



Universidad de Valladolid

ESCUELA DE INGENIERÍAS INDUSTRIALES

**DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA ENERGÉTICA Y
FLUIDOMECÁNICA**

TESIS DOCTORAL:

**Desarrollo de un nuevo patrón nacional de presión.
Desde la columna de mercurio a
patrones primarios de vacío.**

**Presentada por Salustiano Ruiz González para optar
al grado de
doctor por la Universidad de Valladolid**

**Dirigida por:
José Juan Segovia Puras**

“A mis padres, esposa e hijos”

AGRADECIMIENTOS

Son muchas las personas y varias las instituciones sin cuya colaboración y apoyo no podrían haberse llevado a buen término los trabajos que han constituido la base de esta tesis.

En primer lugar deseo agradecer a Fernando Ferrer como Director y a José Ángel Robles como Director de División de Metrología Científica y Relaciones Institucionales del Centro Español de Metrología por haberme permitido utilizar las instalaciones y equipamientos del Centro Español de Metrología con los que se realizaron estos trabajos.

Con la misma intensidad deseo dar las gracias a mi director de Tesis, José Juan Segovia Puras y al Departamento de Ingeniería Energética y Fluidomecánica de la Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial por allanarme el camino, por todos los consejos y por el apoyo incondicional que me han prestado.

Quiero mencionar a varios compañeros y excompañeros del Centro Español de Metrología: a Dolores del Campo sin quien el mercurio no sería tan puro; a Severiano Palomino que me inicio en la metrología de la presión; a Carmen Matilla por sus incansable empeño en obtener patrones primarios; a Nieves Medina como jefa de área de masa; a todos los que han pasado por el laboratorio por su aportación a la presión (Alfonso Lobo, Ulises Martínez, Alejandro Moyano, Teresa Fernández, Noe Cereceda, Raúl Arias, Nieves Medina, David Herranz, Andrés Pérez y Dolores de la Piedra) y a otras personas de otras áreas como son M^a José Hita, M^a José Martín, Mar Pérez y Javier Bisbal.

Apoyos importantes fueron el personal de Tekniker que fabricaron la columna de Hg.

También agradecer a Patxi Eransus la confianza que me dio en mis cálculos de Monte Carlo y a Pedro Hernández que fue mi compañero de viajes.

Para finalizar, quiero agradecer a mi familia y amigos, especialmente a mis padres, Salustiano y María de los Ángeles, sus desvelos y la educación de ellos recibida sin la que ni una sola de estas páginas podría haber sido escrita y a mi mujer María del Mar y a mis hijos César y María por las horas que les he robado durante estos años de estudio.

“Si no está en nuestro poder el discernir las mejores opiniones, debemos seguir las más probables”

René Descartes

INDICE

1. INTRODUCCIÓN.....	3
1.1. Introducción.	3
1.1.1. Presión.....	3
1.1.2. Unidad de presión.	4
1.1.3. Regiones de medida de la presión.	5
1.2. Estado del arte.....	6
1.3. Justificación de la necesidad.	12
1.4. Objetivos.....	15
1.5. Estructura de la memoria.	16
1.6. Símbolos	17
1.7. Referencias	17
2. LA DISEMINACIÓN DE LA MAGNITUD PRESIÓN.....	21
2.1. La historia de la ciencia ligada a la presión.	21
2.2. Materialización.	33
2.2.1. Columnas de líquido.	34
2.2.1.1. Barómetros de mercurio primarios.....	35
2.2.1.2. Barómetros de mercurio tipo Fortín y tipo Kew.	36
2.2.2. Balanzas de presión.....	36
2.2.3. Manómetros, vacuómetros y manovacúómetros.....	37

2.2.4. Manómetros de conductividad térmica (Pirani y Termopares).	39
2.2.4.1. Medidor tipo Pirani.	40
2.2.4.2. Medidor tipo Termopar.....	40
2.2.5. Medidores capacitivos.....	41
2.2.6. Medidores de rotor giratorio.	42
2.2.7. Medidores de Ionización.	44
2.2.8. Sistema de expansión estático.	44
2.2.9. Sistema de expansión dinámico.	45
2.3. La diseminación de la magnitud Presión.....	47
2.3.1. Rango de vacío.....	47
2.3.1.1. Sistema de expansión estático (SEE).	48
2.3.1.2. Sistema de expansión dinámica (SED).....	49
2.3.2. Bajas presiones.	50
2.3.3. Medias y altas presiones.	51
2.3.4. Ultra altas presiones.....	52
2.4. Símbolos.	52
2.5. Referencias	55
3. LA COLUMNA DE Hg.....	59
3.1. Generalidades.....	59
3.2. Descripción.	61

3.2.1. Estructura.	63
3.2.2. Temperatura.....	66
3.2.3. Densidad del mercurio.	68
3.2.4. Aceleración de la gravedad.	72
3.2.5. Altura.	74
3.3. Modo de operación.	86
3.3.1. Estudio para la determinación de la presión en modo absoluto.	89
3.3.2. Cálculo de la presión.....	92
3.4. Incertidumbres.	93
3.4.1. Propagación.....	95
3.4.1.1. Coeficientes de sensibilidad.	99
3.4.1.2. Magnitudes de entrada.	101
3.4.1.2.1. Densidad del mercurio.	101
3.4.1.2.2. Valor de la aceleración de la gravedad local.	103
3.4.1.2.3. Densidad del aire.....	103
3.4.1.2.4. Diferencia de altura columnas de referencia y medida.	103
3.4.1.2.5. Medida de la diferencia de altura.	103
3.4.1.2.6. Variación de la profundidad de inmersión.....	110
3.4.1.2.7. Resolución.	111
3.4.1.2.8. Repetibilidad.....	111

3.4.1.2.9. Presión columna de referencia.	111
3.4.1.2.10. Corrección por nivel de referencia, columna de referencia.	112
3.4.1.2.11. Corrección por nivel de referencia, columna de medida.....	112
3.4.1.3. Resultados.	112
3.4.1.3.1. Corrección índice de refracción.....	113
3.4.1.3.2. Medida de la altura de las columnas de referencia y medida.	115
3.4.1.3.3. Presión relativa.....	117
3.4.1.3.4. Presión absoluta.	123
3.4.1.3.5. Presión diferencial.....	129
3.4.1.3.6. Resumen.	135
3.4.2. Monte Carlo.....	136
3.5. Conclusiones.....	138
3.6. Símbolos.	139
3.7. Referencias.	142
4. DISEMINACIÓN DE LA UNIDAD DESDE LA COLUMNA DE Hg A LAS BALANZAS DE PRESIÓN	147
4.1. Balanzas de presión.	147
4.1.1. La balanza de pesos muertos.	151
4.1.1.1. Incertidumbres.	153
4.1.2. La balanza dinamométrica de presión.	163

4.1.2.1. Incertidumbres.....	166
4.2. Método de calibración.....	174
4.2.1. Métodos de calibración en presión. Generalidades.....	175
4.2.1.1. Métodos de calibración en presión. Balanzas de pesos muertos.....	177
4.2.1.2. Métodos de calibración en presión. Balanza dinamométrica de presión.....	184
4.2.2. Método dimensional.	188
4.2.3. Determinación del coeficiente de deformación con la presión.....	191
4.3. Resultados.	194
4.3.1. De la columna de mercurio a las balanzas de presión.	194
4.3.1.1. Balanzas de pesos muertos	195
4.3.1.2. Balanza dinamométrica de presión (FPG8601)	198
4.3.1.3. Resultados dimensionales	202
4.3.1.4. Resultados coeficiente de deformación con la presión (teórico)	206
4.4. Comparación de los valores obtenidos con los valores históricos.....	207
4.5. Conclusiones.....	214
4.6. Símbolos.	215
4.7. Referencias.	220
5. DISEMINACIÓN DE LA UNIDAD DESDE LAS BALANZAS DE PRESIÓN AL SISTEMA DE EXPANSIÓN ESTÁTICA (SEE)	227
5.1. Generalidades.....	227

5.2. El sistema de expansión estática del CEM.....	232
5.2.1. Descripción.	232
5.3. Método de calibración.....	237
5.3.1. Nueva variedad del método de caracterización de SEE.	240
5.3.2. Determinación de la razón de expansión “ f ” mediante el método de expansión única.	241
5.3.2.1. Incertidumbres.	242
5.3.3. Determinación de la razón de expansión “ f ” mediante el método de acumulación de gas.....	248
5.3.3.1. Incertidumbres.	250
5.4. El SEE como sistema de generación y patrón.....	260
5.4.1. Incertidumbre de uso de SEE.	261
5.4.1.1. Coeficientes de sensibilidad.	263
5.4.1.2. Magnitudes de entrada.	264
5.5. Resultados.	264
5.5.1. Calibración del SEE mediante el método de expansión única.	265
5.5.1.1. Incertidumbres.	266
5.5.1.1.1. Propagación.....	266
5.5.1.1.2. Monte Carlo.....	268
5.5.2. Calibración del SEE mediante el método de acumulación de gas.....	269
5.5.2.1. Incertidumbres.	269

5.5.2.1.1. Método de ($f_i \neq f$).....	269
5.5.2.1.2. Método de ($f_i = f$).....	272
5.5.2.1.3. Monte Carlo.....	274
5.5.2.1.4. Evaluación de incertidumbres.....	275
5.6. Validación.....	275
5.6.1. Validación del método.....	276
5.6.2. Validación de resultados.....	278
5.6.3. Capacidad de medida y calibración.....	279
5.7. Conclusiones.....	284
5.8. Símbolos.....	285
5.9. Referencias.....	288
6. CONCLUSIONES Y DESARROLLOS FUTUROS.....	293
6.1. Conclusiones.....	293
6.2. Desarrollos futuros.....	295
7. ANEXO.....	299
7.1. Figuras.....	299
7.2. Gráficas.....	304
7.3. Tablas.....	306

INTRODUCCIÓN

1. INTRODUCCIÓN

1.1. Introducción.

La medida de la presión juega un importante papel en la vida, especialmente en el mundo industrial. Desde la Revolución Industrial con la aparición de las maquinas de vapor se necesitó medir presión. En la actualidad podemos encontrar procesos en los que es necesario realizar medidas de presión en la mayoría de los diferentes tipos de industrias como: nuclear, energía, gas, química, biológica, farmacéutica, aeroespacial, defensa, etc.

1.1.1. Presión.

Existen diferentes definiciones de la presión pero es sin lugar a dudas la definición mecánica, la que nos facilita la idea más sencilla de qué es la presión.

La definición mecánica de la presión es la fuerza ejercida por unidad de superficie.

$$p = \frac{F}{A} \quad (1,1)$$

Otras definiciones pueden ser la termodinámica donde la presión es trabajo por unidad de volumen.

$$p = \frac{d'W}{dV} \quad (1,2)$$

O la de la teoría cinética molecular en la que la presión se define como el cociente entre la energía cinética y la unidad de volumen.

$$p = \frac{2k_B E_c}{3V} \quad (1,3)$$

Por ultimo la definición hidrostática donde la variación de presión entre dos puntos es directamente proporcional a la diferencia de altura, la gravedad local y la densidad del líquido.

$$\Delta p = \Delta h \rho g \quad (1,4)$$

1.1.2. Unidad de presión.

Según el Real Decreto 1317/1989, de 27 de Octubre, por el que se establecen las Unidades Legales de Medida, la unidad de presión y de tensión es el pascal (Pa).

Un pascal es la presión uniforme que, actuando sobre una superficie plana de 1 metro cuadrado, ejerce perpendicularmente a esta superficie una fuerza total de 1 newton. Este nombre especial fue adoptado por la 14ª Conferencia General de Pesas y Medidas (CGPM) en 1971 para la unidad del SI newton por metro cuadrado.

