciones ambientales (presión atmosférica, humedad), se aconseja desgasificar el medidor durante al menos cuatro horas.

Cuando el medidor haya permanecido desconectado desde su última utilización, pero en condición de vacío, bastarán 10 minutos de desgasificación.

5.3. Proceso de calibración

La calibración se realiza por comparación directa entre las indicaciones del instrumento a calibrar y las indicaciones de presión del instrumento patrón.

Se realizarán al menos tres series de medidas de al menos seis puntos de calibración cada serie.

Los puntos de calibración tienen lugar para unas presiones prefijadas, denominadas presiones nominales, donde se determinará el error de indicación del medidor a calibrar.

Las presiones nominales de los puntos de calibración se elegirán de modo que se cubra, lo más uniformemente posible, el rango de medida del instrumento a calibrar. Preferiblemente, los valores límites del rango del instrumento se incluirán entre los puntos de calibración, salvo que por requisitos de seguridad o imposibilidad técnica esto no fuese realizable. En este último caso se le comunicará al solicitante de la calibración. Si el rango de medida cubre varias décadas de presión (por ejemplo de 10^{-1} a 10^{-5} Pa), podría ser conveniente espaciar los puntos de calibración logarítmicamente.

Cuando el instrumento requiera el ajuste de algún parámetro



previo a su utilización (por ejemplo, el “arrastre residual” en el medidor de viscosidad molecular, el cero en un medidor capacitivo), éste será ajustado al inicio de cada serie.

Cada serie de puntos de calibración se registran independientemente. Para ello, antes del comienzo de cada serie, se preparará el sistema como si fuera la primera de ellas.

Para la realización de un punto de calibración, y después de preparar el sistema como se ha mencionado en los párrafos anteriores, se seguirán los siguientes pasos:

- (1) En el caso del *sistema estático*, se cerrará la válvula de aislamiento al sistema de bombeo. La presión se incrementará lentamente en su interior abriendo la válvula de fuga. Cuando la lectura en el medidor patrón se encuentre suficientemente cerca de la presión nominal para el punto de calibración, se cortará la entrada de gas en el sistema.

En el caso del *sistema dinámico*, se dejará entrar gas lentamente regulando el caudal de entrada a través de la válvula de fuga, hasta que la presión indicada por el medidor patrón iguale o se acerque suficientemente a la presión nominal del punto de calibración. Este sistema permite realizar ajustes posteriores para acercarse todo lo posible a dicha presión.

- (2) Dejar que el sistema establezca su presión, lo cual se controlará a través de la indicación en los medidores patrón e incógnita.
- (3) Registrar las lecturas ofrecidas por los medidores patrón e incógnita, así como la temperatura de la cámara y cualquier otra considerada en el cálculo posterior.
- (4) Registrar la temperatura ambiente (T_{amb}) la de la cámara (T_c) la del patrón (T_p) y la del instrumento a calibrar. Este paso puede ser sustituido por una lectura de las condiciones al inicio y al final de cada serie de calibración, e incluso en calibraciones de bajo nivel (ejemplo medidores de conductividad térmica) puede



asumirse que todas están dentro de los límites de variación fijados para la temperatura ambiente.

(5) Repetir el proceso para cada punto de calibración.

NOTA. En ocasiones la lectura de uno o los dos indicadores no es suficientemente estable, oscilando alrededor de un valor medio. Esto puede ser un efecto inherente al sistema de control o de medida de la presión. En ese caso, se tomarán cinco lecturas consecutivas de la indicación del patrón y del indicador incógnita. Para ese punto se considerarán como resultado las medias aritméticas de las cinco lecturas. Esto quedará convenientemente reflejado en el cálculo de la incertidumbre de medida, como se verá en el apartado 6.

5.4. Toma y tratamiento de datos

Para los dos métodos desarrollados en este procedimiento (estático y dinámico), se requiere tomar los datos siguientes:

Para cada punto de calibración se registrarán:

- Presión leída en el medidor patrón, P_p .
- Presión leída en el medidor incógnita, P_x
- Temperatura del patrón, T_p (si procede)
- Temperatura del medidor incógnita, T_x (si procede)
- Temperatura de la cámara de calibración, T_c (si procede)

Si no se pudiese disponer de T_p y T_x , se tomarán valores idénticos al de T_c o se identificarán las temperaturas con la temperatura ambiente.

Datos a tomar por cada serie:

- Presiones de base inicial y final de la cámara.
- Presiones residuales inicial y final (en el caso de los manómetros de viscosidad).
- Temperatura inicial y final de la cámara (si procede).

A lo largo de toda la calibración se registrarán los siguientes parámetros:



- Temperatura ambiente
- Humedad relativa

Para cada punto de calibración se calcularán:

- La media aritmética de las lecturas del indicador incógnita y del indicador patrón (en el caso de tomar cinco lecturas).
- El error absoluto de indicación entre la lectura del patrón y del medidor incógnita.
- La incertidumbre para un factor de cobertura $k = 2$

6. RESULTADOS

6.1. Cálculo de incertidumbres

Para la estimación y cálculo de las incertidumbres se siguen los consejos dictados por la Guía ISO y en la Guía EA-4/02 (ver referencias en [3] y [7]).

Para cada punto de calibración, la diferencia de presiones entre el medidor incógnita y el medidor patrón está dada por la expresión:

$$E = P_x + \delta_{rep} + \delta_{rep.p} + \delta_{rep.x} + \delta_{res} + \delta_{cai} - (P_p + \delta_{res.p} + \delta_{grad.p} + \delta_{T.p} + \delta_{p.res} + \delta_{der.p})$$

donde δ_i son las correcciones a las lecturas de la presión P_x o P_p . En la práctica, todas las correcciones son nulas salvo la corrección por presión residual en el caso de los manómetros de viscosidad. Si el controlador del medidor realiza esta función automáticamente, su corrección sobre presión también será nula.

La incertidumbre combinada $u_c(y)$ de la medida se calcula como la raíz cuadrada de la varianza combinada $u_c^2(y)$ que está dada por:



$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^n c_i^2 u^2(x_i)$$

donde $c_i=(\partial P/\partial x_i)$ son los coeficientes de sensibilidad de cada contribución a la incertidumbre combinada.

Cada una de estas contribuciones a la incertidumbre combinada se estima como se describe a continuación.

