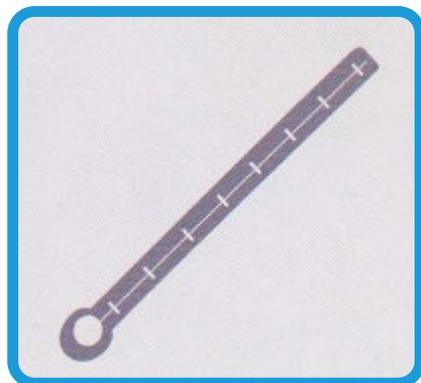
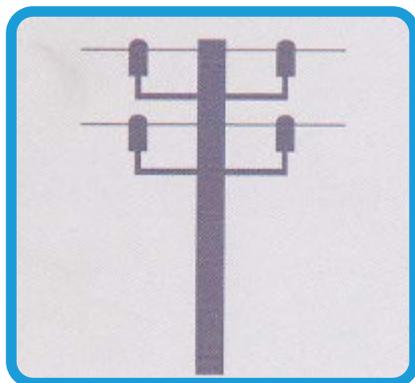
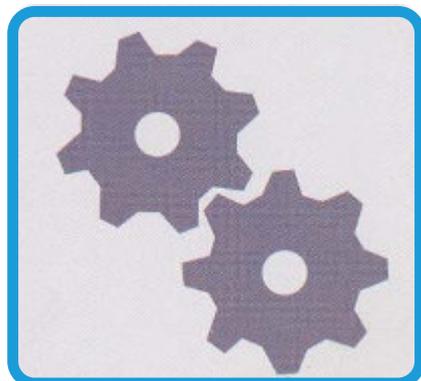
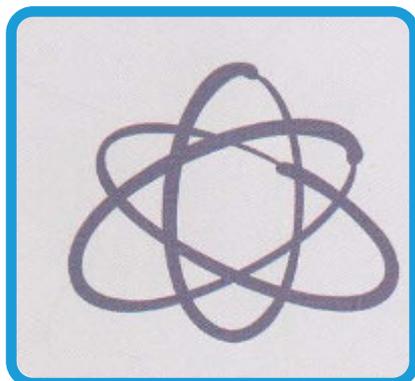
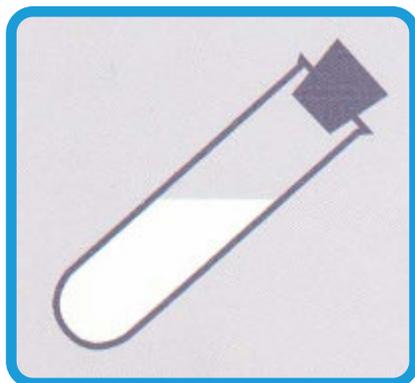
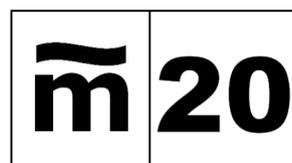


Metrología



PROCEDIMIENTO ME-018 PARA LA
CALIBRACIÓN DE MANÓMETROS DE
IONIZACIÓN



PROCEDIMIENTO ME018

CALIBRACIÓN DE MANÓMETROS DE IONIZACIÓN

La presente edición de este procedimiento se emite exclusivamente en formato digital y puede descargarse gratuitamente de nuestra página web (www.cem.es).

El procedimiento ha sido revisado, corregido y actualizado, respecto a la edición digital anterior.

Los procedimientos editados por el CEM presentan modelos de calibración, en línea con documentos clave universales como son el Sistema Internacional de unidades (SI), el Vocabulario internacional de metrología (VIM) o la Guía para la expresión de la incertidumbre de medida (GUM). Como modelos que son, los usuarios de los mismos pueden, bajo su responsabilidad, modificarlos para adecuarlos a sus necesidades específicas (instrumentación, condiciones ambientales, etc.). En tal caso, siempre deberá primar el sentido crítico y la ética profesional.

El CEM no acepta ninguna responsabilidad derivada de la interpretación y/o uso de este procedimiento.

El CEM no mantiene correspondencia sobre el contenido de los procedimientos.

ÍNDICE

	Página
1. OBJETO	3
2. ALCANCE	3
3. DEFINICIONES	3
4. GENERALIDADES	3
4.1. Medidores de ionización	3
4.2. Sistema de medida	7
4.3. Símbolos y abreviaturas	8
5. DESCRIPCIÓN	9
5.1. Equipos y materiales	9
5.2. Operaciones previas	11
5.3. Proceso de calibración	13
5.4. Toma y tratamiento de datos	14
6. RESULTADOS	15
6.1. Cálculo de incertidumbres	15
6.2. Interpretación de los resultados	22
7. REFERENCIAS	23
7.1. Documentos necesarios para realizar la calibración	23
7.2. Referencias para consulta	23
8. ANEXOS	24

1. OBJETO

Este procedimiento tiene por objeto establecer un método general para realizar la calibración de medidores de vacío del tipo denominado de *ionización*.

La redacción de este procedimiento ha sido realizada según lo establecido en la referencia [1].

Este tipo de instrumentos se denominan técnicamente “Manómetros de ionización de cátodo caliente” y “Manómetros de cátodo frío”, bajo el En el primer grupo, se incluyen los medidores: tipo “Shultz – Phelps”, de alta presión, de triodo convencional de cátodo caliente, de tipo “Bayard – Alpert” (B.A.), de tipo B.A. con modulador y de tipo B.A. con extractor. En el segundo tipo, se incluyen los medidores: de descarga tipo “Penning”, de tipo magnetrón, de tipo magnetrón invertido y de tipo magnetrón de cátodo caliente.

2. ALCANCE

El presente procedimiento es aplicable a medidores de ionización (medidores de presión absoluta en gas) para presiones que caen dentro de la zona denominada de vacío y de alto vacío. Generalmente son instrumentos que trabajan a presiones inferiores a 10^{-1} Pa.

Este procedimiento se aplica a la calibración por comparación con otro medidor u otros medidores tomados como referencia o patrones.

Este procedimiento no es aplicable a la calibración de medidores de presiones parciales o espectrómetros de masas.

3. DEFINICIONES

Son de aplicación las definiciones generales de la referencia [2] a parte de la siguiente:

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.

4. GENERALIDADES

4.1. Medidores de ionización

Los medidores de ionización son medidores de presión absoluta para gases a presiones comprendidas aproximadamente entre 10^{-11} Pa y 10^{-1} Pa, dependiendo del tipo y del diseño del dispositivo.

Su funcionamiento se basa en un método indirecto de determinación de la presión.

Un medidor de ionización aplica un método de ionización del gas y establece una corriente de iones positivos que se relaciona con la presión del gas y que se mide por medio de un micro amperímetro que conecta un electrodo colector de iones con la toma de tierra del medidor.

4.1.1. Medidores de ionización de cátodo caliente

La figura 1 representa la disposición básica de un medidor de vacío del tipo triodo convencional de cátodo caliente. Es un medidor de diseño clásico que sirve para introducir el funcionamiento básico de este tipo de medidores.

Los diferentes tipos de medidores son variaciones sobre este diseño que afectan a los parámetros de funcionamiento, pero no a su fundamento básico.

El filamento soporta una corriente eléctrica que lo calienta hasta una temperatura de 900 °C a 1000 °C, produciendo la termo-emisión de electrones. Los electrones son acelerados por el campo eléctrico constante establecido entre el filamento y la rejilla con un potencial de aceleración de aproximadamente + 125 V respecto al filamento (cátodo caliente).

En su camino, una fracción de los electrones acelerados chocan contra las moléculas del gas. Si la energía cinética alcanzada por los electrones supera el potencial de ionización de la molécula del gas son capaces de ionizar el gas arrancando electrones de los orbitales externos de las moléculas y producir un par catión – electrón. Los iones positivos son acelerados hacia el colector de iones a un potencial de –25 V respecto al filamento y su corriente registrada en un micro – amperímetro.

El potencial de ionización depende de la naturaleza del gas, oscilando entre el mínimo para el cesio (Cs) a 3,88 V y el máximo para el helio (He) a 24,58 V. Los valores típicos oscilan alrededor de 15 V para oxígeno molecular (O₂), nitrógeno molecular (N₂) y aire.

NOTA:

El potencial de ionización es la energía mínima que debe aportarse a una molécula para arrancar un electrón de su corteza electrónica.

El diseño del sensor hace que la ionización se produzca principalmente cerca de la rejilla, donde la energía de los electrones iguala o supera la de ionización del gas.

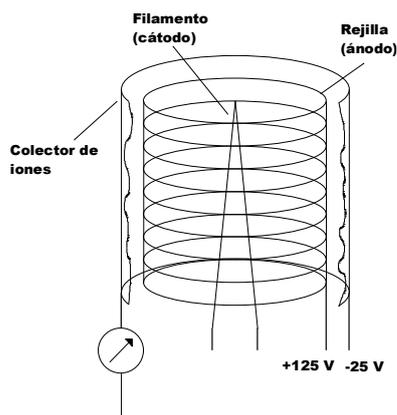


Figura 1. Esquema de un medidor del tipo triodo de cátodo caliente. Las tensiones están referidas al colector de iones.

La relación entre corriente de colector y presión depende de:

- El diseño geométrico del medidor
- Los potenciales aplicados entre electrodos
- La corriente electrónica
- La naturaleza del gas

La corriente de colector se relaciona idealmente con la presión de acuerdo con la expresión:

$$I_c = S \cdot I_e \cdot P \quad (1)$$

donde S es el coeficiente de sensibilidad de medidor.