Es también la tensión uniforme que, actuando sobre una superficie de 1 metro cuadrado, ejerce sobre esta superficie una fuerza total de 1 newton.

$$1 \text{ Pa} = \frac{1 \text{ N}}{1 \text{ m}^2} = \frac{1 \text{ kg } 1 \text{ m/s}^2}{1 \text{ m}^2} = \frac{1 \text{ kg}}{1 \text{ m } 1 \text{ s}^2} \quad (1,5)$$

Los múltiplos aceptados, más comúnmente usados, y su relación con el pascal son:

$$1 \text{ Pa} = 10^{-2} \text{ hPa} = 10^{-3} \text{ kPa} = 10^{-6} \text{ MPa}$$

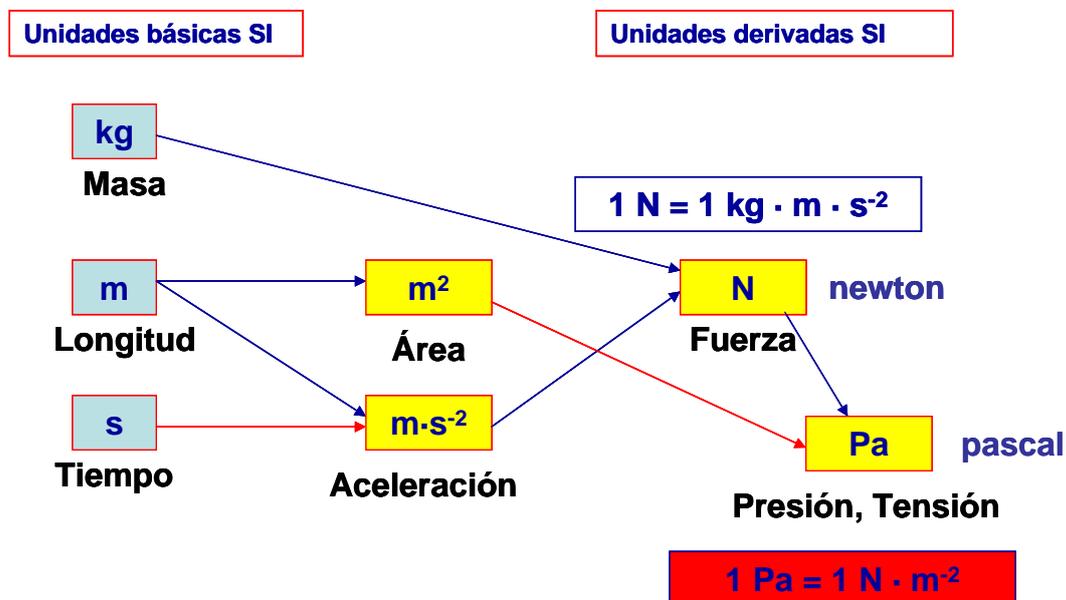


Figura (1, 1). La unidad de presión: pascal.

Se considera el bar como un múltiplo autorizado especial del Sistema Internacional, con

nombre especial, (1 bar = 10^5 Pa).

También se autoriza el uso del milímetro de mercurio (mm Hg) para la medida de la presión sanguínea y de otros fluidos corporales, (1 mm Hg = 133,322 Pa).

Además de las unidades legales de medida establecidas por Real Decreto, existen otras unidades, que aunque deben desaparecer, todavía están presentes en muchos equipos instalados en la industria, estas unidades y su relación con la unidad del SI es la siguiente:

$$\text{kgf/cm}^2: 1 \text{ kgf/cm}^2 = 98\,066,5 \text{ Pa}$$

$$1 \text{ atm}: 1 \text{ atm} = 101\,325 \text{ Pa}$$

$$\text{m H}_2\text{O (a } 4 \text{ }^\circ\text{C)}: 1 \text{ m H}_2\text{O (a } 4 \text{ }^\circ\text{C)} = 9\,806,65 \text{ Pa}$$

$$1 \text{ Torr} = 133,322 \text{ Pa}$$

$$1 \text{ psi}: 1 \text{ psi} = 6\,894,757 \text{ Pa}$$

1.1.3. Regiones de medida de la presión.

La presión se mide usando varios puntos de referencia como valor de cero por lo que da lugar a diferentes tipos de presión en función del origen tomado: (Figura (1,2)).

- Presión absoluta cuando se toma como presión cero la ausencia total de moléculas, es una referencia fija e inequívoca.
- Presión relativa cuando se toma como cero de referencia la presión atmosférica.
- Presión diferencial cuando se toma como cero de referencia otro distinto a los anteriores.

Dentro de la presión absoluta se pueden destacar dos regiones: la región de vacío comprendida entre el cero absoluto y la presión atmosférica y la región barométrica que es la banda de presión en la que oscila el valor de la presión atmosférica.

La presión atmosférica se define como la presión ejercida por la capa de aire que rodea la tierra bajo la acción de la gravedad. Varía en función de la altitud, latitud y condiciones meteorológicas. Se encuentra dentro de la medida de las presiones absolutas.

Las presiones relativas pueden ser positivas o negativas. A la presión relativa positiva se le conoce normalmente por presión manométrica, a la presión relativa negativa se le conoce como presión vacuométrica o depresión. La presión absoluta es igual a la presión relativa más la presión atmosférica.

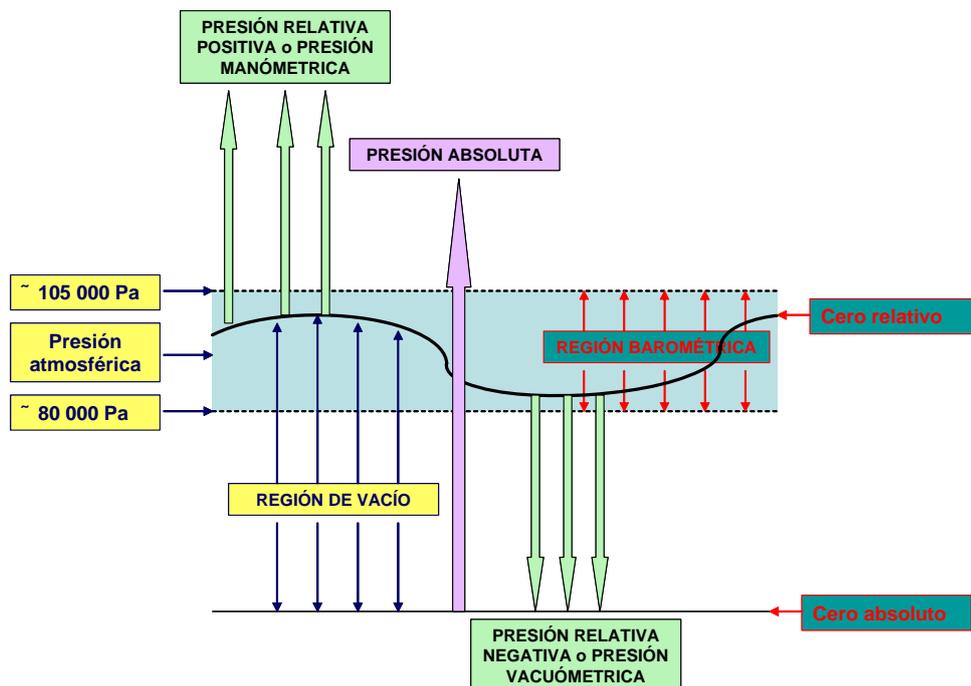


Figura (1, 2). Regiones y modos de medida de la presión.

1.2. Estado del arte.

Durante las dos últimas décadas el Centro Español de Metrología (CEM) ha estado desarrollado su laboratorio de presión, con el fin de asegurar la medida de la presión de los laboratorios e industrias nacionales.

Los inicios del laboratorio datan de 1989. Tras un estudio inicial, se estableció un plan de trabajo que permitiría al laboratorio cubrir en unos pocos años la mayor parte del intervalo de

medida de presión. Para ello, se irían cubriendo los diferentes modos de medida de la presión según las necesidades de los laboratorios e industrias españolas:

- Presiones relativas.
- Presiones absolutas.
- Medida en la región de vacío.

Desde 1989 a 1995 el laboratorio se dedicó al estudio de las diferentes técnicas de calibración para la medida de presión relativa, utilizando como fluido de transmisión un gas o un líquido. Durante este periodo se adquirieron siete balanzas de pesos muertos, veinticinco conjuntos pistón cilindro, un multiplicador de presión, así como diversos juegos de masas y medios auxiliares para la medida de las condiciones ambientales, entre otros.

Todos estos equipos permitieron cubrir un amplio rango en la medida de presión, con incertidumbres de medidas bajas. Utilizando como fluido transmisor un gas se cubría el rango de presión desde 3×10^4 Pa a 5×10^7 Pa y utilizando un líquido se cubrían presiones desde 4×10^5 Pa a 1×10^9 Pa.

Desde 1995 a 1997, los esfuerzos se centraron principalmente en la medida de las presiones absolutas, utilizando como fluido de transmisión un gas. Se estudiaron las distintas técnicas de trabajo y los distintos patrones existentes. Durante este periodo se adquirieron dos balanzas de pesos muertos, cuatro conjuntos pistón cilindro y diferentes patrones de menor nivel. Así el laboratorio podía medir presiones absolutas desde $3,5 \times 10^3$ Pa a 7×10^6 Pa. Además, el intervalo de medida de presiones relativas en medio gas se vio ampliado desde $3,5 \times 10^3$ Pa a 3×10^4 Pa, al funcionar estas balanzas tanto en modo relativo como absoluto.

Desde 1997 a 2000 el laboratorio se dedicó al estudio de los diferentes patrones y las diferentes técnicas de calibración para la medida dentro de la región de vacío, y más concretamente en vacío medio y alto vacío.

Durante este periodo se decidió diseñar y fabricar un sistema de orificio conocido y flujo controlado, conocido como Sistema de Expansión Dinámica (SED), así mismo se adquirieron

diversos tipos de medidores: capacitivos (CDG), de rotor giratorio (SRG) y de ionización (IG). De esta manera se extendía el intervalo de medida desde 1×10^{-4} Pa a $3,5 \times 10^3$ Pa.

Se adquirió también una balanza de pesos muertos que permitía extender el intervalo de medida de presiones relativas en medio gas desde 20 Pa a $3,5 \times 10^3$ Pa.

Con esta estructura y gracias a los buenos resultados en las comparaciones interlaboratorios¹ a nivel internacional:

- Se definieron los patrones nacionales de presión publicados en la Orden Ministerial de 28 de diciembre de 1999, [1, 1].
- Se solicitaron las primeras capacidades de medida y calibración (CMC's)², (presentadas en la Tabla (1, 1)), que fueron aprobadas en el año 2000. Dichas CMC's, aun siendo buenas, estaban un poco por debajo de las de los principales laboratorios nacionales de presión.

Tabla (1, 1). Capacidades de Medida y calibración del CEM en el año 2000.