- a) Incertidumbre estadística, $\delta_{\text{rep}} = (u_A)$, $\delta_{\text{rep } p} = u_A(P_p)$, $\delta_{\text{rep } x} = u_A(P_x)$

Está determinada por la estadística sobre los resultados numéricos de las medidas en cada punto de calibración.

Su valor proporciona una estimación de la desviación de las lecturas registradas en el indicador incógnita, alrededor de su valor promedio y para sólo una presión nominal.

La incertidumbre estadística u_A será:

$$u_A = \frac{s(P_x - P_p)}{\sqrt{n}} = \frac{1}{\sqrt{n}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n \left(E_i - \sum_{j=1}^n E_j / n \right)^2}{n-1}}$$

donde $E_j = P_x - P_p$ es el error en el punto de calibración i , tomado como la diferencia de lecturas entre el medidor incógnita y el medidor patrón.

En el caso en que las indicaciones no sean suficientemente estables, los valores de P_x y P_p serán los promediados en cinco lecturas consecutivas. Habrá dos contribuciones adicionales a la incertidumbre estadística:



$$u_A(P_p) = \frac{s(P_p)}{\sqrt{5}}$$
$$u_A(P_x) = \frac{s(P_x)}{\sqrt{5}}$$

siendo $s(P_p)$ y $s(P_x)$ las desviaciones típicas muestrales:

$$s(P_p) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^5 (P_{pi} - \bar{P}_p)^2}{4}} ; \bar{P}_p = \frac{1}{5} \sum_{i=1}^5 P_{pi}$$

$$s(P_x) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^5 (P_{xi} - \bar{P}_x)^2}{4}} ; \bar{P}_x = \frac{1}{5} \sum_{i=1}^5 P_{xi}$$

- b) Incertidumbre debida a la resolución del instrumento incógnita,
 $u(\delta_{res})$

Al realizar una lectura del mensurando, el valor real de la lectura se sitúa entre la inmediatamente inferior y la inmediatamente superior al incremento mínimo que el medidor es capaz de ofrecer (δx). Por tanto la lectura misma tiene una incertidumbre, que contribuye a la incertidumbre combinada con el término:

$$u(\delta_{res}) = \frac{\delta x}{2\sqrt{3}},$$

donde se ha asumido una distribución rectangular, de anchura igual a la resolución del instrumento, δx , y varianza $u^2(e_{res}) = (\delta x)^2 / 12$.

Hay que poner especial cuidado a la hora de valorar está



contribución en instrumentos con escala analógica, sobre todo en el caso más habitual de que sea logarítmica.

- c) Incertidumbre debida a la variación de las condiciones ambientales del instrumento incógnita, $u(\delta_{cai})$

Los medidores de vacío pueden cambiar su indicación debido a cambios locales de la temperatura en la zona sensible del medidor. En la mayoría de las ocasiones no es posible conocer con precisión la temperatura y su variación en el medidor. Por tanto, la posible variación de la temperatura y su repercusión en la lectura del indicador será tenida en cuenta como una componente de la incertidumbre.

El fabricante del instrumento, debe ofrecer en las características del equipo el factor térmico, $F_t=(\partial P/\partial t)$, es decir, la variación máxima en la indicación de presión por grado de temperatura en que hayan cambiado las condiciones ambientales, expresado en valor relativo de presión dividido por grado Celsius o kelvin.

Si la variación máxima de temperatura durante la calibración es δt , el intervalo de posibles lecturas se encuentra dentro de un campo $P \cdot F_t \cdot \delta t$.

Asumiendo una distribución rectangular, la varianza se expresará como: $u^2=P^2 F_t^2 \delta t^2/12$, y la contribución a la incertidumbre es:

$$u(\delta_{cai}) = \frac{P \cdot F_t \cdot \delta t}{2\sqrt{3}}$$

- d) Incertidumbre de la calibración del medidor patrón, $u(P_p)$

La incertidumbre de la calibración del patrón, $u(P_p)$, debe ser conocida a partir de su calibración realizada previamente por comparación con otro patrón superior en la cadena de trazabilidad.



Se estima a partir de los datos del certificado de calibración del patrón:

$$u(P_P) = \frac{U(P_P)}{k_{cal.P}}$$

siendo $U(P_P)$ la incertidumbre de calibración del patrón, y $k_{cal.P}$ el factor de cobertura correspondiente (normalmente 2).

NOTA

En el caso de que las lecturas de presión del patrón no se corrigiesen, se consideraría otra contribución que sería el valor máximo de la corrección no realizada y se añadiría linealmente a la incertidumbre expandida, $k \cdot u(E)$.

Si las correcciones se hiciesen a través de algún tipo de interpolación entre las que se dan en el certificado para los distintos puntos de calibración, habría que considerar otra contribución debida a la incertidumbre asociada a dicha interpolación (estimada, por ejemplo, como la máxima desviación de cualquier punto de calibración a la curva de calibración dividida por $\sqrt{3}$, o como el error máximo de linealidad del patrón dividido por $\sqrt{3}$).

- e) Incertidumbre debida a la resolución del medidor patrón, $u(\delta_{res.P})$

Al igual que ocurre con el indicador incógnita, la presión medida con una resolución δp contribuye con $\delta p / (2\sqrt{3})$ a la incertidumbre de la presión. Por tanto:

$$u(\delta_{res.P}) = \frac{\delta p}{2\sqrt{3}}$$

- f) Incertidumbres debidas a posibles gradientes de presión en la cámara, $u(\delta_{grad.P})$

Previamente a la utilización de la cámara, para realizar



calibraciones, ésta debe ser estudiada. Debe estimarse la variación máxima de presión que existirá entre los puertos de conexión de los medidores de vacío. Por ejemplo, para una cámara cilíndrica de aproximadamente 25 litros de capacidad, las variaciones de presión de un puerto a otro no superarán el 0,01 % [5]. No obstante, será necesario un estudio concreto para cada cámara.

Si $(\delta P)_{\max}$ es la variación máxima de presión esperada entre dos puertos de conexión a la cámara de vacío, la contribución a la incertidumbre es:

$$u(\delta_{\text{grad.}P}) = \frac{(\delta P)_{\max}}{2\sqrt{3}}$$

- g) Incertidumbres debidas a las condiciones ambientales del patrón y a la temperatura de la cámara, $u(\delta_{T,P})$

Según la naturaleza del medidor patrón utilizado, deberemos evaluar la incertidumbre de dos formas diferentes.