En el recorrido de los electrones desde el filamento al ánodo, la probabilidad de que cada electrón produzca una ionización es mayor cuanto mayor es el recorrido libre medio y la densidad del gas y por tanto, la presión. La probabilidad de ionización es:

$$N_i = \varphi_1 L P \quad (2)$$

donde φ_1 es el coeficiente de ionización diferencial, L es el recorrido libre medio de los electrones y P es la presión del gas. La probabilidad de ionización es el cociente entre la corriente de colector y la corriente de electrones entre filamento y ánodo:

$$N_i = \frac{I_+}{I_e} = \varphi_1 L P \quad (3)$$

donde I_+ es la corriente iónica e I_e es la corriente de electrones. En el caso de un medidor ideal en que la corriente de colector tenga como única contribución la corriente de iones, el coeficiente de sensibilidad se relaciona con el recorrido libre medio y el coeficiente de ionización diferencial:

$$S = L\varphi_1 \quad (4)$$

NOTA:

- El coeficiente de sensibilidad S depende del potencial de ionización y por lo tanto para cada gas el manómetro necesita su propio ajuste del equipo.
- El coeficiente de sensibilidad S es característico del medidor y dos medidores idealmente idénticos mostrarán coeficientes de sensibilidad ligeramente diferentes.

El factor de sensibilidad S depende, además de la geometría de los electrodos, del estado superficial de los mismos. Un medidor de cátodo caliente que se use principalmente en su rango alto de presiones verá deteriorarse más rápido la superficie de sus electrodos, y presumiblemente presentará una deriva mayor.

Por otro lado, un medidor de ionización expuesto con frecuencia a condiciones ambientales de humedad y contaminación sólida presentará una mayor contaminación de sus elementos. Esto influirá en su corriente residual por desorción y por tanto en la calidad de su medida.

Intrínsecamente a los medidores de ionización existe un límite en la presión mínima que pueden medir. Esto se debe a la existencia de corrientes residuales de colector que no se deben a fenómenos puros de ionización del gas.

Aunque idealmente la corriente de colector sería igual a la corriente de iones ($I_c = I_+$), en la práctica existen contribuciones adicionales que se suman de modo indistinguible a la corriente del colector de iones ($I_c = I_R + I_+$). La corriente residual I_R es la corriente de colector detectada cuando la presión se reduce a cero ($I_+ \ll I_R$). La corriente I_R tiene varias contribuciones:

$$I_R = I_X + I_E + I_K \quad (5)$$

donde:

I_X es la corriente de fotoelectrones debido a los rayos X blandos producidos en el medidor

I_E es la corriente iónica que llega al colector resultante de la desorción estimulada por los electrones del material adsorbido sobre los electrodos

I_K es la corriente iónica que llega al colector como resultado de la ionización del material evaporado desde el cátodo caliente

La corriente residual depende de la cantidad de material adsorbido en las superficies, de los electrodos y su naturaleza. Por tanto, varía con el grado de desgasificación y la contaminación superficial de los electrodos (especialmente la rejilla).

Si la preparación del equipo es adecuada y se previene la contaminación de sus electrodos, la corriente residual será debida principalmente a la corriente de fotoelectrones de rayos X blandos.

Los métodos de evaluación de la corriente residual son básicamente los siguientes [3]:

- Reducir la presión hasta valores cerca del cero ($I_+ \ll I_R$)
- Representando gráficamente la corriente de colector frente al potencial rejilla – filamento. La extrapolación de los resultados permite obtener una estimación de I_R .
- Midiendo la corriente de colector frente a la presión medida con otro medidor con una corriente residual mucho menor. Un ejemplo podría consistir en la calibración de un medidor de ionización del tipo Bayard – Alpert con un sistema “Extractor”.
- Por modulación de la corriente iónica.

4.1.2. Medidores de ionización de cátodo frío

El diseño fundamental para este tipo de medidores es el conocido como medidor tipo Penning.

En este medidor se hace uso de un alto voltaje (aproximadamente 2 kV) para arrancar los electrones de las moléculas neutras y atraerlos al ánodo cargado positivamente. Un campo magnético fuerza a los electrones a describir trayectorias helicoidales.

El resultado es que se incrementa de forma importante el camino recorrido por los electrones, y por tanto también la probabilidad de que se produzca la ionización del gas que se encuentra en el interior del medidor.

En estos medidores la corriente de electrones al ánodo es proporcional a la presión, de modo que I_X y I_E son proporcionales a la presión y la corriente residual I_R es cero [3].

Debe ponerse cuidado en la utilización de estos medidores, puesto que afectan a otros medidores debido a la presencia del campo magnético de su imán permanente. Además, ellos mismos se ven afectados por la presencia de campos magnéticos externos, que modifican la trayectoria de los electrones en su camino de ionización y por lo tanto su indicación.

NOTA:

Los medidores de ionización presentan una acción de bombeo con componentes químicos y eléctricos. La velocidad de bombeo efectiva depende del tipo de medidor de ionización. Este efecto debe ser considerado si el medidor está conectado con el sistema de vacío por medio de un tubo de conductancia pequeña. En tal caso, la relación entre la presión en el sistema y la presión en el medidor es:

$$P_{\text{sistema}} = \left(1 + \frac{S_{\text{ion}}}{C_{\text{tubo}}}\right) P_{\text{ion}} \quad (6)$$

donde S_{ion} es la velocidad de bombeo del medidor, C_{tubo} es la conductancia del tubo que conecta el medidor al sistema de vacío y P_{ion} es la presión en el cuerpo del medidor.

Los medidores de ionización tales como los “Bayard – Alpert” tienen una velocidad de bombeo muy pequeña. Sin embargo, los medidores de cátodo frío como los Penning pueden presentar velocidades volumétricas de bombeo de hasta 1 litro/segundo.

Para evitar el error en la medida que este efecto produce se utilizarán conexiones del medidor tales que $S_{ion} < C_{tubo} / 100$.

4.2. Sistema de medida

La figura 2 muestra un esquema posible para un sistema de calibración en vacío. El sistema está basado en el método dinámico de generación de la presión [2] extendido a la región de ultra – alto vacío. La cámara de calibración tiene instalados los medidores incógnita (M_x) y el/los de referencia (M_{R1} y M_{R2}).

Se pueden usar diferentes medidores patrón (M_{R1} , M_{R2} , ...) que solapen sus rangos de funcionamiento en caso necesario o en vistas a optimizar la incertidumbre final.

Todos los medidores se instalarán en la cámara de calibración en posiciones geométricas equivalentes respecto a la entrada del flujo de gas.

La entrada de gas y la configuración de la cámara de calibración y sus puertos de conexión serán tales que toda molécula que entre en la cámara choque al menos una vez con las paredes de la cámara.

La entrada de gas se realiza desde un volumen V que se mantiene a una presión constante medida por el medidor de control M_c a través de una válvula de paso fino o de fuga V_f .

El gas de la cámara de calibración está siendo evacuado continuamente por medio del sistema de bombeo situado en su parte inferior. El sistema de bombeo se puede conectar a la cámara de calibración a través de una válvula de aislamiento V_g (válvula tipo guillotina, mariposa, etc.). Opcionalmente se puede disponer de una válvula de regulación V_R que puentee la válvula de aislamiento de forma que se pueda regular la velocidad de bombeo efectiva en la cámara de calibración.

El sistema controlador de presión propuesto es opcional y se puede sustituir por un montaje equivalente o un controlador electrónico automático o sistema que permita regular de forma estable el flujo de entrada a la cámara de calibración a través de la válvula V_f . El funcionamiento del montaje propuesto es el siguiente.

El volumen V está siendo permanentemente bombeado y simultáneamente se permite la entrada de gas puro procedente de la botella por medio de la válvula de regulación V'_R .

La presión en el controlador se regula vigilando la indicación del medidor de control M_c , que será notablemente mayor que la presión en la cámara de calibración.

Para permitir el venteo del sistema se puede disponer de una válvula V_v que permite la entrada del aire exterior a través de un filtro F que evita la entrada de contaminantes sólidos al sistema.

Para el sistema de bombeo del sistema controlador será suficiente disponer de una bomba rotatoria de paletas, de membrana, o sistema equivalente. Deberá asegurarse que este sistema de bombeo no contamina el sistema de calibración.

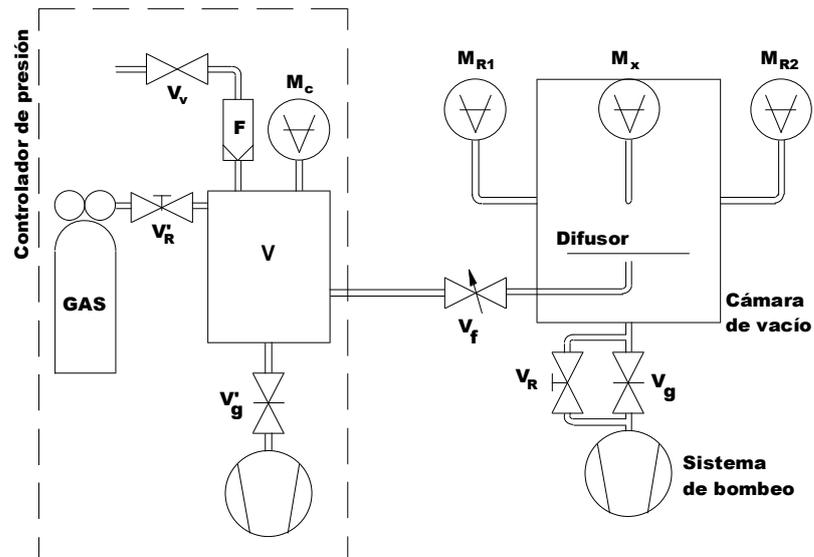


Figura 2. Esquema del sistema de calibración de medidores de ionización por comparación.