Servicio de medida o calibración		Intervalo de medida				Incertidumbre expandida ($k = 2$)	
Equipo	Método	Valor mínimo	Valor máximo	Unidad	Modo	Valor	Unidad
Medidor de vacío	Comparación directa	1×10^{-4}	5×10^{-2}	Pa	absoluto	$9,5 \times 10^{-3}p + 2 \times 10^{-6}$	Pa
Medidor de vacío	Comparación directa	5×10^{-2}	$5,33 \times 10^{-1}$	Pa	absoluto	$9,4 \times 10^{-3}p + 1.4 \times 10^{-5}$	Pa
Medidor de vacío	Comparación directa	$5,33 \times 10^{-1}$	$2,27 \times 10^1$	Pa	absoluto	$6 \times 10^{-3}p + 4,4 \times 10^{-4}$	Pa
Medidor de vacío	Comparación directa	$2,27 \times 10^1$	1×10^3	Pa	absoluto	$3,8 \times 10^{-3}p + 6,8 \times 10^{-3}$	Pa
Medidor de vacío	Comparación directa	1×10^3	$3,5 \times 10^3$	Pa	absoluto	5	Pa
Balanza de presión	Gas, Flotación directa	$3,5 \times 10^3$	$1,7 \times 10^5$	Pa	absoluto	$3 \times 10^{-5}p$	Pa
Balanza de presión	Gas, Flotación directa	$1,7 \times 10^5$	7×10^5	Pa	absoluto	$2,2 \times 10^{-5}p$	Pa

¹ Los informes de resultados de las comparaciones están disponibles a través de la página web del BIPM: http://kcdb.bipm.org/appendixB/KCDB_ApB_search.asp

² Las capacidades de medida y calibración (CMC's) de los institutos de medida y calibración está disponibles a través de la base de datos del BIPM, que es publica a través de su página web: <http://kcdb.bipm.org/appendixC/>

Servicio de medida o calibración		Intervalo de medida				Incertidumbre expandida ($k = 2$)	
Equipo	Método	Valor mínimo	Valor máximo	Unidad	Modo	Valor	Unidad
Balanza de presión	Gas, Flotación directa	7×10^5	7×10^6	Pa	absoluto	$2,7 \times 10^{-5}p$	Pa
Balanza de presión	Gas, Flotación directa	2×10^1	$3,5 \times 10^3$	Pa	relativo	$2 \times 10^{-4}p$	Pa
Balanza de presión	Gas, Flotación directa	$3,5 \times 10^3$	5×10^4	Pa	relativo	$3 \times 10^{-5}p$	Pa
Balanza de presión	Gas, Flotación directa	5×10^4	1×10^6	Pa	relativo	$1,2 \times 10^{-5}p$	Pa
Balanza de presión	Gas, Flotación directa	1×10^6	2×10^6	Pa	relativo	$9 \times 10^{-6}p$	Pa
Balanza de presión	Gas, Flotación directa	2×10^6	2×10^7	Pa	relativo	$2 \times 10^{-5}p$	Pa
Balanza de presión	Gas, Flotación directa	2×10^7	4×10^7	Pa	relativo	$3 \times 10^{-5}p$	Pa
Balanza de presión	Aceite, Flotación directa	2×10^6	5×10^6	Pa	relativo	$2 \times 10^{-5}p$	Pa
Balanza de presión	Aceite, Flotación directa	5×10^6	5×10^7	Pa	relativo	$1,2 \times 10^{-5}p$	Pa
Balanza de presión	Aceite, Flotación directa	5×10^7	1×10^8	Pa	relativo	$1,3 \times 10^{-5}p$	Pa
Balanza de presión	Aceite, Flotación directa	1×10^8	2×10^8	Pa	relativo	$3 \times 10^{-5}p$	Pa
Balanza de presión	Aceite, Flotación directa	2×10^8	5×10^8	Pa	relativo	$6,2 \times 10^{-5}p$	Pa
Multiplicador de presión	Aceite, Flotación directa	5×10^8	1×10^9	Pa	relativo	$9,7 \times 10^{-5}p$	Pa

A nivel nacional se realizaron varias comparaciones nacionales con el propósito de asegurar la calidad de las calibraciones de presión en nuestro país. Ver Tabla (1, 2).

Tabla (1, 2). Comparaciones nacionales de presión hasta el año 2000.

Año	Presión relativa neumática	Presión relativa hidráulica	Presión absoluta	Presión diferencial neumática	Vacío
1996	PNCI96-2,5-5B (0,2 a 2) MPa Manómetro 13 participantes	PNCI96-2,5-5A (10 a 70) MPa Manómetro 12 participantes			
1997			PNCI97-2,5-5 (20 a 200) kPa Manómetro 10 participantes		
1999				CEM-99-2,5-5A (200 a 2000) kPa, P _L = vacío, atmosférica y 5 kPa Transmisor 11 participantes	
2000					CEM-00-2,5 (0,1 a 1000) Pa Pirani 9 Participantes

Comparaciones que han seguido creciendo en número según demuestra la Tabla (1, 3).³

Tabla (1, 3). Comparaciones nacionales de presión periodo 2003 a 2009.

Año	Presión relativa neumática	Presión relativa hidráulica	Presión absoluta	Presión diferencial neumática	Vacío
2003	CEM-03-2,5B (-0,09 a 6,9) MPa Manómetro 26 participantes	CEM-03-2,5A (5 a 120) MPa Manómetro 26 participantes			
2004			CEM-04-2,5 (100 a 2600) hPa Manómetro 20 participantes		
2005		CEM-05-2,5A (5 a 280) MPa Manómetro 20 participantes			CEM-05-2,5B (0,1 a 1000) Pa CDG 5 participantes

³ Un análisis de dichas comparaciones fue presentado en el 4º Congreso Español de Metrología,[1, 2].

Año	Presión relativa neumática	Presión relativa hidráulica	Presión absoluta	Presión diferencial neumática	Vacío
2006	CEM-06-2,5B (50 a 1000) Pa Manómetro 10 participantes			CEM-06-2,5A (200 a 2000) kPa, PL= atmosférica, 5 kPa y 10 kPa Transmisor 16 participantes	
2007	CEM-07-2,5B (-0,09 a 6,9) MPa Manómetro 24 participantes	CEM-07-2,5A (1 a 76) MPa. Manómetros 24 participantes CEM-07-2,5C (-20 a 140) MPa. Balanza de presión 4 participantes			
2008	CEM-08-2,5A (0,6 a 7) MPa. Balanza de presión 4 participantes CEM-08-2,5B (0,2 a 4) MPa. Manómetros 17 participantes CEM-08-2,5D (5 a 35) MPa. Transductor 15 participantes		CEM-08-2,5C (100 a 2600) hPa Manómetro 20 participantes		
2009		CEM-09-2,5A (20 a 270) MPa Manómetro 6 participantes			CEM-09-2,5B (0,1 a 1000) Pa CDG 6 participantes

Pero el CEM no tenía trazabilidad directa a patrones nacionales propios, ya que la base de su cadena de trazabilidad estaba cimentada en otros institutos nacionales de metrología (NMI's), e incluso en algún rango no tenía patrones primarios, como es el caso de vacío medio y grueso donde solo se disponía de patrones secundarios del tipo CDG.

La Figura (1, 3) representa el primer esquema de trazabilidad del CEM, donde se aprecia claramente la trazabilidad a otros institutos nacionales y la falta de patrones primarios en algunos rangos.

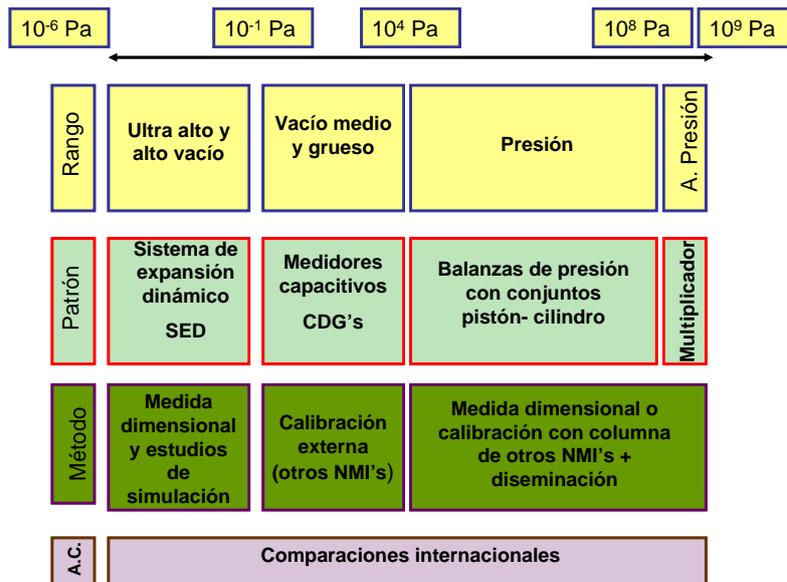


Figura (1, 3). Primer esquema de diseminación de la unidad de presión en el CEM.

1.3. Justificación de la necesidad.

Por lo expuesto en 1.2, se decidió avanzar hacia un nuevo esquema de trazabilidad, ver Figura (1, 4), que dotará al laboratorio de presión del CEM de trazabilidad propia⁴. Para ello era necesario desarrollar los patrones primarios que se exponen en esta tesis.

Por ese motivo en el año 2000 se empezó a desarrollar una columna de mercurio que permitiera dar trazabilidad a la magnitud presión directamente desde los laboratorios nacionales de masa y longitud del Centro Español de Metrología. Dicha columna estuvo en funcionamiento a principios de 2010.

Por otro lado en el año 2005 se comenzó el proyecto de diseño y construcción de un sistema de expansión estático desde 10⁻⁴ Pa a 1000 Pa (SEE). Este sistema estuvo operativo en 2009.

Ambos desarrollos contaron con el apoyo institucional de las entidades encargadas de gestionar la investigación en España, a través de los proyectos:

- Plan Nacional de I+D+I (2000-2003). “Desarrollo del patrón primario de presión como futuro patrón nacional”.

⁴ El nuevo esquema de trazabilidad del laboratorio de presión fue presentado en el 4º Congreso Español de metrología, [1, 3].

- FIT-020100-2002-48. *“Patrón de presión absoluta: manobarómetro de mercurio de altura por interferometría láser”*.
- DPI2005-09281-C02-00/01 *“Diseño y desarrollo de un sistema de expansión estático como patrón nacional en la región de vacío de 10^{-4} Pa a 1 000 Pa”*.

Lo cual avala la importancia de los mismos.

La columna de mercurio y el sistema de expansión estático son desarrollados respectivamente en los capítulos 3 y 5, respectivamente, de esta tesis.

En esta tesis se presenta el desarrollo de un nuevo patrón nacional de presión sobre la base de nuevos patrones primarios y un nuevo esquema de trazabilidad. Desde el viejo esquema, Figura (1, 3), con trazabilidad externa en su origen a laboratorios nacionales de otros países, al nuevo, con trazabilidad directa principalmente a los laboratorios de masa y longitud, ha habido un largo camino de desarrollo, que ha finalizado con la puesta en marcha de un Manobarómetro de Mercurio por interferometría láser y un Sistema de Expansión Estático.

Además el laboratorio de longitud también ha mejorado sus capacidades en la medida dimensional de diámetros lo cual supone una doble vía de calibración de los conjuntos pistones cilindro base de la diseminación de la unidad. En resumen, la incorporación de los nuevos patrones permite definir un nuevo esquema de trazabilidad en el laboratorio de presión, Figura (1, 4), dotándole de independencia a nivel internacional. Este nuevo esquema permitirá una nueva definición del Patrón Nacional de Presión.

Por último, el hecho, de que uno de los objetivos del mapa de ruta de presión de EURAMET, Figura (1, 5), sea el desarrollo de las medidas de ultra alto vacío, avala la necesidad de desarrollar un sistema de trazabilidad directa desde las magnitudes fundamentales a los patrones primarios de vacío.