En el caso de los medidores de viscosidad molecular, la presión es función de la temperatura (ver Anexo I, expresión I.2). La contribución a la incertidumbre es:

$$u(\delta_{T,P}) = \left(\frac{\partial P}{\partial T} \right) u(t) = \left(\frac{1}{2} P \frac{u(t)}{T} \right) = \left(\frac{1}{2} P \frac{u(t)}{t + 273,15} \right)$$

donde t es la temperatura del patrón, o en su defecto de la cámara, en °C, T es la temperatura expresada en kelvin, y $u(t)$ es la incertidumbre en la determinación de la temperatura.

En el caso de no conocerse exactamente la dependencia con la temperatura y dentro de las condiciones ambientales dadas por el fabricante del equipo, de forma similar a como se hizo en 6.1.c.:



$$u(\delta_{T,P}) = \left(\frac{P_p \cdot F_{t,P}}{2\sqrt{3}} \delta t \right)$$

donde δt es la variación máxima de temperatura durante la calibración, y $F_{t,P}$ es el factor térmico asociado al patrón, expresado normalmente en valor relativo de presión dividido por grado Celsius.

En el primer caso por tanto se asume una distribución normal y en el segundo una distribución rectangular.

- h) Incertidumbre asociada a la determinación de la presión residual, $u(\delta_{P.res})$.

Dispositivos de medida tales como el manómetro de viscosidad, o los manómetros de ionización, poseen un fondo de lectura que impiden formalmente llegar a lecturas del cero. Para conseguir el "cero" en estos dispositivos, es necesario restar un valor de presión residual.

En el caso de los manómetros de ionización (ver anexo I), esta presión se sitúa en torno a 10^{-9} Pa, o por debajo. Por tanto su influencia escapa al alcance del presente procedimiento.

En el caso de los manómetros de viscosidad, la corrección en la lectura, y su influencia en la incertidumbre resulta de bastante importancia. La presión residual se evalúa antes y después de cada serie de calibración, como se desarrolló en el punto 5.2. Si $(\delta P_{res})_{max}$ es la variación máxima de la presión residual durante toda la calibración, se considerará que la contribución a la incertidumbre está dada por una distribución rectangular, de modo que:

$$u(\delta_{P.res}) = \frac{(\delta P_{res})_{max}}{2\sqrt{3}}$$



i) Incertidumbre debida a la deriva del patrón, $u(\delta_{\text{der.P}})$.

Esta contribución a la incertidumbre se debe a la evolución y la estabilidad del patrón con el tiempo.

Para evaluarla deberá conocerse el historial de calibraciones del instrumento patrón, de forma que sea posible realizar una estimación a largo plazo de la variación máxima del error de indicación entre calibraciones (DP_{max}). En ese caso podríamos considerar una distribución rectangular de probabilidad, y se estimaría:

$$u(\delta_{\text{der.P}}) = DP_{\text{max}} / \sqrt{3}$$

En caso de no disponer del histórico del patrón, podrá evaluarse conforme a datos proporcionados por el fabricante de la estabilidad del instrumento a largo plazo, y de datos bibliográficos disponibles. En este caso asumiríamos una distribución de probabilidad rectangular, y se estimaría por el límite dado por dicha especificación dividido por $\sqrt{3}$.

La tabla 1 resume las contribuciones y el cálculo de incertidumbres.

La incertidumbre total combinada para la presión de referencia está dada por la expresión:

$$u(E) = \sqrt{u_A^2 + u_A^2(P_p) + u_A^2(P_x) + u^2(\delta_{\text{res}}) + u^2(\delta_{\text{cai}}) + u^2(P_p) + u^2(\delta_{\text{res.P}}) + u^2(\delta_{\text{grad.P}}) + u^2(\delta_{\text{T.P}}) + u^2(\delta_{\text{P.res}}) + u^2(\delta_{\text{der.P}})}$$



Tabla 1. Contribuciones a la incertidumbre en la determinación del error del instrumento durante la calibración

Magnitud de entrada X_i	Incertidumbre típica $u(X_i)$	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u(y)$
δ_{ep}	u_A	normal	1	$s(P_x - P_p) / \sqrt{n}$
$\delta_{rep,p}$	$u_A(P_p)$	normal	-1	$-s(P_p) / \sqrt{5}$
$\delta_{rep,x}$	$u_A(P_x)$	normal	1	$s(P_x) / \sqrt{5}$
δ_{res}	$u(\delta_{res})$	rectangular	1	$\frac{\delta X}{2\sqrt{3}}$
δ_{cai}	$u(\delta_{cai})$	rectangular	1	$\left(\frac{P_p \cdot F_{t,P}}{2\sqrt{3}} \delta t \right)$
P_P	$u(\delta_{cal,P})$	normal	-1	$\frac{-U_{cal,P} / K_{cal,P}}{(\text{ver 6.1.d})}$
$\delta_{res,P}$	$u(\delta_{res,P})$	rectangular	-1	$-\frac{\delta p}{2\sqrt{3}}$
$\delta_{grad,P}$	$u(e_{grad,P})$	rectangular	-1	$-\frac{(\delta P)_{max}}{2\sqrt{3}}$
$\delta_{T,P}$	$u(\delta_{T,P})$	(ver 6.1.g)	-1	$\frac{-u(e_{T,P})}{(\text{ver 6.1.g})}$
$\delta_{P,res}$	$u(\delta_{P,res})$	rectangular	-1	$-\frac{(\delta P_{res})_{max}}{2\sqrt{3}}$
$\delta_{der,P}$	$u(\delta_{der,P})$	rectangular	-1	$\frac{-DP_{max} / \sqrt{3}}{(\text{ver 6.1.i})}$

Incertidumbre combinada ($u(E)$)	$u(E) = \sqrt{\sum u_i^2(y)}$
Incertidumbre expandida (U) ($k=$)	$U = k \cdot u(E)$



En el certificado se ofrecerá la incertidumbre total expandida para una cobertura del 95,45%, que estará dada por:

$$U = k \cdot u(E)$$

donde k es el factor de cobertura.