4.3. Símbolos y abreviaturas

δ_{ctubo}	Corrección de conductancia del tubo de conexión del medidor
$\delta_{\text{der } 0}$	Corrección por deriva del cero del medidor patrón
δ_{der}	Corrección por deriva del medidor patrón
δ_0	Corrección por determinación del cero del medidor incógnita
$\delta_{\text{est } p}$	Corrección por estabilidad de presión
$\delta_{\text{grad } p}$	Corrección por gradiente de presión
$\delta_{\text{res } x}$	Corrección por resolución del instrumento incógnita
$\delta_{\text{res } p}$	Corrección por resolución del medidor patrón
δ_{T_x}	Corrección por temperatura sobre el medidor incógnita
δ_{T_p}	Corrección por temperatura sobre el patrón
I_x	Indicación del medidor incógnita
I_p	Indicación del medidor patrón
CDG	Medidor capacitivo de diafragma
BAG	Medidor de ionización tipo Bayard – Alpert
SRG	Medidor de viscosidad molecular
P	Presión de referencia
T_c	Temperatura de la cámara de calibración



Sistema de bombeo



Medidor de vacío



Válvula de aislamiento



Válvula de regulación de paso fino

5. DESCRIPCIÓN

5.1. Equipos y materiales

El sistema de calibración estará compuesto por los siguientes elementos básicos:

5.1.1. Cámara de vacío

Es el espacio físico, aislado del exterior herméticamente, que albergará el gas de calibración (figura 2).

El diseño de la cámara debe cumplir con los requisitos [4]:

- Debe situarse sobre una base estable y libre de vibraciones.
- Estará construida en acero inoxidable para alta temperatura.
- Dispondrá de puertos de conexión todo metal, con bridas del tipo CF para juntas de cobre. Las posiciones de los puertos de instalación para los medidores y sensores deberán ser geoméricamente equivalentes; simétricos respecto del camino del haz de gas inyectado.
- La posición de los puertos de los medidores será tal que el flujo de gas inyectado no incida directamente sobre los medidores.
- Toda molécula que entre en la cámara de calibración deberá chocar al menos una vez con las paredes del sistema.

NOTA:

Para asegurar esto se diseñará el sistema de modo que la entrada del gas inyectado se dirija hacia las paredes de la cámara, o bien hacia difusores (ver figura 2).

- La conductancia del tubo de unión del medidor a la cámara será al menos 100 veces superior a la velocidad de bombeo iónico del medidor.

NOTA:

La conductancia de un tubo en alto vacío se puede estimar a través de la expresión:

$$C_{\text{tubo}} = \frac{2 v \pi a^3}{3 I} \quad (7)$$

donde “ I ” es la longitud del tubo y “ v ” es la velocidad promedio de las partículas, que es aproximadamente $v = 145,51 \cdot (T M^{-1})^{1/2}$ en $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$, siendo T la temperatura en kelvin y M la masa molecular del gas en $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$.

La velocidad de bombeo iónico del medidor se determina empíricamente o a partir de los datos del fabricante.

Las posiciones respectivas de los medidores, tanto patrón como incógnita, deberán asegurar la no interferencia de sus indicaciones por efectos térmico o de bombardeo iónico.

5.1.2. Equipo de bombeo

Se dispondrá de un equipo de bombeo adecuado, que permita llegar a la presión de base que posibilite ajustar o medir las lecturas residuales de los equipos a calibrar y/o del equipo patrón en caso necesario.

De forma general, el sistema debe ser tal que la presión de base sea al menos 10 veces inferior a cualquier presión objeto de la calibración y 100 veces inferior en caso de necesitar realizar ajustes de cero.

El sistema de bombeo usado deberá impedir la contaminación del sistema por evaporación de aceites, o condensación de líquidos en la cámara de calibración y en los medidores.

5.1.3. Equipo patrón

Es el conjunto de instrumentos, sensores, controladores, sistemas de alimentación y dispositivos de lectura que permiten establecer la presión de referencia frente a la que se compara el instrumento calibrado.

El equipo patrón debe cumplir al menos con los siguientes requisitos:

- La resolución del medidor patrón será al menos igual a la del medidor incógnita.
- La presión mínima medible por el instrumento patrón será al menos 100 veces inferior a la presión mínima medible por el medidor incógnita. En caso contrario se dispondrá de instrumentos de medida complementarios.

NOTA:

En el caso de los medidores de muy alto vacío esta condición puede no ser satisfecha. En tal caso las presiones mínimas límite serán equivalentes entre patrón e incógnita.

5.1.4. Sistema de horneado

Para conseguir las presiones propias del ultra – alto vacío, es necesario hornear el sistema para conseguir una presión de base lo suficientemente pequeña. Alrededor de la cámara se dispondrán calentadores que permitan alcanzar una temperatura de entre 150 °C y 200 °C en las paredes de la cámara.

5.1.5. Sistema de control de presión

Junto con el sistema de calibración se dispondrá de una reserva de gas a presión controlada desde la cual se produce la inyección del gas de calibración a la cámara.

5.1.6. Sensores de temperatura

Al menos se dispondrá de un sensor de temperatura en contacto con la pared de la cámara de vacío. Su lectura representa la del gas. Se recomiendan termómetros de una resolución mínima de 0,1 °C y una incertidumbre total de 0,5 °C ($k = 2$).

También se registrarán las condiciones ambientales de temperatura ambiental.

Si el instrumento de referencia lo requiere también se usarán sensores de temperatura en el puerto de conexión del medidor de referencia.

5.1.7. Gas de calibración

Se utilizará un gas con la mayor pureza química posible y lo más cercano a la composición del gas utilizado por el usuario final.

Los sistemas de inyección del gas de calibración estarán contruidos de forma que no se altere su pureza inicial.

5.1.8. 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.

5.2. Operaciones previas

5.2.1. Preparación de los equipos a calibrar

Los equipos a calibrar se instalarán en la cámara de calibración, siguiendo las recomendaciones del fabricante de los mismos, y se conectarán eléctricamente conforme a las indicaciones del fabricante.

Una vez instalados los equipos de medida en la cámara de calibración, se abrirá la válvula de aislamiento entre la cámara de calibración y el sistema de bombeo (V_g en figura 2). La válvula que inyecta el gas (V_f) permanecerá totalmente cerrada. A continuación, se pondrá en funcionamiento el sistema de bombeo.

Tras un tiempo de bombeo se conectará un medidor de referencia o de chequeo que esté instalado en la cámara y se comprobará la presión de vacío alcanzada. Conforme al tiempo de bombeo acumulado y la presión alcanzada deberá evaluarse la calidad del vacío alcanzado y si existe posibilidad de fugas en el sistema.

NOTAS:

- El medidor de chequeo puede/n ser el/los medidor/es patrón/es.
- El vacío alcanzado es adecuado cuando la presión de base conseguida es inferior a la presión mínima medible por el instrumento incógnita en al menos una o dos décadas de presión, según el caso.
- Se comprobará la existencia de fugas en el sistema siguiendo las recomendaciones clásicas para los sistemas de vacío. No se realizará la calibración mientras existan fugas.

NOTA:

- Los síntomas que informan sobre la posible existencia de fugas son básicamente: (1) La presión de base alcanzada es muy superior a la esperada conforme las características del sistema (velocidad volumétrica del sistema bombeo, volumen de la cámara de calibración, etc.). (2) Cuando se aísla la cámara del sistema de bombeo la presión aumenta linealmente con el tiempo. Para la localización de la fuga podrán utilizarse sistemas detectores de fugas de He.
- Para conseguir la presión última adecuada para la mayoría de los medidores de ionización en los que este procedimiento es aplicable será preciso recurrir a un horneado del sistema de calibración. La temperatura máxima de calefactado respetará las temperaturas máximas soportables por cada equipo conectado al sistema de calibración.
- Tras el horneado del sistema se procederá a la desgasificación del filamento de los medidores de ionización en el sistema. Esto se realizará mediante el mecanismo estipulado en el manual de cada medidor.

5.2.2. Comprobaciones antes de la calibración

- a) Antes de comenzar la calibración, deberán ser tenidos en cuenta los siguientes puntos generales:
- b) Se comprobará que el indicador a calibrar y su unidad de lectura 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. Esto quedará reflejado en el certificado de calibración emitido.
- c) La persona encargada de realizar la calibración comprobará en el manual del equipo su funcionamiento hasta 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.
- d) Previamente a la calibración los medidores permanecerán bajo vacío, tras la preparación realizada tal como se desarrolla en 5.2.1. durante al menos 12 horas.
- e) Antes de la utilización de los medidores de ionización se procederá a la desgasificación de sus filamentos, tal como se estipule en el manual de los mismos. Se realizará la misma operación sobre el medidor patrón si este es de ionización.
- f) Se comprobará que la temperatura del sistema de calibración es estable y su valor se encuentra dentro de los valores de tolerancia que se pudiesen haber establecido para los equipos de medida.
- g) Se comprobará que el valor de los posibles parámetros de ajuste de los equipos en sus unidades de control son los adecuados al uso que se les va a dar.

NOTA:

- Por unidad de control se entiende el sistema electrónico de alimentación eléctrica que controla y permite obtener la lectura en presión del medidor. Puede ser analógica o digital.
- En las unidades de control digitales los datos de ajuste son los parámetros de funcionamiento del medidor que se memorizan internamente en la unidad. Estos se deberán dar en el certificado y si se modifican se deberán hacer dos calibraciones una antes y otra después de su modificación.

- En las unidades de control analógicas el ajuste se realizará por medio de potenciómetros o sistemas similares.