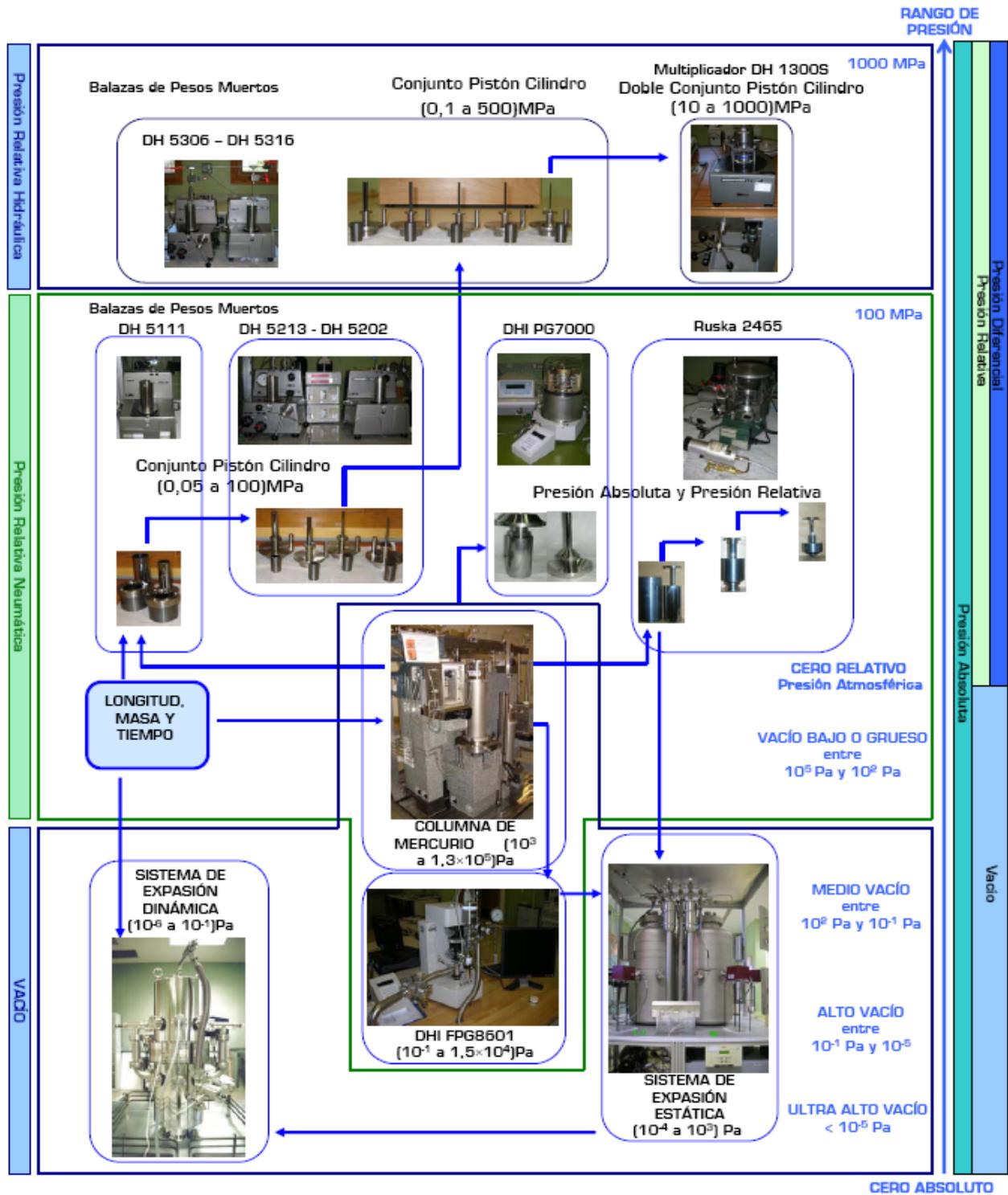


Figura (1, 4). Nuevo esquema de diseminación de la unidad de presión.

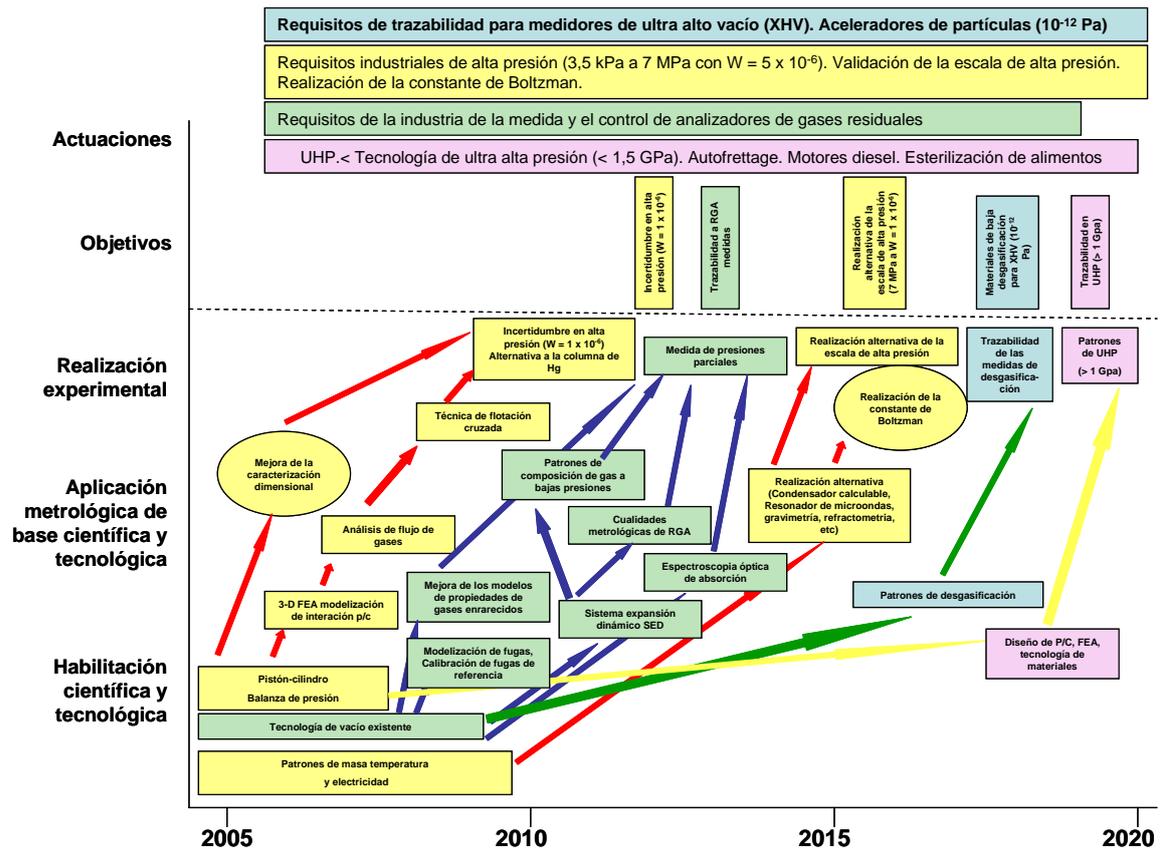


Figura (1, 5). Mapa de ruta de EURAMET para la magnitud presión.

1.4. Objetivos.

A modo de resumen los objetivos de esta tesis doctoral son:

- Diseñar, construir y poner en funcionamiento el patrón primario “Manobarómetro de Mercurio por interferometría láser”, en adelante Columna de Hg.
- Diseñar, construir y poner en funcionamiento el patrón primario “Sistema de expansión estático” (SEE).
- Diseminar la magnitud de presión desde la Columna de Hg, a los patrones de vacío, utilizando nuevas técnicas, como es el uso de balanzas de presión, en lugar de técnicas gravimétricas o patrones secundarios.

- Determinar las incertidumbres de medida utilizando, no solo el método de propagación de incertidumbres definido en la GUM [1, 4], sino también el método de Monte Carlo definido en su suplemento 1, [1, 5].

1.5. Estructura de la memoria.

Este documento se ha estructurado en siete capítulos:

El Capítulo 1 hace una introducción de la magnitud presión explicando el estado actual del arte y los objetivos específicos de esta tesis doctoral.

El Capítulo 2 detalla la historia de la ciencia ligada a la magnitud presión, los diferentes instrumentos de medida de presión y las formas más comunes de diseminar la unidad.

El Capítulo 3 desarrolla la columna de mercurio desde su diseño y construcción a su puesta en funcionamiento, pasando por la estimación de incertidumbres tanto por el método de propagación como por el de Monte Carlo.

El Capítulo 4 trata sobre la diseminación de la unidad de presión desde la Columna de mercurio a las balanzas de presión. Además, en este capítulo se comparan los valores obtenidos en la calibración de los conjuntos pistón – cilindro de las balanzas de presión con los valores históricos.

El Capítulo 5, por un lado desarrolla el Sistema de expansión estática y por otro la diseminación de la unidad desde las Balanzas de presión al propio sistema. Además incluye la validación de los resultados.

En el Capítulo 6 se encuentran las conclusiones y algunas ideas sobre vías de posibles desarrollos futuros.

Por último el Capítulo 7 es un Anexo que incluye listados de Figuras, Gráficas y Tablas.

Los Capítulos del 1 al 6 incluyen apartados con símbolos y referencias.

1.6. Símbolos

A	Área.
E_c	Energía cinética.
F	Fuerza.
g	Aceleración de la gravedad.
h	Altura.
k_B	Constante de Boltzmann.
p	Presión.
V	Volumen.
W	Trabajo.
ρ	Densidad.

1.7. Referencias

[1, 1] Orden de 28 de diciembre de 1999 por la que se declaran los patrones nacionales de las unidades derivadas de ángulo plano, densidad de sólidos, fuerza, presión y volumen (BOE núm. 10, de 13 de enero de 2000)

[1, 2] Piedra D., Medina N., Ruiz S., “Comparaciones nacionales de presión. Un modelo a seguir”, 4º Congreso español de metrología, 2009.

[1, 3] F.A. Pérez, N. Medina, S. Ruiz, “Nuevo esquema de trazabilidad del laboratorio de presión del CEM”, 4º Congreso español de metrología, 2009.

[1, 4] Guía para la expresión de la incertidumbre de medida, versión española, 3ª Ed., 2008, publicada por el CEM.

[1, 5] Evaluation of measurement data – Supplement 1 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement”- Propagation of distributions using a Monte Carlo method, OIML G 1-101 (2007).

LA DISEMINACIÓN DE LA MAGNITUD PRESIÓN

2. LA DISEMINACIÓN DE LA MAGNITUD PRESIÓN

2.1. La historia de la ciencia ligada a la presión.

Los primeros registros relacionados con la presión y el vacío datan del filósofo griego Democritus (460 a.c. a 375 a.c.) que asumió que el mundo podía estar compuesto de pequeñas partículas indivisibles a las que llamó átomos (del griego, indivisibles). Entre los átomos Democritus presuponía un espacio vacío (una clase de microvacío) a través del cual los átomos se movían de acuerdo a las leyes generales de la mecánica. Variaciones en la forma, orientación y orden de los átomos podrían causar variaciones de los objetos macroscópicos. Reconocer que este filósofo, Democritus, junto con su profesor Leucippus (Figura (2, 1)) pueden ser considerados como los inventores del concepto de vacío. Para ellos el espacio vacío fue la precondition para la variedad de nuestro mundo, ya que esto permitía que los átomos se movieran y ordenaran libremente. Nuestro punto de vista de la física se corresponde con una idea muy cercana a la de Democritus. Sin embargo su filosofía no dominó el camino del pensamiento hasta el siglo XVI [2, 1], [2, 2].

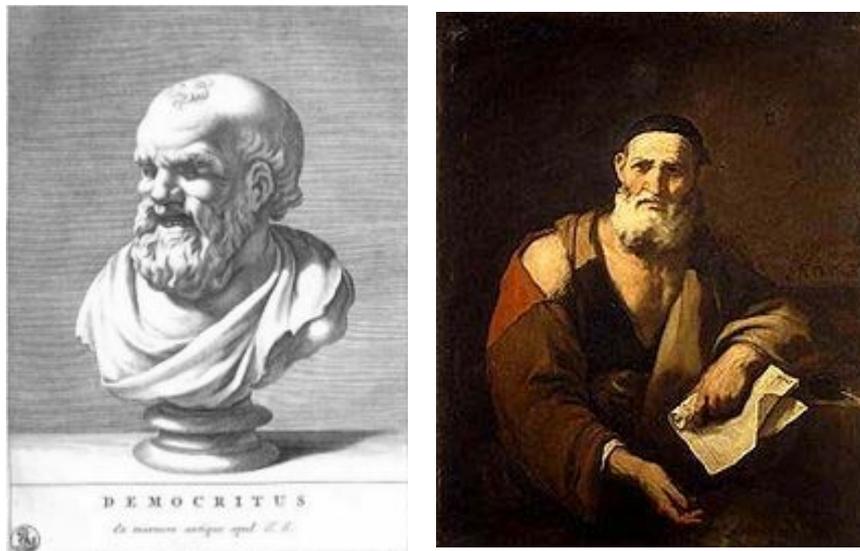


Figura (2, 1). Democritus (derecha) y Leucippus (izquierda).