Para estimar el factor de cobertura se calculará previamente el número efectivo de grados de libertad, v_{ef} , según la fórmula de Welch-Satterthwaite:

$$v_{ef} = \frac{u^4(E)}{\sum_i \frac{u_i^4}{v_i}}$$

donde u_i son las contribuciones individuales a la incertidumbre combinada de la medida y v_i son los grados de libertad individuales, estimados según el anexo E de la Guía EA-4/02 [7]. La obtención del factor de cobertura k se basa en una distribución t de Student para una probabilidad del 95,45 % (nivel 2σ). Si el valor de v_{ef} no es entero se redondea al entero menor más próximo. El factor k se selecciona según la tabla siguiente:

Tabla 2. Factores de cobertura para distintos grados de libertad v_{ef} .

v_{ef}	1	2	3	4	5	6	7	8	10	20	50	∞
k	13,97	4,53	3,31	2,87	2,65	2,52	2,43	2,37	2,28	2,13	2,05	2,00



NOTA:

Siguiendo las directrices de la Guía ISO [3], en su apartado F.2.4.5, en el caso en que durante la calibración no se hayan realizado correcciones a la lectura de presión del instrumento patrón basándonos en su curva de calibración, a la incertidumbre expandida U hay que añadir el término b_{\max} , siendo b_{\max} la corrección máxima no realizada debida a la calibración, en valor absoluto, a la presión de calibración. La incertidumbre total de calibración sería:

$$U_f = U + b_{\max}$$

6.2. Interpretación de resultados

La interpretación de los resultados se establecerá en función del uso previsto del instrumento calibrado. Este uso fija los límites de tolerancia a partir de los cuales se realizará el ajuste del instrumento, o se limitará su uso. Será preciso el ajuste del indicador cuando la desviación obtenida en una primera calibración sea mayor que el límite de tolerancia establecido reducido en la incertidumbre de calibración.

De acuerdo con este resultado, se seguirá una de las posibles secuencias de calibración:

- 1) Calibración inicial - Ajustes - Calibración final.
- 2) Calibración sin ajustes

La secuencia 1) consiste una calibración inicial tras la cual se verifica si el equipo requiere un ajuste. Esto puede ser debido a que la medición se aleja de los valores dados de la referencia más de lo que es permisible para las características del indicador incógnita. Si el resultado de la primera calibración arroja unos resultados adecuados, el ajuste y la segunda calibración no serán necesarios y se seguiría simplemente la secuencia 2). Después de un ajuste, la calibración final asegura que los ajustes realizados son los correctos, asegurando la trazabilidad del equipo calibrado.

La secuencia 2) es una variante de la secuencia 1) cuando los



ajustes no son necesarios, o cuando éstos no pueden ser realizados.

El usuario del equipo será siempre el responsable de asignar el período de recalibración. Son valores normales para este tipo de equipos períodos entre 6 y 24 meses. No obstante, en caso de que se observasen anomalías, sería preciso realizar una verificación con anterioridad al momento establecido por la calibración periódica.

7. REFERENCIAS

7.1. Documentos necesarios para realizar la calibración

- Manual de funcionamiento del indicador a calibrar
- Manual de funcionamiento del instrumento patrón
- Manuales de los equipos auxiliares:
 - medidores auxiliares del patrón de vacío
 - sistema de bombeo

7.2. Otras referencias para consulta

- [1] Procedimiento para la realización de procedimientos de calibración. Grupo de Trabajo MINER-CEM. Ed. 1. 1998.
- [2] Vocabulario Internacional de términos básicos y generales de metrología (VIM). CEM. Ed 3. 2008.
- [3] Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement. BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP and OIML. September 1998.
- [4] “The National Bureau of Standards primary high – vacuum



standard”, C R. Tilford, S. Dittmann, K. E. Mc Culloh, Journal of Vacuum Science and Technology A 6(5), 2853 (1988).

- [5] International Standard Organization, Norma ISO – DIS 5300.
- [6] “Vacuum Physics and Techniques”, T.A. Delchar, Ed. Chapman & Hall, Londres, 1993.
- [7] EA-4/02. “*Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration*”, European cooperation for accreditation (EA). December 1999.

8. ANEXOS

Anexo I: Características y descripción de indicadores de vacío comunes.

Anexo II: Ejemplo numérico de aplicación del procedimiento.



ANEXO I CARACTERÍSTICAS Y DESCRIPCIÓN DE INDICADORES DE VACÍO COMUNES

a) Medidores capacitivos

En estos dispositivos, el gas cuya presión de vacío se quiere determinar se encuentra en contacto con una membrana que forma un condensador en el interior del medidor. Esta membrana sufre una deformación que es proporcional a la presión del gas medido, cambiando en la misma proporción la capacitancia de dicho condensador. La variación de capacitancia es convertida, normalmente, en una variación de tensión, la cual se puede convertir fácilmente a valores de presión.

Durante su instalación se procurará que no se vea afectado por cambios bruscos de temperatura. Algunos modelos disponen de control de temperatura interno; este deberá ser ajustado a la temperatura indicada por el fabricante.

Deberá estar situado en un lugar ausente de vibraciones, y se deberá respetar la orientación espacial adecuada. La orientación espacial puede depender del tipo, modelo y fabricante. Algunos modelos incluso pueden no verse influidos por su orientación.

Antes de la utilización de este tipo de instrumentos es necesario hacer el cero del mismo. Por lo que se necesita otro medidor que garantice el valor de cero.

b) Manómetro de viscosidad molecular

Atendiendo a la teoría cinética de los gases, la presión de un gas en vacío está directamente relacionada con su densidad. Un objeto en movimiento dentro de un gas sufrirá una resistencia al movimiento directamente proporcional a la densidad del gas. En este efecto se basa el funcionamiento de este dispositivo.

Un manómetro de viscosidad consiste en una esfera metálica que es



mantenida en levitación y en rotación en el medio gaseoso. Esto se consigue con una configuración geométrica adecuada de imanes permanentes, electroimanes y sensores inductivos que se disponen alrededor de la esfera y fuera del sistema de vacío, instalados en la denominada cabeza de lectura.