5.3. Proceso de calibración

La calibración se realiza por comparación directa entre la indicación del instrumento incógnita y la presión de referencia. La presión de referencia se establece a partir de las indicaciones del medidor patrón, sus correcciones y las posibles correcciones debidas al propio sistema físico de calibración.

Se realizarán al menos tres series de medida con puntos de calibración que cubran significativamente el rango de medida de los medidores de ionización a calibrar.

La calibración se realiza desde la presión de base o la mínima del medidor incógnita hasta la máxima presión permitida en dicho medidor subiendo en presión, lo que se consigue aumentando el flujo de gas en la cámara al accionar la válvula V_f (ver figura 2).

Los puntos de calibración se realizarán en un entorno lo más pequeño posible de unas presiones prefijadas (presiones nominales) donde se determinará la corrección sobre el instrumento a calibrar.

NOTA.

La presión generada debe estar en un entorno lo más cercano posible a la presión nominal, pero habitualmente esto no resulta sencillo de conseguir. La siguiente tabla sugiere valores para las tolerancias entre el valor de presión generada y la presión nominal referidas a éstas últimas:

Rango (Pa)	Tolerancia (%)
$P < 10^{-10}$	20 %
$10^{-10} \leq P \leq 10^{-4}$	15 %
$10^{-4} \leq P \leq 10^{-2}$	10 %
$10^{-2} \leq P \leq 10^{-1}$	5 %

El rango de medida de los medidores de ionización cubre varias décadas de presión. Se elegirán las presiones nominales de modo que existan al menos dos puntos de calibración por cada década de presión cubierta por el instrumento. A modo de ejemplo, los puntos de calibración podrían elegirse según la secuencia 3×10^n , 9×10^n (dos puntos de calibración por década) o bien 10^n , 4×10^n , 7×10^n (tres puntos de calibración por década).

NOTA.

En el caso de medidores con indicación analógica las presiones nominales se escogerán en valores exactos de la escala graduada de su elemento indicador.

Durante la calibración se jugará con el equilibrio entre la presión de inyección del gas en el controlador (medidor M_c en la figura 2) y la velocidad de bombeo de la cámara de calibración que puede ser regulada por dos métodos: regulación de la velocidad de giro de la bomba (sistema turbo – molecular) o cerrando la válvula V_g de aislamiento del sistema de bombeo mientras se regula la velocidad de bombeo efectiva por medio de la válvula de regulación V_R .

Se accionará la válvula V_f hasta que la presión indicada en el medidor patrón se sitúe dentro del entorno elegido alrededor de la presión nominal.

5.4. Toma y tratamiento de datos

Antes de comenzar a variar la presión en la cámara de calibración, se registrarán los siguientes datos:

- Presión de base inicial.
- Lecturas iniciales de todos los medidores.
- Temperatura inicial de la cámara de calibración.
- Temperatura ambiental inicial.

Posteriormente se ajustará la presión de la cámara y cuando la presión sea estable, y para cada presión nominal, se tomarán los datos:

- Indicación del medidor patrón, I_p
- Indicación del medidor incógnita, I_x
- Temperatura de la cámara de calibración, T_c (si procede).

Al finalizar un ciclo de presión ascendente, se cerrará el paso de gas de calibración y posteriormente se someterá a la cámara a la máxima velocidad de bombeo hasta alcanzar de nuevo la presión de base. Tras un tiempo razonable de espera, se registrarán de nuevo los siguientes parámetros:

- Presión de base final.
- Lecturas finales de todos los medidores.
- Temperatura final de la cámara de calibración, (si procede).
- Temperatura ambiente final.

Todos los datos anteriores se tomarán para cada ciclo.

Una vez finalizada la calibración y partiendo de los datos registrados se calculará:

- La media aritmética de las lecturas del indicador incógnita y del indicador patrón entre los tres ciclos de calibración.
- El valor de la presión de referencia obtenido como los valores medios indicados por el patrón, corregidos de acuerdo al certificado de calibración del mismo. La corrección sobre la lectura del medidor patrón (δ_{cal}) para establecer el valor de referencia se realizará por interpolación entre dos presiones de calibración del certificado de calibración del instrumento patrón.

NOTA:

El cálculo de δ_{cal} para la indicación patrón I_p , se realizará por interpolación de la siguiente manera:

$$\delta_{cal} = m(\delta_2 - \delta_1) + \delta_1 \quad (8)$$

donde δ_1 y δ_2 son las correcciones del patrón para las indicaciones I_1 e I_2 respectivamente del certificado de calibración del patrón, y $m = (\delta_2 - \delta_1) / (I_2 - I_1) - 1$.

- La corrección absoluta de indicación del medidor incógnita, calculada como la diferencia entre la presión de referencia y la indicación del medidor calibrado.
- La incertidumbre total para un factor de cobertura de aproximadamente el 95%.

6. RESULTADOS

6.1. Cálculo de incertidumbres

Para el cálculo de la incertidumbre de calibración se siguen las guías para la expresión de la incertidumbre [5] y [6].

Los resultados de la calibración se expresarán como la corrección de lectura del medidor calibrado y su incertidumbre frente a la presión de referencia.

La calibración se realiza a las presiones nominales cerca de cuyos valores generamos la presión de referencia (ver nota en 5.3). Para cada presión nominal, la corrección sobre el medidor calibrado será:

$$C = I_p + \delta_{\text{cal}} + \delta_{\text{int p}} + \delta_{\text{der}} + \delta_{\text{res p}} + \delta_{T p} + \delta_{\text{grad p}} + \delta_{\text{est p}} + \delta_0 - (I_x + \delta_{\text{res x}} + \delta_{T x} + \delta_{\text{ctubo}}) \quad (9)$$

donde I_p es la indicación del medidor patrón e I_x es la indicación del medidor a calibrar (incógnita).

La presión de referencia, que incluye los factores propios del medidor patrón y del sistema de calibración es:

$$P = I_p + \delta_{\text{cal}} + \delta_{\text{int p}} + \delta_{\text{der}} + \delta_{\text{res p}} + \delta_{T p} + \delta_{\text{grad p}} + \delta_{\text{est p}} + \delta_0 \quad (10)$$

El conjunto de valores $\{\delta_j\}$ son las correcciones a las indicaciones de presión del medidor patrón y del medidor incógnita.

El valor esperado para la corrección C es el valor promedio obtenido de un número n de ensayos. Para cada presión nominal objeto de ensayo:

$$\bar{C} = \bar{I}_p + \delta_{\text{cal}} - \bar{I}_x \quad (11)$$

donde:

$$\bar{C} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (I_{p,i} + \delta_{\text{cal}} - I_{x,i}) \quad (12)$$

siendo $I_{p,i}$ y $I_{x,i}$ las indicaciones del indicador patrón y del indicador incógnita en el i -ésimo ciclo de calibración a cierta presión nominal.

Nótese que δ_{cal} es la única corrección en la ecuación (6) que puede tener un valor esperado diferente al nulo.

Los términos que contribuyen a la incertidumbre son los siguientes, atendiendo a su origen de influencia.

Medidor patrón:

I_p	Indicación del medidor patrón con que se establece la presión de referencia.
δ_{cal}	Corrección sobre la indicación del medidor patrón realizada de acuerdo a la calibración del medidor de referencia.
$\delta_{\text{int p}}$	Corrección obtenida de la interpolación entre los puntos del certificado de calibración del patrón.
δ_{der}	Corrección por deriva temporal del medidor patrón.

- $\delta_{\text{res p}}$ Corrección debida a la resolución del instrumento patrón.
 $\delta_{T p}$ Corrección debida a la influencia de la temperatura sobre el patrón.

Sistema de calibración:

- $\delta_{\text{grad p}}$ Corrección por gradientes de presión en el sistema de calibración.
 $\delta_{\text{est p}}$ Corrección por estabilidad de la presión generada en el sistema de calibración.
 δ_0 Corrección por determinación de la presión de base en el sistema de calibración.

Medidor a calibrar:

- I_x Indicación del medidor incógnita.
 $\delta_{\text{res x}}$ Corrección por resolución del medidor calibrado.
 $\delta_{T x}$ Corrección debida a la influencia de la temperatura sobre el instrumento que se está calibrando (influencia de las condiciones ambientales del medidor calibrado).
 δ_{ctubo} Corrección por conductancia del tubo de conexión medidor/cámara debido al efecto de bombeo iónico.

La incertidumbre típica combinada de la magnitud de salida (corrección) se calcula aplicando la ley de proporción de las incertidumbres bajo la hipótesis de que todas las contribuciones son independientes. Está dada por la raíz cuadrada de la suma cuadrática de las incertidumbres típicas individuales:

$$u(C) = \sqrt{\sum_{i=1}^n c_i^2 u^2(x_i)} \quad (13)$$

donde $c_i = \partial C / \partial x_i$ son los factores de sensibilidad para la magnitud de entrada x_i determinada con una incertidumbre típica $u(x_i)$. La incertidumbre típica asociada a corrección para una presión nominal dada es:

$$u(C) = \sqrt{u_A^2(I_p - I_x) + u^2(\delta_{\text{cal}}) + u^2(\delta_{\text{int p}}) + u^2(\delta_{\text{der}}) + u^2(\delta_{\text{res p}}) + u^2(\delta_{T p}) + u^2(\delta_{\text{grad p}}) + u^2(\delta_{\text{est p}}) + u^2(\delta_0) + u^2(\delta_{\text{res x}}) + u^2(\delta_{T x}) + u^2(\delta_{\text{ctubo}})} \quad (14)$$

Contribuciones a la incertidumbre:

1. Incertidumbre tipo A, u_A .

Está determinada por la dispersión estadística de los resultados. Se calcula para cada presión nominal, computando los valores de corrección obtenidos individualmente por cada serie de calibración:

$$u_A = \frac{s(I_p - I_x)}{\sqrt{n}} = \frac{1}{\sqrt{n}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \sum_{j=1}^n C_j / n)^2}{n - 1}} \quad (15)$$

donde $C_i = I_{p,i} + \delta_{\text{cal}} - I_{x,i}$ es la corrección obtenida en el ciclo i para una presión nominal dada.