Fue el filósofo Aristóteles (384 a.c. a 322 a.c.) quien impuso sus pensamientos desde la edad media hasta el principio de los tiempos modernos. En su libro *Physica* [2, 3], alrededor del 330 a.c., Aristóteles negó la existencia de un espacio vacío. Donde no hay nada no se puede definir

el espacio. Por esta razón el espacio vacío no puede existir en la naturaleza. De acuerdo con su filosofía la naturaleza estaba formada por cuatro elementos: tierra, fuego, agua y aire. El más ligero de estos cuatro elementos, el fuego, se dirige hacia arriba, el más pesado, la tierra, hacia abajo. Adicionalmente, la naturaleza podría prohibir el vacío ya que nada que no suba o baje puede ser definido. Alrededor del 1300 los escolásticos medievales empezaron a hablar del “*horror vacui*” como el miedo de la naturaleza al vacío. La naturaleza aborrecería el vacío y dondequiera que pudiera aparecer el vacío la naturaleza lo llenaría inmediatamente.

Fue Arquímedes (287 a.c. a 212 a.c.), considerado como el científico y matemático más importante de la edad antigua, quién con sus trabajos sobre estática, hidrostática y densidad estableció de alguna manera las primeras nociones científicas de presión, [2, 4]. Se cree que descubrió el principio de la hidrostática cuando estaba bañándose y pensando en un problema que le había propuesto el rey Hierón de Siracusa sobre la determinación de la pureza del oro de una corona, Figura (2, 2).



Figura (2, 2). Grabado de Arquímedes.

Pero tuvieron que pasar muchos años, hasta que alrededor de 1600, la posibilidad o imposibilidad de evacuar un volumen sin ninguna materia empezó a ser muy discutida dentro de la comunidad científica italiana y posteriormente también en la francesa y alemana. Esto ocurría a la vez que los primeros científicos eran quemados en la hoguera (Bruno en 1600).

En 1613, Galileo Galilei medía en Florencia el peso y la densidad del aire. Determinando el peso de un frasco de cristal conteniendo aire comprimido, aire a presión atmosférica y agua. El valor que determinó para la densidad del aire a presión atmosférica fue de 2,2 g/l (el valor real es de 1,2 g/l). Esto fue un gran paso, el aire podía ser considerado ahora una sustancia con peso. Por consiguiente, se podía asumir que el aire de alguna forma podría extraerse de un volumen.

En 1630, Galileo discutía por carta con el científico genovés Baliani el sistema de suministro de agua de Génova. Galileo argumentaba que durante mucho tiempo él había sido consciente de que la máxima altura de agua en una tubería vertical llena de agua producida por una bomba de succión era de aproximadamente 10,3 m. Baliani replicaba que él pensaba que esto era debido a la presión atmosférica que lo limitaba.

Lo anterior condujo a Gasparo Berti en 1640 y a Evangelista Torricelli, discípulo de Galileo, en 1644 a la realización de lo que comúnmente se conoce como el experimento de Torricelli, el cual es uno de los experimentos claves de las ciencias naturales. Torricelli llenó un tubo de cristal de aproximadamente 1 m de longitud con mercurio. El lado abierto estaba sellado con la yema del dedo. Este lado fue sumergido en un depósito de mercurio y la yema del dedo quitada de manera que el tubo dentro del depósito estuviera en libre contacto con el mercurio. La columna de mercurio en el tubo descendía hasta una altura de 76 cm desde la superficie del depósito, [2, 5].

El experimento demostró que el espacio que queda en el tubo sobre el mercurio después de que el tubo fuera volteado estaba sometido a vacío. El nivel de mercurio era independiente del volumen sobre él, y podría llenarse completamente de agua admitida desde abajo. Este fue el primer intento satisfactorio de producir vacío y subsecuentemente convencer a la comunidad científica. El intento anterior de Berti usando agua fue menos satisfactorio. También fue la primera realización, donde la presión se define como la altura “ h ” de un líquido de densidad conocida “ ρ_{Hg} ” sometido a la aceleración de la gravedad local “ g_l ” por la ley física “ $p = \rho_{Hg} g_l h$ ”.

Además, Torricelli realizó otro experimento menos conocido que el primero, pero sin duda alguna tan interesante como este. Torricelli colocó mercurio en la cubeta hasta una cierta

altura y a continuación, agua y repitió el experimento anterior, al introducir el tubo en el mercurio el resultado fue el mismo, pero al levantar suavemente el tubo y llegar su borde al nivel del agua, todo el mercurio cayó repentinamente en la cubeta y el tubo se llenó completamente de agua. Lo que le permitió proclamar que la fuerza que impedía que el mercurio o el aire se cayeran provenía de fuera del tubo. La Figura (2, 3) muestra algunos de los experimentos de Torricelli.

En 1646, el matemático francés Pierre Petit informó a Blaise Pascal, sobre el experimento de Torricelli. Pascal repitió el experimento y además utilizó otro tipo de líquidos. Encontró que la altura máxima alcanzada era inversamente proporcional a la densidad del líquido usado. Pascal conoció al filósofo igualmente famoso Descartes y durante una discusión en 1647 desarrollaron la idea de medir la presión del aire utilizando un tubo de Torricelli.

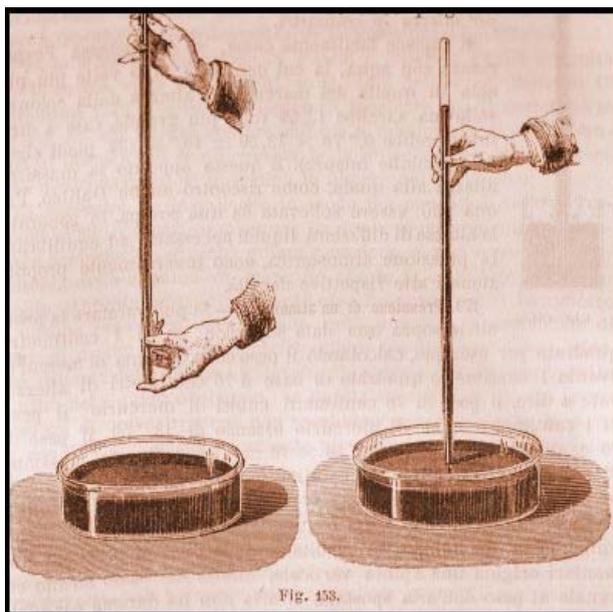


Figura (2, 3). Experimentos de Torricheli.

Pascal escribió una carta a su cuñado Périer y le pidió que realizara el experimento en el Puy-de-Dôme, una montaña muy escarpada cercana a la casa de Périer. Périer estuvo de acuerdo y el 19 de septiembre de 1648 [2, 6], escalo el Puy-de-Dôme (1500 m) acompañado de varios hombres como testigos de los resultados, que era práctica común en aquellos tiempos. Ellos

registraron la altura de la columna de mercurio a varias altitudes. Desde la base a la cima de la montaña, la diferencia de la altura de la columna de mercurio fue de casi 8 cm y Pascal estaba muy complacido: se había realizado la primera medida satisfactoria de la presión.

Sin embargo Torricelli nunca disfrutó del triunfo del experimento basado en su invención. Había muerto un año antes.

Pascal además estableció que un cambio de presión aplicado a un fluido en reposo dentro de un recipiente se transmite sin alteración a través de todo el fluido, es igual en todas las direcciones y actúa mediante fuerzas perpendiculares a las paredes que lo contienen. Conocido como el principio de Pascal, fundamenta el funcionamiento de máquinas como la prensa, el gato, el freno, el ascensor y la grúa, generalmente clasificadas como máquinas hidráulicas.

A pesar de esto, la discusión entre los plenistas (ningún vacío es posible en la naturaleza) y los vacuistas (el vacío es posible) continuó. Uno de los líderes vacuistas fue Otto von Guericke, burgomaestre de Magdeburg en Alemania desde 1645 a 1676. Él fue el primer científico alemán que dio una prioridad clara a los experimentos por encima de las consideraciones meramente intelectuales al intentar resolver los problemas sobre la naturaleza. Alrededor de 1650, Guericke intentó producir vacío en un barril de madera lleno de agua bombeando el agua al exterior con una bomba usada por la brigada antiincendios de Magdeburg. Aunque se selló especialmente el barril el experimento falló. El aire penetró en el espacio vacío sobre el agua a través de la madera, desarrollando un ruido vibrante. Consecuentemente, Guericke ordenó construir una gran esfera de cobre, pero cuando se bombeó el aire al exterior la esfera se comprimió repentinamente. Guericke correctamente reconoció a la presión atmosférica como la causa e imputó la debilidad de la esfera a la pérdida de esfericidad. El problema fue solucionado construyendo una forma esférica más precisa y de mayor espesor. Después de evacuar la esfera y dejarla sin tocar varios días, Guericke encontró que el aire estaba entrando en la esfera, principalmente a través del pistón de la bomba y el sello de las válvulas. Para impedir esto, construyó una nueva bomba donde estas partes estaban selladas por agua, una idea todavía usada en las bombas de vacío actuales pero en lugar de agua con aceite. La tercera versión de Guericke fue una bomba de aire, la cual bombeaba aire directamente fuera de la

vasija. Estas bombas fueron capaces de producir vacío en volúmenes más grande que los tubos de Torricelli.

La palabra bomba es todavía usada para las bombas de vacío, aunque hay actualmente compresores de gas rarificado. Esto es debido a que el origen de las bombas es la bomba de agua usada por la brigada antifuego de Magdeburg.

Guericke fue también un promotor exitoso de su propio conocimiento y experimentos, lo cual uso para captar la atención con propósitos políticos. En 1654, el realizó varios experimentos espectaculares para la German Reichstag en Regensburg. Su experimento más famoso demostrando la nueva técnica de vacío fue mostrado en Magdeburg en 1657, [2, 7].

Guernicke utilizó dos hemisferios con un diámetro de 40 cm, conocidos como los hemisferios de Magdeburg. Uno de los hemisferios tenía una válvula de evacuación, y entre los hemisferios, Guernicke colocó un anillo de piel empapado con cera y trementina como sello. Equipos de ocho caballos en cada lado apenas pudieron separar los dos hemisferios después de que el volumen encerrado había sido evacuado, Figura (2, 4).



Figura (2, 4). Esferas de Magdeburg.

Noticias del experimento de Guericker se extendieron a lo largo de toda Europa y su bomba de aire se consideró como uno de los mejores inventos técnicos del siglo XVII junto con el telescopio, el microscopio y el reloj de péndulo.

La nueva tecnología de vacío alcanzó algunos experimentos interesantes. Muchos de ellos fueron realizados por Guericke y Schott en Alemania, por Huygens en Holanda y por Boyle y Hooke en Inglaterra.

Fue Robert Boyle (1627 a 1691) el fundador de la British Royal Society, quién mediante una bomba mejorada construida junto con Hooke, Figura (2, 5), realizó algunos experimentos que le llevaron en 1662 a enunciar en su libro *“New Experiments physico-mechanical, touching the spring of the air, and its effects. - A Defence of the Doctrine touching the Spring and Weight of the Air”* su famosa ley física: *“El producto de la presión de un gas por el volumen que ocupa es constante”*.



Figura (2, 5). Bomba de aire de Robert Boyle.

En 1733, Stephan Hales (1677 a 1761), que había determinado la existencia de algo llamado presión sanguínea, hizo el primer medidor de presión arterial para caballos lo cual fue una importante contribución a la ciencia médica, Figura (2, 6).



Figura (2, 6). Medida de la presión sanguínea de un caballo por Stephan Hales.