En el caso de una esfera ideal, la presión del gas se puede expresar como:

$$P = \frac{\pi\rho a v}{10} [TD]$$

donde $TD = - (d\omega/dt)/\omega$ es la “tasa de desaceleración”, es decir, la variación relativa por unidad de tiempo de la velocidad angular de giro de la esfera sobre sí misma, ω .

Los demás factores son:

ρ : densidad de la esfera

a : radio de la esfera

v : velocidad promedio de las moléculas de gas

($v = \sqrt{8k_B T / \pi m}$, m es la masa de las moléculas del gas, y k es la constante de Boltzmann, $k_B = 1,38 \times 10^{-23} \text{ JK}^{-1}$)

Sin embargo, para adecuar la expresión anterior a la realidad, hemos de escribir:

$$P = \frac{\pi\rho a v}{10\sigma_m} [TD - RD]$$

donde:

σ_m : factor de acomodación (ó factor de transferencia tangencial de momento lineal).

RD : factor de arrastre residual (“Residual Drag”).



El factor de acomodación, σ_m , es un factor cuyo valor oscila entre 0,95 y 1,05 para la mayor parte de los gases. Depende del gas de calibración utilizado.

El factor de arrastre residual, RD , es debido a una desaceleración siempre presente de la esfera, debido a la fricción electromagnética existente entre la esfera metálica y los elementos de control del cabezal de lectura.

La “presión residual”, o presión de “offset” se define como:

$$P_{RD} = \frac{\pi \rho a v}{10 \sigma_m} RD$$

El equipo de control y lectura mide en la práctica la tasa de desaceleración TD . La lectura ofrecida por el medidor ofrece la presión corregida por el valor de RD , teniendo en cuenta el factor de acomodación y calculando la velocidad de las moléculas para el gas y la temperatura de calibración. Si el cabezal de lectura no mide la temperatura, asignará una fija (normalmente 20 °C). Entonces esta debe ser introducida por el técnico en el controlador.

Se puede realizar un cálculo sencillo para estimar cómo afecta una variación de temperatura a la medida, y el error que ésta induce:

Supongamos que el sistema de medida está ajustado y calibrado para trabajar a 20 °C de temperatura y nuestro sistema de lectura no corrige la lectura por la temperatura de la esfera. El error relativo en la indicación de presión se puede estimar como:

$$\delta P = 1 - (T_1/T_2)^{1/2}$$

suponiendo $T_2 > T_1$, para temperaturas absolutas. Si $T_1 = 20$ °C (293,15 K) y $T_2 = 21$ °C (294,15 K), tendremos $\delta P \cong 0,2$ %.

Por tanto, según el nivel de incertidumbre deseado, deberá ser tenida en cuenta la temperatura a la cual trabaja este indicador.



c) Manómetros de ionización

Estos medidores cubren un rango de presiones que varía, normalmente, entre 10^{-1} Pa y 10^{-9} Pa, según tipo, modelo y fabricante. Su utilización está muy extendida, debido a su versatilidad.

Al igual que en el caso b), los medidores de ionización gaseosa se basan en el hecho de que la presión del gas está directamente relacionada con su densidad.

Un filamento metálico caliente emite electrones por efecto termoeléctrico. Estos electrones pueden arrancar electrones de los átomos o moléculas del gas, dejándolo ionizado.

Un campo eléctrico permanente, aplicado entre el filamento y un colector, acelera estos iones, que al llegar al colector recuperan su carga eléctrica inicial. Este flujo es detectado como si se tratase de una corriente eléctrica, entre filamento y colector, que llamamos i_p .

La corriente eléctrica i_p es proporcional a la presión (más presión, más densidad) y a la corriente de electrones (más electrones emitidos, más átomos ionizados):

$$i_p = S i_e P$$

donde i_e es la corriente de electrones emitidos por el filamento, P es la presión y S es la sensibilidad del medidor. Por lo tanto, la presión se calcula como:

$$p = (i_p/i_e)(1/S)$$

La sensibilidad S depende de la construcción geométrica del sensor y del tipo de gas.

Usualmente los medidores son suministrados junto con la unidad de alimentación y control. Algunos de estos medidores permiten seleccionar el tipo de gas con el que se va a operar. Puesto que estos indicadores se calibran para N_2 , el controlador aplica un factor de



corrección para corregir la lectura de la presión:

$$\text{Presión real} = \text{Lectura inicial} \times \text{factor de corrección}$$

Los factores de corrección pueden depender del diseño del medidor, y por lo tanto del fabricante, aunque no varía abultadamente de unos a otros.

La presión última que puede ser medida por uno de estos indicadores varía enormemente según la geometría en que se distribuyen cátodo y filamento. Algunos electrones que llegan al colector de iones producen rayos X de baja energía, provocando una emisión de fotoelectrones en el colector o cátodo. Esto produce una corriente residual, tal que la corriente en el colector es $i_c = i_p + i_x$. Aproximadamente, la fotocorriente es 2×10^{-7} veces la corriente en el ánodo. Para un medidor de sensibilidad $S = 20 \text{ hPa}^{-1}$, la corriente iónica es igual a la fotocorriente para una presión de 10^{-8} hPa . Así la fotoemisión de rayos X pone una cota a la presión mínima que es capaz de medir el manómetro.

Al variar la geometría de construcción, puede rebajarse la fotocorriente residual, como ocurre con los del tipo "Bayard - Alpert" frente a los clásicos, en los tipos "Bayard - Alpert" modulados.

Otros medidores de ionización utilizan campos magnéticos (tales como los del "tipo magnetrón") que incrementan la trayectoria de los electrones, disminuyendo con ello la corriente residual y extendiendo el rango de medida hacia presiones inferiores.

A continuación se reproducen valores típicos de las presiones últimas de trabajo para distintos tipos de medidores de ionización. Los nombres se corresponden con los usados en la literatura. Los valores son orientativos:

Medidor iónico genérico normal:	10^{-6} Pa
Medidor del tipo Bayard-Alpert:	10^{-8} Pa
Bayard-Alpert modulado:	10^{-9} Pa
Tipo Penning o de cátodo frío:	10^{-5} Pa
Tipo magnetrón de cátodo caliente:	10^{-10} Pa



ANEXO II EJEMPLO NUMÉRICO DE APLICACIÓN DEL PROCEDIMIENTO

Las siguientes líneas muestran un ejemplo de calibración de un indicador de vacío digital general.