2. Incertidumbre por calibración del instrumento patrón, $u(\delta_{\text{cal}})$.

La corrección δ_{cal} es la que debe aplicarse a la indicación patrón para una presión dada conforme figure en el certificado de calibración del medidor patrón. A una presión de

referencia dada, si U_{cal} es la incertidumbre certificada para el medidor patrón para un factor cobertura k_{cal} , la contribución a la incertidumbre es:

$$u(\delta_{\text{cal}}) = \frac{U_{\text{cal}}}{k_{\text{cal}}} \quad (16)$$

3. Incertidumbre por interpolación de los valores de calibración, $u(\delta_{\text{int p}})$

El error de interpolación de los puntos del certificado es $\delta_{\text{int p}}$ y $|\delta_{\text{int p}}|_{\text{max}}$ es el error máximo cometido al corregir la indicación patrón por interpolación entre puntos de su certificado de calibración. El valor máximo de $\delta_{\text{int p}}$ es la máxima diferencia de cualquier punto de calibración a la curva de interpolación.

NOTA:

Puesto que los medidores de vacío cubren varias décadas de presión y tomar el error máximo absoluto no tiene sentido, se podrá tomar el valor máximo relativo. La contribución a la incertidumbre es:

$$u(\delta_{\text{int p}}) = \frac{|\delta_{\text{int p}}|_{\text{max}}}{\sqrt{3}} \quad (17)$$

donde se ha asumido una distribución rectangular de amplitud $2 \delta_{\text{int p}}$.

El valor esperado de la corrección es $\overline{\delta_{\text{int p}}} = 0$.

4. Incertidumbre por deriva del medidor patrón, $u(\delta_{\text{der}})$

La diferencia máxima de corrección entre dos calibraciones sucesivas a una misma presión de calibración es la deriva del instrumento en dicha presión, δ_{der} . El valor máximo de deriva que se haya dado en el instrumento entre dos calibraciones sucesivas es la deriva máxima: $|\delta_{\text{der}}|_{\text{max}}$. Por tanto, el error máximo de la corrección del instrumento patrón debido a la modificación con el tiempo de sus características metroológicas, contribuye a la incertidumbre con el término:

$$u(\delta_{\text{der}}) = \frac{|\delta_{\text{der}}|_{\text{max}}}{\sqrt{3}} \quad (18)$$

donde se ha asumido una distribución rectangular de amplitud $\pm |\delta_{\text{der}}|_{\text{max}}$.

El valor esperado es $\overline{\delta_{\text{der}}} = 0$.

NOTA:

Si el instrumento no posee historial, se tomarán algunos de los siguientes valores, según aplique: la deriva temporal según fabricante; la exactitud del instrumento según las especificaciones del fabricante; y en caso en que no se disponga de estos datos, se tomará la propia incertidumbre de calibración como amplitud de la distribución rectangular.

5. Incertidumbre por resolución del instrumento patrón, $u(\delta_{\text{res p}})$

El error máximo cometido por el instrumento patrón debido a la resolución finita de su

indicador es $|\delta_{\text{res p}}|_{\text{max}}$, donde $\delta_{\text{res p}}$ es la corrección debida a la resolución de instrumento patrón. El valor de $|\delta_{\text{res p}}|_{\text{max}}$ es igual a la resolución del indicador. Su contribución a la incertidumbre es:

$$u(\delta_{\text{res.p}}) = \frac{|\delta_{\text{res p}}|_{\text{max}}}{\sqrt{3}} \quad (19)$$

donde se ha asumido una distribución rectangular de amplitud $\pm |\delta_{\text{res p}}|$.

El valor esperado es $\overline{\delta_{\text{res p}}} = 0$.

NOTA:

Si el patrón utilizado posee un indicador con escala analógica, la resolución no se corresponde con la división del escalón. Hay que tener especial cuidado a la hora de valorar esta contribución sobre todo en el caso más habitual de que la escala sea logarítmica.

6. Incertidumbre por influencia de la temperatura sobre el patrón, $u(\delta_{T p})$.

La variación máxima de temperatura durante la calibración es δT y $|\delta I_p|_{\text{max}}$ es la variación máxima de indicación en el medidor patrón debido a dicha variación de la temperatura. La contribución a la incertidumbre es:

$$u(\delta_{T p}) = \frac{|\delta I_p|_{\text{max}}}{\sqrt{3}} = \frac{F_{T p} \delta T}{\sqrt{3}} \frac{I_p}{100} \quad (20)$$

donde se ha asumido una distribución rectangular de semiamplitud $|\delta I_p|_{\text{max}}$. El factor $F_{T p}$ debe ser estimado basándose en las características del equipo y/o en las especificaciones del fabricante. Habitualmente $F_{T p}$ está dado en % lectura/°C.

El valor esperado es $\overline{\delta_{T p}} = 0$.

7. Incertidumbre por gradientes de presión en el sistema de calibración, $u(\delta_{\text{grad p}})$.

En un sistema de calibración dinámico existe la posibilidad de que la presión sea diferente de unos puertos de conexión a otros. Se deberá estudiar el sistema de calibración previamente a su utilización para comprobar la variación de presión entre puertos de medida. Si la corrección por diferencia de presión entre puertos de medida es $\delta_{\text{grad p}}$ la diferencia máxima de presión entre puertos cualesquiera es $\pm |\delta_{\text{grad p}}|_{\text{max}}$. La contribución a la incertidumbre debido a gradientes de presión es:

$$u(\delta_{\text{grad p}}) = \frac{|\delta_{\text{grad p}}|_{\text{max}}}{\sqrt{3}} \quad (21)$$

para una distribución de probabilidad rectangular de semi-amplitud $|\delta_{\text{grad p}}|_{\text{max}}$.

NOTA.

Si durante el estudio del gradiente de presión en la cámara no se observasen diferencias de presión entre unos puertos y otros, sólo podría decirse que $\delta_{\text{grad p}}$ es en el peor de los casos del orden de la resolución de los instrumentos usados durante dicho estudio, y por tanto se

deberá asumir $|\delta_{\text{grad p}}|_{\text{max}} = \text{resolución instrumento patrón}$.

El valor esperado es $\overline{\delta_{\text{grad p}}} = 0$.

8. Incertidumbre por estabilidad de la presión generada en el sistema, $u(\delta_{\text{est p}})$.

La posible inestabilidad o deriva de la presión a la entrada de la válvula de regulación V_f es transmitida proporcionalmente a la presión generada en la cámara de calibración. La corrección correspondiente es $\delta_{\text{est p}}$.

Si P_v es la presión a la entrada de la válvula de regulación y $|\delta P_v|_{\text{max}}$ es la variación máxima de presión en su interior, la variación máxima por estabilidad en la presión de referencia es:

$$|\delta_{\text{est p}}|_{\text{max}} = \frac{|\delta P_v|_{\text{max}}}{P_v} P \quad (22)$$

donde P es la presión de referencia.

Si se utiliza un controlador electrónico automático, y con una lectura estable en la presión, se tomará $|\delta P_v|_{\text{max}}$ como la resolución del controlador.

NOTA.

Por ejemplo, usando una presión de llenado en el controlador de 10^4 Pa (100 mbar) y un controlador con una resolución de 10 Pa (0,1 mbar) el error máximo por estabilidad es $10^{-3} \times P_{\text{ref}}$, cuando la presión a la entrada permanece estable. La contribución a la incertidumbre por estabilidad de la presión generada es:

$$u(\delta_{\text{est p}}) = \frac{|\delta_{\text{est p}}|_{\text{max}}}{\sqrt{3}} \quad (23)$$

para una distribución rectangular de probabilidad y una semi – amplitud igual a la variación máxima por estabilidad $|\delta_{\text{est p}}|_{\text{max}}$.

El valor esperado para la corrección es $\overline{\delta_{\text{est p}}} = 0$.

9. Incertidumbre por determinación de cero, $u(\delta_0)$

Para un medidor genérico usado como patrón y con el sistema puesto a su presión de base, el error máximo cometido es igual a la presión de base del sistema. Asumiendo una distribución rectangular de amplitud $2 \times P_{\text{base}}$, la contribución a la incertidumbre debido al “cero” del medidor patrón es:

$$u(\delta_0) \cong \frac{P_{\text{base}}}{\sqrt{3}} \quad (24)$$

El valor esperado que se le asigna es $\overline{\delta_0} = 0$.

NOTA.

Esta contribución solo se aplica cuando se utiliza la presión de base para hacer algún tipo de ajuste sobre la indicación del patrón.

Si no es posible determinar la presión de base a la cual la indicación de un medidor patrón es nula, y la única información disponible es la indicación de presión residual de dicho

medidor, se tomará $P_{\text{base}} \cong P_R$.

10. Incertidumbre por resolución del medidor incógnita, $u(\delta_{\text{res } x})$

Al igual que se calculó para el medidor patrón:

$$u(\delta_{\text{res } x}) = \frac{|\delta_{\text{res } x}|_{\text{max}}}{\sqrt{3}} \quad (25)$$

donde se ha asumido una distribución rectangular de amplitud $|\delta_{\text{res } x}|_{\text{max}}$ siendo ésta la resolución del instrumento incógnita e igual al error máximo cometido en la lectura del medidor incógnita.

El valor esperado de la corrección es $\overline{\delta_{\text{res } x}} = 0$.