Era una época de experimentos continuos:

- Guericke mostró que una campana localizada en una cámara de vacío no se oía; sin embargo una fuerza magnética no era influenciada por el vacío. En lugar de metal, a menudo usaba vasijas de cristal en orden de hacer el proceso de vacío visible. Por esto, el usaba frascos de cristal de farmacia. Estos fueron llamados recipientes, una palabra usada hoy para vasijas de vacío. Guericke puso una vela en una vasija de cristal y encontró que la vela se extinguía tan lentamente como la evacuación se producía. Guericke puso, incluso, pescado en tarros de cristal medio llenos con agua. Después de evacuar el aire sobre y del agua, la mayoría de los pescados se inflaban y morían.
- Huygens suspendió un trozo de mantequilla en el centro de un frasco de vacío y, después de la evacuación, el colocó una cubierta metálica caliente sobre el frasco. A pesar del calor del frasco, la mantequilla no se fundió. Animales en el interior de cámaras de vacío morían de forma cruel.

Las sociedades nobles de los siglos XVII y XVIII disfrutaban viendo experimentos de esa clase para su entretenimiento. Pero también se realizaron experimentos más científicos. Huygens verificó que la caída libre de una pluma en un tubo de vacío era exactamente igual a la de un trozo de plomo. Mientras Amontons, en Francia, demostró en 1699 que la ley de Boyle dependía de la temperatura.

Durante los experimentos para construir bombas, se puso de manifiesto la importancia de la cuidadosa limpieza de los materiales y se dieron cuenta que la calidad podía haber sido mejorada. La ingeniería mejoró con Hooke, Haukshee (1670 a 1713) y otros que les siguieron. Un poco después, el inglés H. A. Fleuss desarrolló una bomba de pistón que el llamo Geryk en honor a Otto von Guericke. Sin embargo no fue hasta 1855, cuando se pudo producir un vacío significativamente mejor usando una bomba diseñada por Geissler en Alemania. Sprengel mejoró esta bomba en 1865 y 1873, usando el principio de Torricelli. Alrededor de seis horas de bombeo se requirió para evacuar un volumen de 6 l desde 13 Pa a 0,0027 Pa. Con estas bombas, se empezaba a alcanzar el régimen de alto vacío. En 1879, Edison las usó para evacuar la primera lámpara incandescente.

Los primeros científicos que produjeron vacío todavía no tenían una idea clara de la definición del vacío. No tenían ni idea de que el aire podría estar constituido por átomos y moléculas que son quitadas parcialmente cuando se produce vacío. Hasta 1874, el tubo de Torricelli fue el único instrumento disponible para medir vacío y limitado aproximadamente a 67 Pa. La idea del vacío todavía era como en la filosofía aristotélica, pero no se aceptaba como una magnitud medible. Sin embargo, fue la teoría cinética de los gases de Clausius, Maxwell y Boltzmann y algunas invenciones como la del manómetro por McLeod (1874) las que demostraron que el vacío era verdaderamente una magnitud física medible. El medidor de McLeod [2, 8], Figura (2, 7), todavía en uso aunque en pocos laboratorios, se basa en la ley de Boyle. Su funcionamiento es sencillo, toma una muestra del gas que se quiere medir y se comprime por captura y llenado con mercurio. La presión en el volumen pequeño en el que se ha capturado el gas se mide con un manómetro y conociendo la relación de compresión se determina la presión de la muestra inicial.



Figura (2, 7). Medidor del tipo McLeod.

También se dio otros usos de la presión, como el intento de Huygens, en 1673, de construir un motor de combustión interna usando la diferencia de presión entre la atmósfera y el vacío para levantar masas pesadas; o el de Thomas Newcomen en el siglo XVIII. El motor de Newcomen fue ampliamente usado en Inglaterra para bombear agua desde las profundidades de las minas, agua de uso doméstico y de suministro para los molinos de agua industrial en tiempos de sequía.

Otro desarrollo excitante en la historia de la tecnología de vacío tuvo lugar cuando se construyeron las vías férreas atmosféricas en Inglaterra a mediados del siglo XIX. Como las locomotoras de vapor en ese momento eran bastante inestables, sucias, ruidosas, pesadas, y no eran capaces de enfrentar las pendientes empinadas, un grupo de ingenieros imaginativos concibió un plan para construir trenes limpios, silenciosos y ligeros manejados por la fuerza entre la atmósfera y el vacío en la superficie de un pistón localizado entre los raíles. En 1846, Brunel construyó una línea continua de un tubo de hierro fundido colocada centralmente entre los raíles. La diferencia entre la presión atmósfera aplicada a la parte trasera de un pistón fijado en el interior de un tubo y el vacío en aplicado en su superficie delantera consiguió propulsarlo. Grandes bombas estacionarias localizadas aproximadamente cada cinco kilómetros de vía generaban el vacío. La parte inferior del primer coche ferrocarril se conectó a un marco que formaba el lado trasero del pistón. A lo largo de la parte superior del tubo había una hendidura cerrada por una válvula longitudinal hermética, consistente en un ala flexible de cuero continuo reforzada con un marco de hierro.

Estos trenes alcanzaron una velocidad media de 106 km/h durante 6 km lo cual era impresionante para esos tiempos. Sin embargo los raíles atmosféricos no perduraron. Los accidentes al principio, la falta de mando por el ingeniero de a bordo, y la ineficacia de la válvula longitudinal (por ejemplo, las ratas comían a través del cuero que la sella), entre otras razones, contribuyó a su desaparición.

Los mayores avances en física durante la segunda mitad del siglo XIX son impensables sin la ayuda de la tecnología de vacío. Haukshee ya descubrió las descargas de gas a principio del siglo XVIII. El progreso significativo, sin embargo, sólo fue posible después de la invención por Geissler de la bomba en 1855. Tres años después, Plücker publicó la primera de sus investigaciones clásicas sobre la acción del imán sobre la descarga eléctrica en los gases enrarecidos. En 1860, Hittorf descubrió que los rayos producidos por un cátodo producían una sombra muy marcada si un objeto se pone entre el cátodo y un vaso. Algunos científicos continuaron desarrollando los rayos catódicos, lo que permitió el descubrimiento del electrón como un componente de los rayos catódicos por J. Thomson en 1898.

En 1895, Röntgen informó que cuando una descarga se bombea a una presión inferior a 1 Pa, se produce una radiación altamente penetrante capaz de atravesar el aire, la carne e incluso finas láminas de metal, los llamo rayos-X.

En 1887, Hertz descubrió el efecto fotoeléctrico en condiciones de vacío. En 1890, Ramsay y Rayleigh descubrieron los gases nobles. Todos estos experimentos ayudaron a entender la naturaleza del vacío: la rarificación creciente de átomos y moléculas de gas. En ese tiempo se empezó a clarificar que cualquier materia estaba compuesta de átomos.

En 1909, Knudsen publicó una extensa investigación sobre el flujo de gases a través de tubos largos y estrechos. El dividió el flujo en tres regímenes: el régimen molecular a muy bajas presiones, donde las partículas están tan diluidas que no hay interacción entre ellas y solo interaccionan con las paredes que las rodean; el régimen viscoso a altas presiones, donde el movimiento de las partículas está principalmente influenciado por las colisiones mutuas y un régimen intermedio. Esta publicación puede ser considerada como el principio de la física del vacío.

Para su experimento, Knudsen utilizó la bomba llamada de Gaede (ver Figura (2, 8)), un profesor de la universidad de Freiburg en Alemania, que fue el inventor de bombas más importante desde Guericke. La bomba de Gaede fue una bomba rotatoria de mercurio, en la que el tubo de Torricelli estaba colocado de tal forma que permitía el bombeo continuo por la acción rotatoria. La bomba era accionada por un motor eléctrico. Su velocidad de bombeo era diez veces mayor que la bomba tipo Sprengel y producía valores de vacío inferiores a 1 mPa. Sin embargo requería de una bomba adicional colocada en serie ya que su capacidad para comprimir un gas era solo de 1/100 veces la presión atmosférica.

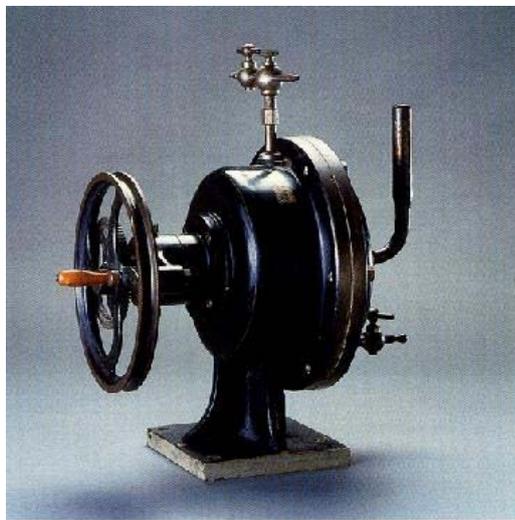


Figura (2, 8). Bomba de Gaede rotatoria de mercurio.

La bomba de paletas corredizas rotatoria fue desarrollada entre 1904 y 1910, basada en una idea del aristócrata Prince Rupprecht, de 1657. Gaede optimizó estas bombas en 1935 inventando el “*gas ballast*”, que permitía bombear también gases condensables.

Gaede estudió cuidadosamente el trabajo de Knudsen y en una reunión de la German Physical Society en 1912 introdujo su primera bomba difusora, Figura (2, 9).

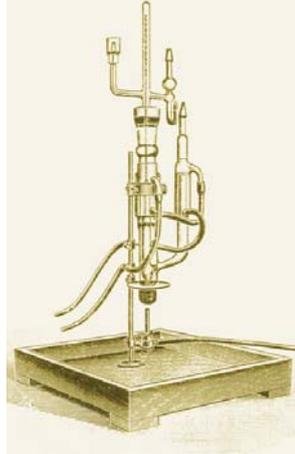


Figura (2, 9). Bomba de Gaede de Difusión.

Por otro lado desde 1810 a 1890 Parrot, Galy-Cazalat, Desgoffe, Amagat, Rucholz, entre otros hicieron la primera realización, donde la presión se define como la fuerza “ F ” por unidad de superficie “ A ” o definición mecánica de la presión, por la ley física “ $p = F/A$ ”. Eran las primeras realizaciones de balanzas de presión. Este tipo de instrumento y su historia se trata en profundidad en el capítulo 4.

2.2. Materialización.

La magnitud presión se mide en un amplio rango: en aplicaciones industriales desde 10^{-7} Pa a 10^9 Pa y en aplicaciones científicas desde 10^{-10} Pa (límites de rayos X y física de superficies) a 10^{12} Pa (presión interna estimada en el centro de algún planeta solar) lo que supone 16 y 22 ordenes de magnitud respectivamente. En este amplio rango de medida se deben utilizar distintos tipos de patrones primarios y secundarios que responden a diferentes principios físicos y leyes. Además de los diferentes tipos de patrones necesarios por rango, también hay que tener en cuenta el modo de operación (presión absoluta, relativa o diferencial), el medio de transmisión de la presión (gas, líquido o sólido) y el tiempo de aplicación de la misma (presiones estáticas o dinámicas)

Por todos estos motivos existen diferentes tipos de patrones e instrumentos para la medida de la presión. La Figura (2, 10) muestra una representación gráfica de los diferentes tipos de patrones existentes.

En la actualidad, el rango más amplio de medida de un laboratorio de metrología es aproximadamente de 10^{-8} Pa a 2,6 GPa.