- Datos del instrumento patrón:

Manómetro de viscosidad (Spinning Rotor Gauge).

Intervalo de medida: 10^{-4} Pa a 10^2 Pa.

Incertidumbres de calibración según certificado por laboratorio nacional:

0,7% lectura + $3,3 \times 10^{-6}$ Pa, (de 10^{-4} Pa a 10^{-2} Pa)

0,6% lectura + $6,0 \times 10^{-5}$ Pa (de 10^{-2} Pa a 10^2 Pa)

(En ambos casos para un factor de cobertura $k=2$)

Resolución: $0,0001 \times 10^x$, donde x es la década de presión en el indicador.

Deriva del patrón: 0,01% de la lectura / año según fabricante. El certificado fue emitido por el laboratorio nacional hace 6 meses.

Error máximo de indicación: 0,05% de la lectura según certificado.

- Datos del instrumento incógnita:

Instrumento digital genérico.

Intervalo de medida: 10^{-4} a 5 Pa

Resolución: $0,01 \times 10^x$, donde x es la década de presión en el indicador

Variación de la indicación con la temperatura: 0,0005% Lectura/ $^{\circ}$ C

- Otros datos:

Gas de calibración: N_2



Incertidumbre en la determinación de la temperatura: $0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($k = 2$)
Gradiente máximo de presión en la cámara: $0,01\%$ de la presión
medida en el puerto de referencia

- Procedimiento:

Se han elegido puntos de calibración distribuidos logarítmicamente a lo largo de la escala de presiones entre 3×10^{-4} Pa y 3 Pa.

Los puntos de calibración se han obtenido por medio del método dinámico de control de presión.

El tiempo de integración en el indicador patrón fue seleccionado en 25 segundos. Con ello garantizamos una lectura adecuada a la tasa de desaceleración que la esfera metálica poseerá a las presiones de trabajo de esta calibración.

Se parte de la presión de base del sistema (10^{-7} Pa). Con ello se determina la presión residual inicial en el indicador patrón ($P_{p,i}$). Este dato es introducido en el controlador para recibir la lectura de la presión corregida en el indicador patrón.

Posteriormente, se ha abierto controladamente el caudal de entrada de gas, hasta igualar la presión preestablecida para cada punto de calibración en el indicador patrón. Se esperó a la completa estabilización de la lectura del mismo. Si es necesario se realiza un reajuste del caudal de entrada de gas para conseguir una indicación fija en el patrón. Esto incluye posibles ajustes debidos a cambios de temperatura en la cámara. La temperatura de la cámara se mide de modo continuo, introduciendo su valor en el controlador del patrón para cada medida. La presión patrón ya viene por tanto corregida para la temperatura del gas de la cámara de vacío.

Puesto que las lecturas de los dos indicadores son estables, resulta suficiente realizar sólo una lectura por cada punto de calibración.

La presión se mide en orden ascendente. Cuando la serie de datos ha finalizado, se cierra totalmente la entrada de gas hasta llegar de nuevo a la presión de base del sistema. Entonces se mide la presión



residual indicada por el medidor patrón ($P_{p,i}$).

- Toma de datos:

Durante el transcurso de la calibración se realizan las siguientes medidas de las condiciones ambientales, de la temperatura de la cámara, y de la presión residual en el manómetro de viscosidad:

	inicial	final	media	
t_{amb}	19,8	20,5	20,15	°C
$t_{cámara}$	19,8	20,5	20,15	°C
H.R.	51	56	53,5	%
$P_{residual}$	$P_{p,i} = 3,986 \cdot 10^{-4}$	$P_{p,f} = 3,996 \cdot 10^{-4}$	$3,991 \cdot 10^{-4}$	Pa

Las siguientes tablas muestran los resultados obtenidos por cada serie. La presión de referencia es la presión indicada por el medidor patrón y la incógnita es la leída en el medidor a calibrar. La temperatura reseñada es la indicada para la cámara de calibración tras la lectura de las presiones.



Serie 1			
<i>Presión de referencia</i>	<i>Presión incógnita</i>	<i>Temperatura T_c</i>	<i>Error de indicación</i>
<i>Pa</i>	<i>Pa</i>	<i>° C</i>	<i>Pa</i>
3,001E-04	2,98E-04	19,8	-2,1E-06
6,000E-04	6,03E-04	19,9	3,0E-06
9,006E-04	8,98E-04	19,9	-2,6E-06
3,000E-03	3,01E-03	19,9	1,0E-05
6,000E-03	5,90E-03	20,0	-1,0E-04
9,000E-03	8,99E-03	20,0	-1,0E-05
2,400E-02	2,37E-02	20,0	-3,0E-04
6,000E-02	6,14E-02	20,0	1,4E-03
9,000E-02	8,82E-02	20,0	-1,8E-03
3,000E-01	3,01E-01	20,1	1,0E-03
6,000E-01	6,14E-01	20,2	1,4E-02
9,000E-01	9,06E-01	20,3	6,0E-03
3,000E+00	2,91E+00	20,4	-9,0E-02

Serie 2			
<i>Presión de referencia</i>	<i>Presión incógnita</i>	<i>Temperatura T_c</i>	<i>Error de indicación</i>
<i>Pa</i>	<i>Pa</i>	<i>° C</i>	<i>Pa</i>
3,005E-04	3,05E-04	20,1	4,5E-06
6,001E-04	6,01E-04	20,1	9,0E-07
9,029E-04	8,94E-04	20,2	-8,9E-06
3,012E-03	2,98E-03	20,2	-3,2E-05
6,022E-03	6,13E-03	20,1	1,1E-04
9,029E-03	8,89E-03	20,0	-1,4E-04
2,403E-02	2,39E-02	20,1	-1,3E-04
6,010E-02	6,02E-02	20,3	1,0E-04
9,027E-02	9,21E-02	20,5	1,8E-03
3,002E-01	2,91E-01	20,4	-9,2E-03
5,996E-01	6,08E-01	20,2	8,4E-03
8,997E-01	8,86E-01	19,9	-1,4E-02
2,998E+00	2,97E+00	19,8	-2,8E-02