NOTA:

En el caso en que el medidor a calibrar posea un indicador con escala analógica, la resolución no se corresponde con la división del escalón. Hay que tener especial cuidado a la hora de valorar esta contribución sobre todo en el caso más habitual de que la escala sea logarítmica.

11. Incertidumbre debida a la influencia de las condiciones ambientales sobre el instrumento incógnita, $u(\delta_{T_x})$.

Esta contribución tiene en cuenta la posible modificación de las propiedades metrológicas del instrumento incógnita respecto a las condiciones ambientales.

$$u(\delta_{T_x}) = \frac{|\delta I_x|_{\text{max}}}{\sqrt{3}} = \frac{F_{T_x} \delta T}{\sqrt{3}} \frac{I_x}{100} \quad (26)$$

donde se ha asumido una distribución rectangular de semi – amplitud $|\delta I_x|_{\text{max}}$. El factor F_{T_x} se basa en las especificaciones del fabricante u otros datos relativos al tipo de medidor particular. Habitualmente está dado en % lectura/°C.

El valor esperado es $\overline{\delta_{T_x}} = 0$.

12. Incertidumbre debida al efecto de bombeo iónico y conductancia de conexión del medidor incógnita, $u(\delta_{\text{ctubo}})$

En la sección 4.1.2 se apuntó la posible diferencia de presión entre la cámara de vacío y la zona activa del medidor de ionización.

La corrección debida a la diferencia de presión entre la cámara de calibración y el medidor incógnita es δ_{ctubo} . El error máximo cometido sería $|\delta_{\text{ctubo}}|_{\text{max}}$. Por tanto, asumiendo una distribución rectangular de amplitud $|\delta_{\text{ctubo}}|_{\text{max}}$, la contribución a la incertidumbre es:

$$u(\delta_{\text{ctubo}}) = \frac{|\delta_{\text{ctubo}}|_{\text{max}}}{\sqrt{12}} \cong \frac{I_x}{\sqrt{12}} \quad (27)$$

donde la aproximación asume el requisito $S_{\text{ion}} < C_{\text{tubo}} / 100$, donde I_x es la indicación del medidor.

NOTA:

Los medidores de ionización de cátodo caliente por lo general presentan bajas tasas de emisión iónica en comparación con sus conductancias de conexión y por lo tanto bien puede asumirse $u(\delta_{\text{ctubo}}) \cong 0$.

Por el contrario, los medidores de cátodo frío (como los más típicos tipo Penning o magnetrón) pueden presentar valores de S_{ion} tan altas como 1 L/s.

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

Tabla 1. Contribuciones a la incertidumbre en la determinación de la corrección de la calibración

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$		c_i	$u_i(y)$
\bar{C}	$\bar{I}_p - \bar{I}_x$	$u_A(I_p - I_x)$	Normal	1	$s(I_p - I_x)/\sqrt{n}$
δ_{cal}	δ_{cal} (según certificado)	$u(\delta_{\text{cal}})$	Normal	1	$U_{\text{cal}}/k_{\text{cal}}$
$\delta_{\text{int p}}$	0	$u(\delta_{\text{int p}})$	Rectangular	1	$ \delta_{\text{int p}} _{\text{max}}/\sqrt{3}$
δ_{der}	0	$u(\delta_{\text{der}})$	Rectangular	1	$ \delta_{\text{der}} _{\text{max}}/\sqrt{3}$
$\delta_{\text{res p}}$	0	$u(\delta_{\text{res p}})$	Rectangular	1	$ \delta_{\text{res p}} _{\text{max}}/\sqrt{3}$
$\delta_{T p}$	0	$u(\delta_{T p})$	Rectangular	1	$F_{T p} \cdot \delta T \cdot I_p / (100\sqrt{3})$
$\delta_{\text{grad p}}$	0	$u(\delta_{\text{grad p}})$	Rectangular	1	$ \delta_{\text{grad p}} _{\text{max}}/\sqrt{3}$
$\delta_{\text{est p}}$	0	$u(\delta_{\text{est p}})$	Rectangular	1	$ \delta_{\text{est p}} _{\text{max}}/\sqrt{3}$
δ_0	0	$u(\delta_0)$	Rectangular	1	$P_{\text{base}}/\sqrt{3}$
$\delta_{\text{res x}}$	0	$u(\delta_{\text{res x}})$	Rectangular	-1	$- \delta_{\text{res x}} _{\text{max}}/\sqrt{3}$
$\delta_{T x}$	0	$u(\delta_{T x})$	Rectangular	-1	$-F_{T x} \cdot \delta T \cdot I_x / (100\sqrt{3})$
δ_{ctubo}	0	$u(\delta_{\text{ctubo}})$	Rectangular	-1	$-0,01 \cdot I_x / (\sqrt{12})$
Incertidumbre típica combinada ($u(C)$)					$u(C) = \sqrt{\sum u_i^2(y)}$
Incertidumbre expandida (U)					$U = k \cdot u(C)$

En el certificado o informe de calibración se plasmará la incertidumbre expandida para una cobertura del 95,45 % que estará dada por

$$U = ku(C) \quad (28)$$

donde k es el factor de cobertura.

El factor de cobertura se calcula siguiendo las recomendaciones de las guías de cálculo de incertidumbre (referencias [5] y [6]). Previamente se hace una estimación del número efectivo de grados de libertad, ν_{ef} , según la fórmula de Welch – Satterthwaite [6]:

$$\nu_{\text{ef}} = \frac{u^4(C)}{\sum_i \frac{u_i^4}{\nu_i}} \quad (29)$$

donde u_i son las contribuciones individuales a la incertidumbre estándar y ν_i son los grados de libertad individuales, estimados según [6] y [7]. La obtención del factor de cobertura k se basa en una distribución t de Student para una probabilidad del 95,45 %. Si el valor de ν_{ef} no es un entero se redondea al entero menor más próximo. El factor k se selecciona según la siguiente tabla [6]:

Factores de cobertura k para diferentes grados de libertad ν_{ef} .

ν_{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

En el caso que durante la calibración no se hayan realizado correcciones a la indicación del instrumento patrón basándonos en su curva de calibración, a la incertidumbre expandida U hay que sumarle el término $(\delta_{cal})_{max}$, que es el valor absoluto máximo de la corrección sobre el instrumento patrón. La incertidumbre total de calibración será:

$$U_T = U + |(\delta_{cal})_{max}| \quad (30)$$

NOTA.

Los medidores de ionización cubren varias décadas de presión, y por tanto el error máximo considerado será el error máximo en valor relativo a la presión de referencia. Por tanto, la expresión anterior se utilizará en la forma siguiente:

$$U_T = U + |(\delta_{cal})_{P_{ref}}| \quad (31)$$

donde $|(\delta_{cal})_{P_{ref}}|$ es el valor absoluto del error máximo relativo del instrumento patrón según su curva de calibración.

6.2. Interpretación de los resultados

Durante el proceso completo de calibración se seguirá la siguiente secuencia:

- Calibración inicial → ajuste del equipo → calibración final

Después de una calibración inicial se verifica si el equipo requiere ajuste. En tal caso se realiza el estudio del medidor, se calculan sus parámetros característicos y se ajustan en la unidad de control si esto resulta posible. Seguidamente se repite la calibración completa del equipo.

NOTAS:

El equipo se considerará que necesita ajuste en el caso en que no cumpla las especificaciones de exactitud del fabricante, si existen. En caso de no existir podrá ser el titular o usuario del instrumento quién decida si un equipo precisa de ajuste y con qué grado de exactitud.

El ajuste puede realizarse por medio de comprobaciones sucesivas de la lectura tras cambiar uno o varios parámetros, o bien calcular factores como el factor de sensibilidad del medidor (ver ejemplo en el anexo I).

- Calibración sin ajustes

Si del estudio preliminar del equipo (paso anterior) se determina que no es necesario su ajuste para garantizar sus propiedades metrológicas, la calibración inicial es suficiente.

En el caso en que el equipo no permita ajuste, se seguirá igualmente la secuencia 2.

El uso del equipo y sus características son parámetros fundamentales a tener en cuenta para establecer el intervalo entre calibraciones, siendo el usuario el responsable de fijarla.

Para evaluar el periodo entre calibraciones se seguirán de forma general las instrucciones del fabricante, de existir al respecto. En cualquier caso, el histórico de calibraciones se constituye en la ayuda fundamental para realizar la selección de dicho periodo.

7. REFERENCIAS

7.1. Documentos necesarios para realizar la calibración

- Manual de funcionamiento del medidor a calibrar.
- Manual de funcionamiento del medidor o medidores patrón.
- Manuales de funcionamiento de los equipos auxiliares:
 - Sistema de bombeo
 - Controlador de presión
 - Valvulería

7.2. Referencias para consulta

- [1] Procedimiento ME-001 para la calibración de medidores de vacío, CEM, Edición Digital 2.
- [2] Vocabulario Internacional de Metrología. Conceptos fundamentales y generales, y términos asociados (VIM). CEM. 3ª edición en español. 2012.
- [3] P.A. Redhead, "Measurements of residual currents in ionization gauges and residual gas analyzers", *Journal of Vacuum Science of Technology A* 10(4), pp. 2665-2673 (1992)
- [4] International Standard Organization, Norma ISO – DIS 5300.
- [5] JCGM 100: 2008. Evaluación de datos de medición. Guía para la Expresión de la Incertidumbre de Medida. EDICIÓN DIGITAL 1 en español (traducción 1ª Ed. Sept. 2008)
- [6] EA-4/02 M 2013. Evaluación de la incertidumbre de medida en las calibraciones.

8. ANEXOS

EJEMPLO DE APLICACIÓN

A continuación, se muestra un ejemplo de calibración de un medidor de ionización del tipo trío simple.