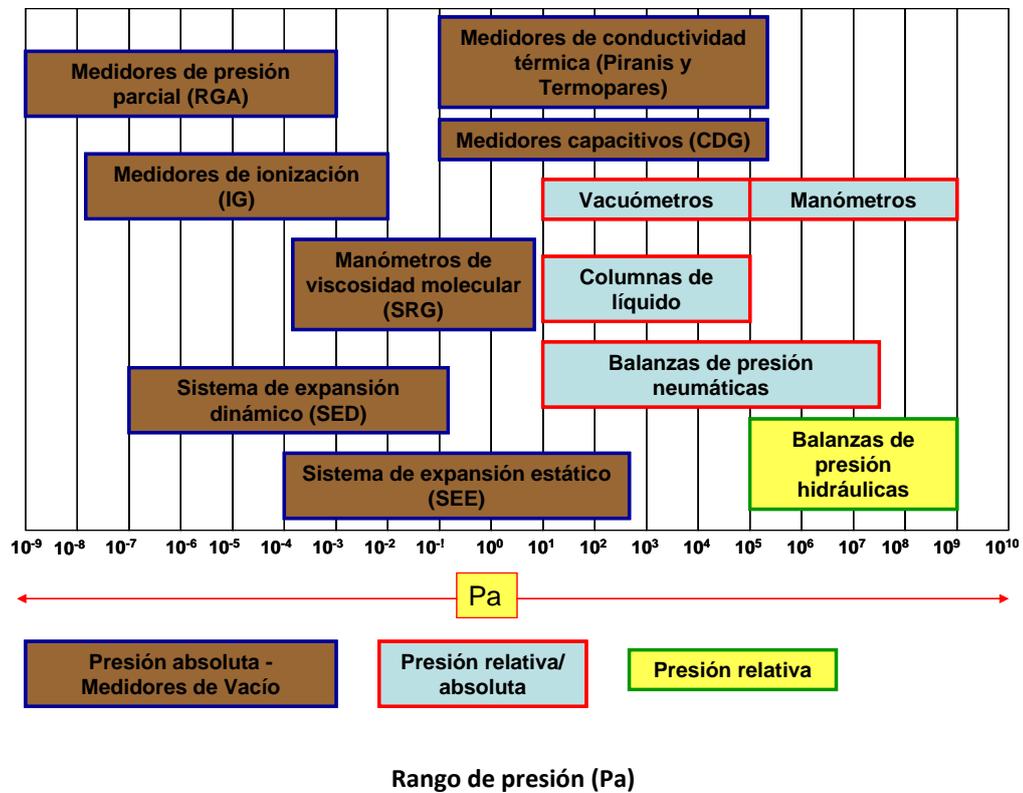


Figura (2, 10). Instrumentos de medida de presión (orientativo).

2.2.1. Columnas de líquido.

Uno de los primeros métodos para medir la presión son las columnas de líquido, Figura (2, 11). Hay muchos diseños dependiendo de si la presión a medir es relativa, absoluta o diferencial y el rango de medida. La columna de líquido básica, de la que derivan todas las demás por simplificación es el tubo en U, formado por dos columnas unidas en su parte inferior.

Su principio de medida se basa en la presión hidrostática producida en el interior de un líquido. La diferencia de presión entre dos puntos que se encuentran a diferente altura es directamente proporcional al producto de la diferencia de altura por la densidad y por la gravedad, (2,1).

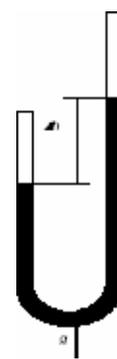


Figura (2, 11).
Columna de líquido

$$\Delta p = p_2 - p_1 = \Delta h \rho g \quad (2,1)$$

siendo p_1 la presión en la columna 1, p_2 la presión en la columna 2, ρ es la densidad del líquido en la columna, g es la gravedad local y Δh es la diferencia en altura entre el nivel del líquido en la columna 2 y el nivel del líquido en la columna 1. Si una de las columnas está sometida a presión cero (vacío) la columna mide presión absoluta.

Las columnas de líquido suelen utilizar como fluido mercurio, agua o aceite, dependiendo del uso que se vaya a dar a la misma. Para usos barométricos siempre se usa mercurio ya que su densidad es 13 veces mayor que la del agua o el aceite, con lo que se requiere una columna de menor longitud que si se utilizara otro líquido, por el contrario se pierde resolución en la medida de la presión. Para la medida de presiones relativas de bajo valor o presiones diferenciales se suele usar como fluido agua o aceite.

2.2.1.1. Barómetros de mercurio primarios.

Son columnas de mercurio diseñadas y construidas con sistemas de control de la temperatura del mercurio y métodos interferométricos, ultrasónicos, capacitivos, inductivos..., para medir la diferencia de altura del fluido. Son construidas como patrones primarios de medida de presión con trazabilidad directa a las magnitudes fundamentales de masa, longitud y tiempo, y utilizados por los laboratorios nacionales como origen de la cadena de trazabilidad y de la disseminación de la unidad. El uso de dichos instrumentos es complejo y en la actualidad es el instrumento más sofisticado y caro para la mediada de la presión. (ver Figura (2, 12)).

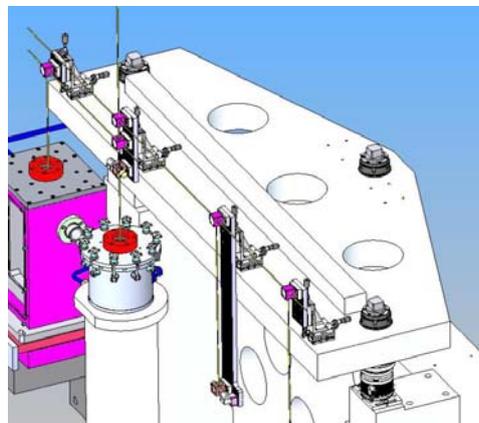


Figura (2, 12).Boceto de una columna de mercurio primaria

Existen otras columnas de mercurio de funcionamiento barométrico más sencillas.

2.2.1.2. Barómetros de mercurio tipo Fortín y tipo Kew.

Miden la presión atmosférica dentro del rango de la región barométrica. La medida de la longitud de la columna de mercurio se hace utilizando un nonius y la punta de una aguja para enrasar el cero del mercurio en una cisterna. Normalmente el enrase del mercurio con la punta de la aguja se hace utilizando un tornillo que desplaza la posición del depósito, Figura (2, 13).

La diferencia entre el barómetro tipo Fortín y el tipo Kew es que en el segundo el depósito es fijo y no se compensa en la medida de la altura de la columna la variación de la altura del mercurio en el depósito.

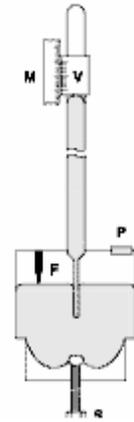


Figura (2, 13).
Barómetro Fortín.

2.2.2. Balanzas de presión.

La balanza de presión es el patrón primario para la medida de la presión que cubre el rango más amplio de medida. Existen balanzas comerciales que cubren el rango desde 1 Pa a 500 MPa con incertidumbres relativas, para $k=2^5$, que varían desde aproximadamente $10^{-5} \times P$ hasta $10^{-4} \times P$ dependiendo del rango. Es el equipo más exacto para la medida de la presión que existe, dentro de su rango, si se exceptúan las columnas de líquido de los laboratorios nacionales y sirven para diseminar la unidad de presión.

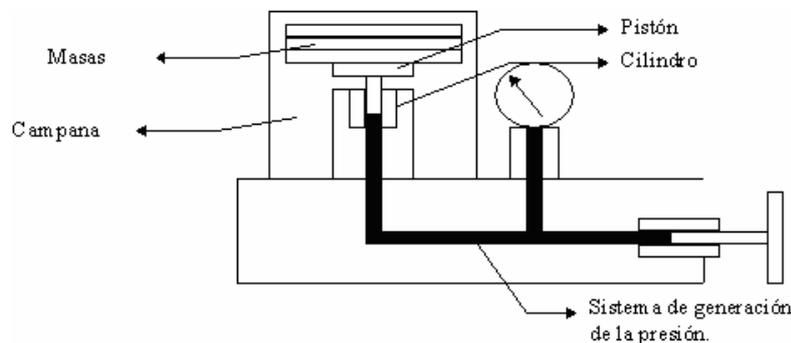


Figura (2, 14). Esquema de una balanza de presión

⁵ Todas las incertidumbres de este documento se expresan para un intervalo de confianza de aproximadamente el 95 %, lo que para una distribución normal se corresponde con $k = 2$, siguiendo la recomendación dada por la Guía de expresión de incertidumbres de medida, [2, 9].

Una balanza de presión consta, generalmente, en un pistón vertical que gira libremente en el interior de un cilindro. Los dos elementos de buena calidad mecánica, definen una superficie llamada “área efectiva”. La presión a medir se aplica a la base del pistón, creando una fuerza vertical hacia arriba. Esta fuerza se equilibra por la fuerza, de sentido inverso, debida a las masas sometidas a la gravedad local y situadas en la parte superior del pistón. El pistón forma parte de la carga, Figura (2, 14).

La balanza de presión responde a la definición mecánica de la presión, de forma general el valor de la presión se obtiene de:

$$p = \frac{F}{A} \quad (2,2)$$

Este instrumento se trata con profundidad en el capítulo 4.

2.2.3. Manómetros, vacuómetros y manovacuómetros.



Figura (2, 15). Manómetro analógico.

Están constituidos por un elemento elástico que se deforma cuando se le somete a una variación de presión. La deformación es amplificada y transmitida a un elemento indicador, normalmente una aguja sobre una escala. Los principales tipos de elementos elásticos son el tubo bourdon, el elemento en espiral, la membrana y la cápsula o fuelle. Se caracterizan por su clase de exactitud, que es el máximo error que puede tener el manómetro en tanto por ciento del fondo de escala del instrumento.

Las clases están normalizadas y existen manómetros de clase 0,1 hasta clase 4. Son relativamente económicos y robustos, por lo que están muy extendidos en la industria, Figura (2, 15).

La diferencia entre un manómetro, un vacuómetro y un manovacúmetro es que aunque los tres son medidores de presión relativa, el manómetro mide presión relativa positiva o manométrica, el vacuómetro mide presión relativa negativa o vacuométrica y el manovacúmetro mide presión relativa positiva y negativa o manovacuumétrica.

Tanto los manómetros, como los vacuómetros y manovacúmetros se pueden clasificar en analógicos y digitales. La principal diferencia entre un manómetro, vacuómetro o manovacúmetro analógico y uno digital es que en el analógico un elemento mecánico transmite, a través de un sistema de amplificación mecánico, a una aguja la deformación producida en él por una variación de presión, mientras en el digital un transductor de presión emite una señal eléctrica de salida en función de la presión, que generalmente se transforma a una señal digital que se muestra en un indicador.

Los manómetros analógicos más comunes, normalizados por la norma UNE-EN 837, tienen rangos de medida comprendidos entre 0 MPa y 160 MPa, existiendo manómetros no normalizados con el límite de medida superior mayor.

Los vacuómetros analógicos tienen rangos de medida comprendidos entre 0 MPa y -0,1 MPa. No pudiendo medir ningún vacuómetro por debajo de -0,1 MPa.

Los manovacúmetros, normalizados por la norma UNE-EN 837, tienen rangos de medida comprendidos entre -0,1 MPa y 2,4 MPa.

Las clases de exactitud de los manómetros, vacuómetros y manovacúmetros analógicos están comprendidas entre 0,1 y 4 según la norma UNE-EN 837.

El rango de medida de un manómetro digital puede llegar a estar comprendido entre 0 MPa y aproximadamente 1500 MPa, pero lo normal es que la mayoría de los manómetros digitales no midan presiones superiores a 280 MPa. Siendo los rango más comunes los comprendidos entre 0 MPa y 100 MPa.

Los vacuómetros digitales tienen rangos de medida comprendidos entre 0 MPa y -0,1 MPa.

Los rangos de medida de los manovacuómetros digitales suelen estar comprendidos entre – 0,1 MPa y 7 MPa.

Las exactitudes de los manómetros, vacuómetros y manovacuómetros digitales varían mucho en función del rango de medida y del tipo de transductor que lleve el instrumento. Los equipos de mayor exactitud pueden llegar a tener exactitudes del 0,003% de la presión medida en el momento del ajuste, incrementándose al 0,01 % de la lectura para un periodo de un año. Mientras que los equipos de menor exactitud no suelen tener exactitudes peores del 0,5 % del límite superior del rango de medida del instrumento.