Serie 3			
<i>Presión de referencia</i>	<i>Presión incógnita</i>	<i>Temperatura T_c</i>	<i>Error de indicación</i>
<i>Pa</i>	<i>Pa</i>	<i>° C</i>	<i>Pa</i>
3,006E-04	3,02E-04	20,1	1,4E-06
6,001E-04	5,96E-04	20,2	-4,1E-06
9,020E-04	8,90E-04	20,2	-1,2E-05
3,009E-03	3,01E-03	20,3	1,0E-06
6,016E-03	6,12E-03	20,3	1,0E-04
9,023E-03	8,90E-03	20,3	-1,2E-04
2,406E-02	2,38E-02	20,3	-2,6E-04
6,008E-02	5,86E-02	20,4	-1,5E-03
9,018E-02	9,28E-02	20,4	2,6E-03
3,002E-01	2,96E-01	20,3	-4,2E-03
5,998E-01	6,01E-01	20,2	1,2E-03
9,001E-01	9,08E-01	20,1	7,9E-03
3,000E+00	3,00E+00	20,2	0,0E+00

- Tratamiento de datos

El error de indicación se obtiene como la diferencia entre las indicaciones del manómetro incógnita y la presión de referencia indicada por el patrón.

El cálculo de las incertidumbres se realiza según se describió en el apartado 6.1 de este procedimiento.

- Resultados:

La tabla siguiente muestra los resultados finales tal como se presentarían en un certificado. En ella constan: la presión nominal, la presión indicada por el instrumento calibrado, el error de indicación, calculada como el promedio de las diferencias de las tres series, y la incertidumbre total para un factor de cobertura $k = 2$. Igualmente se incluye la incertidumbre relativa a la indicación de presión del instrumento calibrado.



Presión nominal	Indicación en el instrumento calibrado	Error de indicación	Incertidumbre total $k=2$	Incertidumbre total relativa $k=2$
Pa	Pa	Pa	Pa	(% lectura)
3,000E-04	3,01E-04	1,27E-06	7,4E-06	2,5
6,000E-04	6,00E-04	-6,67E-08	9,3E-06	1,5
9,000E-04	8,92E-04	-7,83E-06	1,2E-05	1,3
3,000E-03	2,99E-03	-7,00E-06	4,4E-05	1,5
6,000E-03	6,04E-03	3,73E-05	3,3E-04	5,4
9,000E-03	8,91E-03	-9,07E-05	1,4E-04	1,6
2,400E-02	2,38E-02	-2,30E-04	2,5E-04	1,0
6,000E-02	6,00E-02	6,67E-06	3,9E-03	6,5
9,000E-02	9,09E-02	8,83E-04	6,3E-03	7,0
3,000E-01	2,96E-01	-4,13E-03	1,4E-02	4,8
6,000E-01	6,08E-01	7,87E-03	1,4E-02	2,3
9,000E-01	9,00E-01	6,67E-05	3,4E-02	3,8
3,000E+00	2,96E+00	-3,93E-02	1,3E-01	4,3

- Cálculo de incertidumbres:

Se desarrolla en las siguientes líneas el cálculo de incertidumbres para el punto de calibración a la presión $P = 3 \times 10^{-3}$ Pa. Con el resto de los puntos se operarí de forma similar.

- Estadística, u_A

La incertidumbre estadística, u_A , se calcula conforme a lo especificado en el punto 6.1.a. Puesto que las diferencias de indicación en las tres series son: $E_1=0,010 \times 10^{-3}$ Pa, $E_2=-0,032 \times 10^{-3}$ Pa, $E_3=0,001 \times 10^{-3}$ Pa, la desviación estadística estándar será:

$$s = \sqrt{\sum_{i=1}^3 \frac{(E_i - \bar{E})^2}{3-1}} = 2,211 \times 10^{-5}$$

luego:



$$u_A = \frac{s}{\sqrt{3}} = 0,013 \times 10^{-3} \text{ Pa}$$

Puesto que la calibración ha sido realizada en condiciones de lectura estable, se ha tomado una única lectura por punto de calibración y serie, de modo que $u_A(P_x) = u_A(P_p) = 0$.

- Resolución del instrumento incógnita, $u(\delta_{\text{res}})$

A una presión de 3×10^{-3} Pa, la resolución del indicador incógnita es $0,01 \times 10^{-3}$ Pa, de modo que, de acuerdo con el punto 6.1.b. del procedimiento, la contribución a la incertidumbre es:

$$u(\delta_{\text{res}}) = \frac{0,01 \times 10^{-3}}{2\sqrt{3}} = 0,0029 \times 10^{-3} \text{ Pa} .$$

- Condiciones ambientales del indicador incógnita, $u(\delta_{\text{cai}})$

La variación máxima de temperatura ambiente durante toda la calibración es:

$$\delta t = 20,5 - 19,8 = 0,7 \text{ °C}$$

Según datos del fabricante, el factor térmico del instrumento asegura una variación de indicación máxima del 0,0005 % de la lectura por cada °C, luego:

$$u(\delta_{\text{cai}}) = \frac{(20,5 - 19,8) \times 0,0005 \times 10^{-2} \times 3 \times 10^{-3}}{2\sqrt{3}} = 0,000003 \times 10^{-3} \text{ Pa}$$



- Calibración del patrón, $u(P_P)$

Según certificado, para una presión nominal $P=3\times 10^{-3}$ Pa, la incertidumbre de calibración asociada a la presión medida por el instrumento patrón es:

$$u(P_P) = 0,5 \times (0,7 \% \text{ lectura} + 3,3 \times 10^{-6} \text{ Pa}) = \\ 0,5 \times (0,7 \times 10^{-2} \times 3 \times 10^{-3} + 3,3 \times 10^{-6})$$

$$u(P_P) = 0,012 \times 10^{-3} \text{ Pa}$$

- Resolución del patrón, $u(\delta_{res.P})$

Puesto que a la presión considerada, la resolución es $0,0001 \times 10^{-3}$ Pa, de acuerdo al punto 6.1.e, la contribución es:

$$u(\delta_{res.P}) = \frac{0,0001 \times 10^{-3}}{2\sqrt{3}} = 0,00003 \times 10^{-3} \text{ Pa}$$

- Gradientes de presión en la cámara, $u(\delta_{grad.P})$

Se ha estimado que la diferencia de presión de un puerto respecto al de referencia, debido a la no homogeneidad de la presión en la cámara, no supera el 0,01 % de la lectura del indicador patrón.