- Datos del instrumento patrón:

Medidor de ionización del tipo Bayard – Alpert con indicación digital.

Intervalo de medida nominal: 2×10^{-11} mbar (2×10^{-9} Pa) a 10^{-2} mbar (1 Pa).

Características:

- Corriente de emisión: 0,76 mA
- Límite de rayos X: $<10^{-11}$ mbar (10^{-9} Pa)
- Corriente de desgasificación de cátodo: 90 mA/480 V
- Potencial de colector: 0 V
- Potencial de cátodo: +80 V
- Potencial de ánodo: +220 V
- Resolución: $0,01 \times 10^n$ Pa, donde n es la década de presión indicada en pascales. El valor de n toma valores desde $n = -9$ (década más pequeña) hasta $n = 0$ (década mayor), según corresponde con el intervalo de medida indicado arriba.
- Sensibilidad nominal según fabricante: 20 mbar^{-1} ($0,2 \text{ Pa}^{-1}$)
- Variación máxima de indicación por temperatura ambiente: 5% lectura/°C.

- Datos del certificado:

Sensibilidad: $13,18 \text{ mbar}^{-1}$. Se comprueba que este dato consignado en el certificado es el mismo que el memorizado en la unidad de control del instrumento.

Incertidumbre:

Presión de referencia Pa	$U_{\text{patrón}}(k = 2)$ Pa	$U_{\text{patrón}}(k = 2)$ % P_{ref}
3×10^{-6}	$5,8 \times 10^{-7}$	19,5
9×10^{-6}	$1,6 \times 10^{-6}$	18,2
3×10^{-5}	$5,3 \times 10^{-6}$	17,7
9×10^{-5}	$1,6 \times 10^{-5}$	17,6
3×10^{-4}	$4,9 \times 10^{-5}$	16,5
9×10^{-4}	$1,2 \times 10^{-4}$	13,5
3×10^{-3}	$3,8 \times 10^{-4}$	12,6
9×10^{-3}	$1,1 \times 10^{-3}$	12,3
3×10^{-2}	$3,7 \times 10^{-3}$	12,2
9×10^{-2}	$1,1 \times 10^{-2}$	12,3

1 mbar = 100 Pa

En el certificado del patrón se asume que la corrección a aplicar es nula y que el posible error está incluido en la incertidumbre del mismo.

Atendiendo al historial de calibraciones, la variación máxima de la sensibilidad está dentro de $\pm 5 \%$ de la indicación del patrón, entre calibraciones.

- Datos del instrumento a calibrar:
 - Corriente de emisión según fabricante: 1 mA
 - Sensibilidad según fabricante: aproximadamente 20 mbar⁻¹
 - Presión mínima: 10⁻⁸ mbar (10⁻⁶ Pa)
 - Presión máxima: 10⁻³ mbar (0,1 Pa)
 - Potencial de colector: 0 V
 - Potencial de cátodo: +25 V
 - Potencial de ánodo: +125 V
 - Exactitud nominal: 10% lectura.
 - Resolución: 0,1 × 10ⁿ Pa, donde n es la década de presión indicada en pascales con valores entre n = -6 y n = -1.
 - Variación máxima de indicación por temperatura: 5% lectura/°C.
- Otros datos:
 - Gas de calibración N₂ de pureza 99,999% vol.
 - Incertidumbre en la determinación de la temperatura: 0,5 °C (k = 2).
 - Variación máxima de presión entre los puertos de conexión a la cámara: no se ha detectado variación alguna.
 - En la unidad de lectura del medidor incógnita la sensibilidad programada para gas N₂ es 20 mbar⁻¹ por defecto.
 - A modo de comprobación la cámara de calibración utiliza un medidor del tipo “full – range” que cubre desde 10⁻⁶ Pa hasta 100 kPa (presión atmosférica). Este medidor se utiliza como testigo. Su exactitud se sitúa en aproximadamente el 20 % de su lectura. La función de este medidor es de protección, al permitir comprobar que la presión en la cámara es inferior a la máxima permitida para cada medidor antes de conectar los medidores incógnita y patrón, que podrían resultar dañados o destruidos en caso de sobrepresión. Por brevedad no se ha incluido en el esquema de la figura 2. Se conectará de forma equivalente a MR1, MR2 y Mx.
- Procedimiento:

Para la calibración del equipo se cuenta con un sistema como el mostrado en la figura 2 (ver 4.2).

Tras un tiempo de bombeo adecuado la lectura en el medidor de chequeo denominado “full-range” fue 3,4 × 10⁻⁵ Pa para la presión de base. Tras esta comprobación se realizó un horneado del sistema a 200 °C durante 48 horas.

Tras la conexión de los instrumentos patrón e incógnita, se comprobó que no se interferían mutuamente.

Seguidamente se pasó a la desgasificación de los filamentos de ambos medidores durante 2 horas. El proceso se controla automáticamente desde sus respectivas unidades de control y lectura.

Tras la desgasificación, y estabilización de la temperatura, las lecturas iniciales a la presión de base son:

Medidor patrón: 5,3 × 10⁻⁹ Pa

Medidor a calibrar: 8,1 × 10⁻⁷ Pa

Atendiendo a estos datos, la presión en el sistema está cerca de la presión residual del medidor patrón y muy por debajo de la presión residual del medidor a calibrar. Por tanto, la presión residual del medidor incógnita es 8,1 × 10⁻⁷ Pa para una sensibilidad programada en el controlador de 20 mbar⁻¹.

En el estado actual se comienza la calibración. Para inyectar gas en el sistema de vacío se utiliza un medidor/controlador de presión automático que controla con una variación máxima de ± 10 Pa de presión en el sistema de inyección para una presión de llenado de 10 kPa.

Se realiza un primer ciclo de medida en presión ascendente que arroja el siguiente resultado:

Presión de referencia P_{ref} Pa	Indicación del medidor I_x Pa	Corrección Pa	P_{ref}/I_x
$2,93 \times 10^{-8}$	$8,2 \times 10^{-7}$	$-7,91 \times 10^{-7}$	0,04
$9,26 \times 10^{-8}$	$8,6 \times 10^{-7}$	$-7,71 \times 10^{-7}$	0,11
$2,84 \times 10^{-7}$	$1,1 \times 10^{-6}$	$-8,16 \times 10^{-7}$	0,26
$8,83 \times 10^{-7}$	$1,6 \times 10^{-6}$	$-6,84 \times 10^{-7}$	0,56
$3,14 \times 10^{-6}$	$3,7 \times 10^{-6}$	$-5,23 \times 10^{-7}$	0,86
$9,04 \times 10^{-6}$	$9,0 \times 10^{-6}$	$7,67 \times 10^{-8}$	1,01
$2,88 \times 10^{-5}$	$2,7 \times 10^{-5}$	$2,10 \times 10^{-6}$	1,08
$9,08 \times 10^{-5}$	$8,4 \times 10^{-5}$	$7,17 \times 10^{-6}$	1,09
$3,00 \times 10^{-4}$	$2,8 \times 10^{-4}$	$2,37 \times 10^{-5}$	1,09
$8,91 \times 10^{-4}$	$8,0 \times 10^{-4}$	$9,10 \times 10^{-5}$	1,11
$2,85 \times 10^{-3}$	$2,6 \times 10^{-3}$	$2,83 \times 10^{-4}$	1,11
$9,13 \times 10^{-3}$	$8,3 \times 10^{-3}$	$8,00 \times 10^{-4}$	1,10
$3,00 \times 10^{-2}$	$2,7 \times 10^{-2}$	$2,70 \times 10^{-3}$	1,10
$9,06 \times 10^{-2}$	$8,3 \times 10^{-2}$	$7,93 \times 10^{-3}$	1,10

donde la columna de la derecha representa el cociente entre la indicación del medidor incógnita y la presión de referencia establecida a partir del medidor patrón.

De estos datos se puede deducir que en el rango más alto de presiones existe una corrección sobre la indicación del medidor incógnita de aproximadamente 10% de la presión real. Para este tipo de dispositivo representa un valor de corrección muy alto asumiendo que es de clase 10% según fabricante.

En función de estos resultados podemos decir lo siguiente:

- La presión residual del medidor está situada entre 3×10^{-6} Pa y 5×10^{-6} Pa aproximadamente y que por debajo de estos valores las indicaciones del instrumento no son válidas.
- En la zona de altas presiones el factor de sensibilidad no está correctamente ajustado.

Tomando los datos encontrados a partir de la presión 9×10^{-6} Pa, el promedio del cociente P_{ref}/I_x es 1,09. Por tanto, la sensibilidad real del medidor es:

$$S' = S / 1,09 = 20 / 1,09 = 18,35 \text{ mbar}^{-1} (0,1835 \text{ Pa}^{-1})$$

En la unidad de control del medidor se programa esta nueva sensibilidad.