La contribución a la incertidumbre será:

$$u(\delta_{grad.P}) = \frac{0,01 \times 10^{-2} \times 3 \times 10^{-3}}{2\sqrt{3}} = 0,00009 \times 10^{-3} \text{ Pa}$$



- Temperatura de la cámara y patrón, $u(\delta_{T,P})$

La incertidumbre debida a la dependencia de la indicación del patrón con la temperatura es:

$$u(\delta_{T,P}) = \frac{1}{2} P \frac{u(t)}{t + 273,15}$$

donde $u(t)=0,25$ °C es la incertidumbre de la sonda de temperatura. Por tanto:

$$u(\delta_{T,P}) = \frac{1}{2} \times 3 \times 10^{-3} \frac{0,25}{19,8 + 273,15} = 0,0013 \times 10^{-3} \text{ Pa} ,$$

donde se ha utilizado el valor mínimo de la temperatura de la cámara durante el punto de calibración (19,8 °C).

- Presión residual del medidor patrón, $u(\delta_{P,res})$

La variación en la presión residual, que afecta por lo tanto a la medida de presión del propio patrón, es:

$$(\delta P_{res})_{\max} = |P_{p,f} - P_{p,i}| = 3,996 \times 10^{-4} - 3,986 \times 10^{-4} \text{ Pa}$$

$$(\delta P_{res})_{\max} = 0,01 \times 10^{-4} \text{ Pa}$$

La contribución a la incertidumbre es:

$$u(\delta_{P,res}) = \frac{0,001 \times 10^{-3}}{2\sqrt{3}} = 0,0003 \times 10^{-3} \text{ Pa} .$$



- Deriva del medidor patrón, $u(\delta_{\text{der.P}})$

La contribución a la incertidumbre debida a la deriva de las características del patrón las estimamos asumiendo una variación máxima de la lectura, para una misma presión, del 0,01 %, puesto que hace menos de un año este instrumento fue calibrado, y según datos del fabricante los errores por deriva son inferiores a 0,01 % anual.

Por tanto:

$$u(\delta_{\text{der.P}}) = \frac{0,01 \times 10^{-2} \times 3 \times 10^{-3}}{2\sqrt{3}} = 0,000\ 09 \times 10^{-3} \text{ Pa}$$

La incertidumbre total combinada para el punto de calibración a la presión $P=3 \times 10^{-3}$ Pa será:

$$u(E) = \sqrt{u_A^2 + u_A^2(P_p) + u_A^2(P_x) + u^2(\delta_{\text{res}}) + u^2(\delta_{\text{cal}}) + u^2(P_p) + u^2(\delta_{\text{res.P}}) + u^2(\delta_{\text{grad.P}}) + u^2(\delta_{\text{T.P}}) + u^2(\delta_{\text{P.res}}) + u^2(\delta_{\text{der.P}})}$$

$$u(E) = 10^{-3} \sqrt{(0,013)^2 + (0)^2 + (0)^2 + (0,002\ 9)^2 + (0,000\ 003)^2 + (0,012)^2 + (0,000\ 03)^2 + (0,000\ 09)^2 + (0,001\ 3)^2 + (0,000\ 3)^2 + (0,000\ 09)^2}$$

$$= 0,018 \times 10^{-3} \text{ Pa}$$

En la tabla 2 se recoge el balance final de incertidumbres para este punto de calibración.



Para calcular la incertidumbre expandida, primero calculamos el número efectivo de grados de libertad:

$$\nu_{ef} = \frac{u_c^4}{\frac{u_A^4}{2} + \sum_i \frac{u_i^4}{\infty}} = 2 \frac{u_c^4}{u_A^4} = 2 \frac{(0,018 \times 10^{-3})^4}{(0,013 \times 10^{-3})^4} = 7,35$$

donde se asume que los grados de libertad de las distribuciones rectangulares y de la normal debida a la calibración, son virtualmente infinito.

De acuerdo con la guía EA-4/02 [7], ν_{ef} se redondea al siguiente número entero menor más próximo, es decir, tomamos $\nu_{ef}=7$, al que corresponde un factor de cobertura $k=2,43$ (ver tabla 2). La incertidumbre expandida es por tanto

$$U = 2,43 \times 0,018 \times 10^{-3} \text{ Pa} = 0,0436 \times 10^{-3} \text{ Pa}$$



Tabla 2. Contribuciones a la incertidumbre en la determinación de la presión durante la calibración para el punto de calibración $P=3 \times 10^{-3}$ Pa

Magnitud de entrada X_i	Incertidumbre típica $u(X_i)$	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
δ_{ep}	$0,013 \times 10^{-3}$ Pa	normal	1	$0,013 \times 10^{-3}$ Pa
δ_{res}	$0,0029 \times 10^{-3}$ Pa	rectangular	1	$0,0029 \times 10^{-3}$ Pa
δ_{cai}	$0,000\ 003 \times 10^{-3}$ Pa	rectangular	1	$0,000\ 003 \times 10^{-3}$ Pa
P_P	$0,012 \times 10^{-3}$ Pa	normal	-1	$-0,012 \times 10^{-3}$ Pa
$\delta_{res,P}$	$0,000\ 03 \times 10^{-3}$ Pa	rectangular	-1	$-0,000\ 03 \times 10^{-3}$ Pa
$\delta_{grad,P}$	$0,000\ 09 \times 10^{-3}$ Pa	rectangular	-1	$-0,000\ 09 \times 10^{-3}$ Pa
$\delta_{T,P}$	$0,001\ 3 \times 10^{-3}$ Pa	(ver 6.1.g)	-1	$-0,001\ 3 \times 10^{-3}$ Pa
$\delta_{p,res}$	$0,000\ 3 \times 10^{-3}$ Pa	rectangular	-1	$-0,000\ 3 \times 10^{-3}$ Pa
$\delta_{der,P}$	$0,000\ 09 \times 10^{-3}$ Pa	rectangular	-1	$-0,000\ 09 \times 10^{-3}$ Pa

Incertidumbre combinada ($u(E)$)	$u(E) = 0,018 \times 10^{-3}$ Pa
Incertidumbre expandida (U) ($k=2,43$)	$U = k \cdot u(E)$ $0,0436 \times 10^{-3}$ Pa