Bombeando de nuevo el sistema a la presión de base, se han realizado tres ciclos de medida en que se ha encontrado los siguientes resultados:

Ciclo 1		Ciclo 2		Ciclo 3	
Indicación de patrón	Indicación de incógnita	Indicación de patrón	Indicación de incógnita	Indicación de patrón	Indicación de incógnita
Pa	Pa	Pa	Pa	Pa	Pa
$2,48 \times 10^{-8}$	$9,0 \times 10^{-7}$	$3,10 \times 10^{-8}$	$9,1 \times 10^{-7}$	$3,20 \times 10^{-8}$	$9,0 \times 10^{-7}$
$9,50 \times 10^{-8}$	$9,7 \times 10^{-7}$	$9,03 \times 10^{-8}$	$9,4 \times 10^{-7}$	$9,24 \times 10^{-8}$	$9,6 \times 10^{-7}$
$2,67 \times 10^{-7}$	$1,1 \times 10^{-6}$	$2,98 \times 10^{-7}$	$1,2 \times 10^{-6}$	$2,86 \times 10^{-7}$	$1,2 \times 10^{-6}$
$8,40 \times 10^{-7}$	$1,7 \times 10^{-6}$	$9,13 \times 10^{-7}$	$1,7 \times 10^{-6}$	$8,95 \times 10^{-7}$	$1,8 \times 10^{-6}$
$3,56 \times 10^{-6}$	$4,5 \times 10^{-6}$	$2,96 \times 10^{-6}$	$3,6 \times 10^{-6}$	$2,91 \times 10^{-6}$	$3,7 \times 10^{-6}$
$8,97 \times 10^{-6}$	$9,8 \times 10^{-6}$	$8,98 \times 10^{-6}$	$9,6 \times 10^{-6}$	$9,20 \times 10^{-6}$	$9,8 \times 10^{-6}$
$2,68 \times 10^{-5}$	$2,8 \times 10^{-5}$	$2,98 \times 10^{-5}$	$3,0 \times 10^{-5}$	$2,97 \times 10^{-5}$	$2,9 \times 10^{-5}$
$9,08 \times 10^{-5}$	$9,2 \times 10^{-5}$	$9,21 \times 10^{-5}$	$8,9 \times 10^{-5}$	$8,96 \times 10^{-5}$	$8,8 \times 10^{-5}$
$2,95 \times 10^{-4}$	$2,9 \times 10^{-4}$	$3,05 \times 10^{-4}$	$2,9 \times 10^{-4}$	$3,01 \times 10^{-4}$	$3,0 \times 10^{-4}$
$8,89 \times 10^{-4}$	$8,9 \times 10^{-4}$	$8,95 \times 10^{-4}$	$8,7 \times 10^{-4}$	$8,89 \times 10^{-4}$	$8,9 \times 10^{-4}$
$2,79 \times 10^{-3}$	$2,8 \times 10^{-3}$	$2,87 \times 10^{-3}$	$2,8 \times 10^{-3}$	$2,89 \times 10^{-3}$	$2,9 \times 10^{-3}$
$9,25 \times 10^{-3}$	$9,3 \times 10^{-3}$	$9,05 \times 10^{-3}$	$8,7 \times 10^{-3}$	$9,10 \times 10^{-3}$	$9,0 \times 10^{-3}$
$2,95 \times 10^{-2}$	$2,9 \times 10^{-2}$	$3,02 \times 10^{-2}$	$2,9 \times 10^{-2}$	$3,04 \times 10^{-2}$	$2,9 \times 10^{-2}$
$8,98 \times 10^{-2}$	$9,0 \times 10^{-2}$	$9,13 \times 10^{-2}$	$8,8 \times 10^{-2}$	$9,07 \times 10^{-2}$	$9,1 \times 10^{-2}$

El resultado final de la calibración es el siguiente:

Presión de referencia	Indicación del medidor	Corrección	Incertidumbre	Incertidumbre
P_{ref}	I_x	$P_{ref} - I_x$	(2s) 95%	(2s) 95%
Pa	Pa	Pa	Pa	% P_{ref}
$2,93 \times 10^{-8}$	$9,0 \times 10^{-7}$	$-8,74 \times 10^{-7}$	$1,7 \times 10^{-8}$	58,90
$9,26 \times 10^{-8}$	$9,6 \times 10^{-7}$	$-8,64 \times 10^{-7}$	$4,4 \times 10^{-8}$	47,71
$2,84 \times 10^{-7}$	$1,2 \times 10^{-6}$	$-8,83 \times 10^{-7}$	$1,3 \times 10^{-7}$	46,75
$8,83 \times 10^{-7}$	$1,7 \times 10^{-6}$	$-8,51 \times 10^{-7}$	$2,5 \times 10^{-7}$	28,03
$3,14 \times 10^{-6}$	$3,9 \times 10^{-6}$	$-7,90 \times 10^{-7}$	$6,9 \times 10^{-7}$	22,03
$9,05 \times 10^{-6}$	$9,7 \times 10^{-6}$	$-6,83 \times 10^{-7}$	$1,9 \times 10^{-6}$	20,74
$2,88 \times 10^{-5}$	$2,9 \times 10^{-5}$	$-2,33 \times 10^{-7}$	$6,3 \times 10^{-6}$	22,03
$9,08 \times 10^{-5}$	$9,0 \times 10^{-5}$	$1,17 \times 10^{-6}$	$1,8 \times 10^{-5}$	20,32
$3,00 \times 10^{-4}$	$2,9 \times 10^{-4}$	$7,00 \times 10^{-6}$	$6,0 \times 10^{-5}$	19,90
$8,91 \times 10^{-4}$	$8,8 \times 10^{-4}$	$7,67 \times 10^{-6}$	$1,5 \times 10^{-4}$	17,17
$2,85 \times 10^{-3}$	$2,8 \times 10^{-3}$	$1,67 \times 10^{-6}$	$5,0 \times 10^{-4}$	17,58
$9,13 \times 10^{-3}$	$9,0 \times 10^{-3}$	$1,33 \times 10^{-6}$	$1,5 \times 10^{-3}$	15,99
$3,00 \times 10^{-2}$	$2,9 \times 10^{-2}$	$1,03 \times 10^{-6}$	$4,9 \times 10^{-3}$	16,44
$9,06 \times 10^{-2}$	$9,0 \times 10^{-2}$	$9,33 \times 10^{-6}$	$1,5 \times 10^{-2}$	16,13

La incertidumbre se ha calculado conforme al apartado 6 del procedimiento. La incertidumbre está dada para una cobertura del 95,45 % (nivel 2σ), en valor absoluto de presión (Pa) y en valor relativo en % de la presión de referencia.

- Cálculo de incertidumbres:

La tabla siguiente muestra los valores de cada contribución a la incertidumbre conforme a la tabla 1 del procedimiento. Se desarrolla para la calibración a la presión nominal de $9 \cdot 10^{-5}$ Pa. Para el resto de las presiones nominales se opera de igual manera. Contribuciones a la incertidumbre en la determinación de la presión durante la calibración para la presión nominal $P = 9 \times 10^{-5}$ Pa.

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$		c_i	$u_i(y)$
\bar{C}	$I_p - I_x = 8,0 \times 10^{-7}$ Pa	$u_A = s(I_p - I_x)/\sqrt{n} = 1,3 \times 10^{-6}$ Pa	Normal	1	$1,3 \times 10^{-6}$ Pa
δ_{cal}	0	$u(\delta_{cal}) = U_{cal}/k_{cal} = 7,9 \times 10^{-6}$ Pa	Normal	1	$7,9 \times 10^{-6}$ Pa
$\delta_{int p}$	0	$u(\delta_{int p}) = \delta_{int} _{max}/\sqrt{3} = 0$	Rectangular	1	0
δ_{der}	0	$u(\delta_{der}) = \delta_{der} _{max}/\sqrt{3} = 2,6 \times 10^{-6}$ Pa	Rectangular	1	$2,6 \times 10^{-6}$ Pa
$\delta_{res p}$	0	$u(\delta_{res p}) = \delta_{res p} _{max}/\sqrt{3} = 5,8 \times 10^{-8}$ Pa	Rectangular	1	$5,8 \times 10^{-8}$ Pa
$\delta_{T p}$	0	$u(\delta_{T p}) = F_{T p} \cdot \delta T \cdot I_p/(100\sqrt{3}) = 2,6 \times 10^{-6}$ Pa	Rectangular	1	$2,6 \times 10^{-6}$ Pa
$\delta_{grad p}$	0	$u(\delta_{grad p}) = \delta_{grad p} _{max}/\sqrt{3} = 5,8 \times 10^{-8}$ Pa	Rectangular	1	$5,8 \times 10^{-8}$ Pa
$\delta_{est p}$	0	$u(\delta_{est p}) = \delta_{est p} _{max}/\sqrt{3} = 5,2 \times 10^{-8}$ Pa	Rectangular	1	$5,2 \times 10^{-8}$ Pa
δ_0	0	$u(\delta_0) = P_{base}/\sqrt{3} = 3,1 \times 10^{-9}$ Pa	Rectangular	1	$3,1 \times 10^{-9}$ Pa
$\delta_{res x}$	0	$u(\delta_{res x}) = \delta_{res x} _{max}/\sqrt{3} = 5,8 \times 10^{-7}$ Pa	Rectangular	-1	$5,8 \times 10^{-7}$ Pa
$\delta_{T x}$	0	$u(\delta_{T x}) = F_{T x} \cdot \delta T \cdot I_x/(100\sqrt{3}) = 2,6 \times 10^{-6}$ Pa	Rectangular	-1	$2,6 \times 10^{-6}$ Pa
δ_{ctubo}	0	$u(\delta_{ctubo}) = 0,01 \cdot I_x/(\sqrt{12}) = 2,6 \times 10^{-7}$ Pa	Rectangular	-1	$2,6 \times 10^{-7}$ Pa
Incertidumbre típica combinada ($u(C)$)			$9,2 \times 10^{-6}$ Pa		
Incertidumbre expandida (U) ($k = 2$)			$U = k \cdot u(C) = 1,8 \times 10^{-5}$ Pa		

La incertidumbre expandida se ha calculado conforme al número efectivo de grados de libertad:

$$v_{ef} = \frac{(9,2 \times 10^{-6})^4}{(1,3 \times 10^{-6})^4/2 + (7,9 \times 10^{-6})^4/100} = 177$$

y de acuerdo a la tabla para k del apartado 6, $k = 2,00$.

Metrología

NIPO: 113-20-002-9