2.2.4. Manómetros de conductividad térmica (Piranis y Termopares).

Basan la medida de la presión en la transferencia de energía desde un hilo caliente a un gas. La cantidad de energía disipada en el gas por conducción desde el hilo caliente varia dependiendo de la cantidad de moléculas de gas y de la conductividad térmica del gas. Por lo que estos instrumentos tienen una fuerte dependencia de la composición del gas.

La variación del calor transferido desde el hilo metálico al gas vendrá dada por

$$E = \frac{\lambda_g p A (T - T_g)}{(2 \pi m k_B T_g)^{1/2}} \quad (2,3)$$

Donde: p es la presión, A el área del hilo, m la masa molecular del gas, T es la temperatura del filamento, T_g es la temperatura del gas, k_B es la constante de Boltzmann y λ_g una constante dependiente del gas y del filamento.

Aparte de la transferencia de calor a través del gas hay otras fuentes de pérdida de calor que son radiación, convección y conducción desde el filamento a los cables. La radiación y la conducción desde el filamento a los cables hacen que el límite de presión más baja que puede medir un medidor de conductividad térmica sea 10^{-2} Pa. A altas presiones es el efecto de la convección el que prevalece. Si se altera el diseño para que haga uso de las pérdidas por convección se puede extender el rango de estos medidores hasta presión atmosférica, pero su exactitud para altas presiones es mucho peor. En líneas generales, en la región molecular, de

0,1 Pa a 10 Pa, la transmisión del calor es proporcional a la presión. Cuando el número de moléculas se incrementa, en la región de flujo de transición, de 10 Pa a 1000 Pa, la relación de la presión con la transferencia de calor deja de ser lineal. A altas presiones la dependencia de la presión con la transferencia de calor casi desaparece. En general en la zona lineal del instrumento la exactitud es del orden del 10 % de la indicación.

2.2.4.1. Medidor tipo Pirani.

Dispone de un filamento metálico muy fino que se calienta hasta alrededor de 200 °C por el paso de la corriente eléctrica. Al variar la presión del gas varía también el número de choques de las moléculas del gas con el filamento variando también la temperatura de éste por la pérdida de calor por conducción. Esta variación de temperatura se refleja en una variación de resistencia del filamento con la presión, que puede ser medida mediante un puente de Wheatstone, Figura (2, 16).

Para compensar la influencia de la temperatura del gas, que será idéntica a la ambiente, se coloca un filamento idéntico en un tubo cerrado a alto vacío. Este filamento actúa como compensador ya que está sujeto a las mismas fluctuaciones de temperatura y se coloca en el brazo opuesto del puente de Wheatstone. Este puente se alimenta con un voltaje constante y el desequilibrio del puente se lee con un micro-amperímetro. Las resistencias variables vienen ajustadas de fábrica.

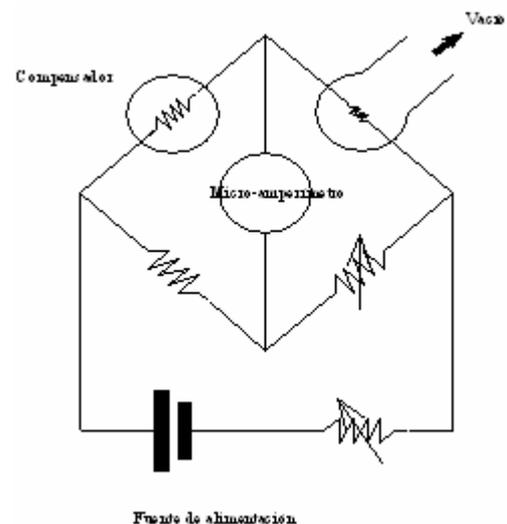


Figura (2, 16). Esquema de un Pirani.

2.2.4.2. Medidor tipo Termopar.

Dispone del mismo filamento metálico alimentado por una corriente constante al cual se adhiere un termopar en su centro. En este caso la medida de la fuerza electromotriz del

termopar nos da la medida de presión. La compensación de la temperatura ambiente, si la hay, vendrá dada por un termistor.

2.2.5. Medidores capacitivos.

Los manómetros de capacidad son dispositivos en los que el gas cuya presión se quiere medir se encuentra en contacto con una membrana o diafragma, que forma parte de un condensador en el interior del medidor, según puede verse en la Figura (2, 17). Esta membrana sufre una deformación que es idealmente proporcional a la diferencia de presión ejercida por dicho gas frente al vacío o presión de referencia, cambiando la capacidad eléctrica del condensador.

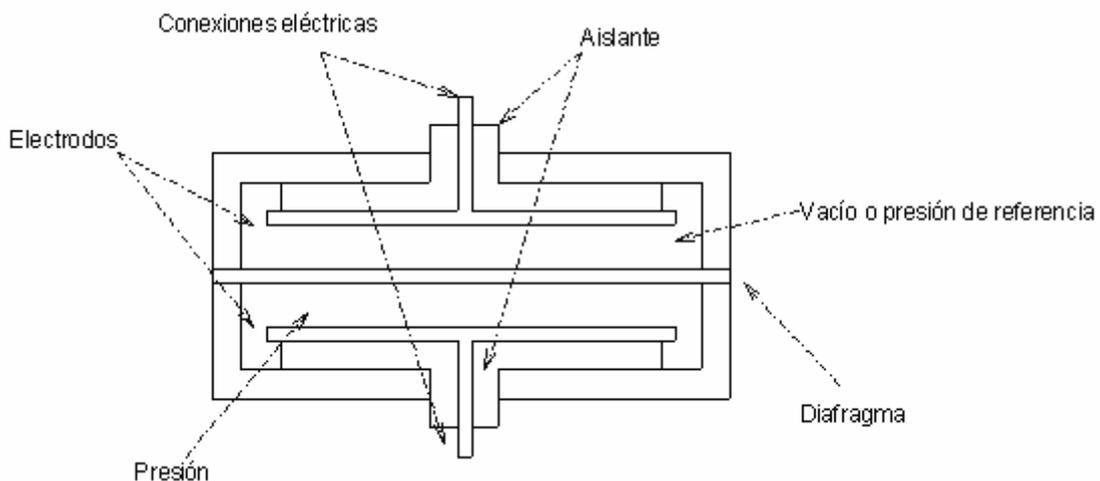


Figura (2, 17). Esquema de un medidor capacitivo

Los electrodos forman parte de un puente AC que es excitado por una señal de 10kHz, de forma que cualquier desplazamiento del diafragma desequilibra el puente y produce una señal de 10kHz de frecuencia con amplitud proporcional a la presión. Otros circuitos transforman esta señal en una señal de tensión en continua directamente proporcional a la presión.

La capacidad eléctrica del condensador depende de la distancia entre las placas que lo forman y por tanto estos medidores son muy sensibles a cambios térmicos debido a efectos de dilatación. Para minimizar este efecto los manómetros de capacidad más sensibles poseen un control de temperatura por encima de la temperatura ambiente, normalmente 45 °C o 60 °C, puesto que resulta más sencillo y fiable controlar una temperatura por encima de la ambiental.

El manómetro de capacidad tiene la unidad de lectura separada del sensor de presión. En la unidad de lectura se encuentran todos los controles del medidor. Hay otros sistemas de medida que conectan varios sensores de capacidad por medio de una unidad multiplexora, que controla el sistema de regulación de temperatura de cada sensor, a una sola unidad de lectura. Por medio de la unidad multiplexora se selecciona el sensor que se lee en cada momento.

El rango de medida de estos instrumentos es de 10^{-2} Pa a 10^5 Pa. La exactitud varía dependiendo el modelo y el fabricante, pudiendo encontrar exactitudes declaradas por el fabricante de 0,05 %, aunque este valor se incrementa considerablemente en los valores inferiores del rango de medida al tener en cuenta contribuciones a la incertidumbre como la temperatura o la deriva del cero.

2.2.6. Medidores de rotor giratorio.

Los medidores de rotor giratorio, también llamados de viscosidad molecular, o de fricción molecular o manómetros rotor, se corresponden con el nombre en inglés “Spinning Rotor Gauge”, o SRG. Cubren el rango de medida de presión desde 5×10^{-4} Pa hasta 1 Pa.

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. Basándose en este efecto se han diseñado estos medidores.

Un medidor de rotor giratorio consiste en una esfera metálica que es mantenida en levitación y rotación en un medio gaseoso. Esto se consigue mediante la aplicación de campos magnéticos.

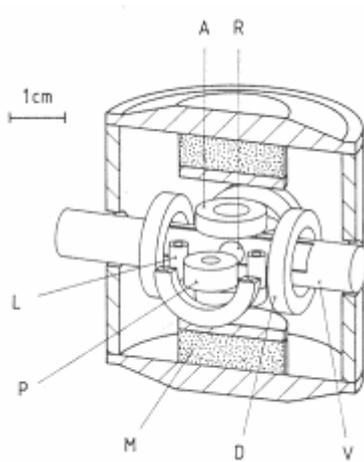
En el caso de una esfera ideal la presión del gas se puede expresar:

$$p = \frac{\sigma a \rho \bar{c}}{10} DCR \quad (2,4)$$

donde σ es su coeficiente de acomodación, a es el radio de la esfera, ρ es su densidad, \bar{c} es la velocidad promedio de las partículas: $\bar{c} = \sqrt{8RT/\pi m}$ (T es la temperatura absoluta del gas, y m

es la masa molecular del gas), y $DCR \equiv (d\omega/dt)/\omega$ es la tasa de desaceleración, es decir la variación relativa por unidad de tiempo de la velocidad angular de giro de la esfera sobre si misma.

La Figura (2, 18) muestra un esquema del sistema que mantiene el rotor en levitación. Pueden observarse dos imanes permanentes (M), que generan un campo magnético aproximadamente uniforme y dirigido de abajo hacia arriba. El momento magnético de los mismos induce sobre la esfera metálica una fuerza que contrarresta aproximadamente la gravitatoria.



A. Bobinas de suspensión y control de posición axial

R. Esfera rotor

L. Bobinas del sistema de frenado lateral

M. Imanes permanentes

V. Tubo conectado al sistema de vacío

P. Bobinas de suspensión

D. Bobinas de inducción para aceleración

Figura (2, 18). Esquema del interior del sensor.

Los sensores bobinados situados alrededor de la esfera (ver Figura (2, 18)) cumplen una doble función. Por un lado actúan como un estator de un motor de alterna, donde el rotor magnetizado es el inducido. De este modo son capaces de acelerar la esfera, que gira alrededor de un eje orientado espacialmente en vertical y alineado con los ejes magnéticos de los imanes. Por otro lado una esfera magnetizada y en rotación produce inducción magnética a su alrededor dependiente de la frecuencia de giro. Los sensores (bobinados) recogen información sobre la velocidad de giro de la esfera y su ritmo de frenado.

2.2.7. Medidores de Ionización.

Cubren un rango de presión comprendido entre 10^{-1} Pa y 10^{-9} Pa dependiendo del tipo. Sus exactitudes son del orden del 20 % del valor medido, Figura (2, 19).

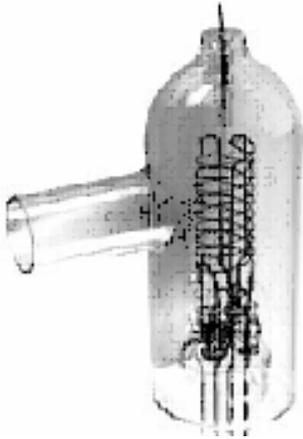


Figura (2, 19). Medidor de ionización.

Para medir presiones por debajo de 0,1 Pa es necesario recurrir a métodos indirectos. En este caso el método se basa en la relación que existe entre la presión de un gas y la capacidad para ionizarse.

Uno de los mejores métodos para medir la presión de un gas es a través de su densidad. Si ionizamos el gas y luego recogemos los iones, podremos medir la corriente que estos generan e indirectamente el valor de la presión del gas.

Un camino para ionizar el gas es a través de un filamento caliente que emita electrones por efecto termoeléctrico, estos electrones pueden arrancar electrones de los átomos de las moléculas de 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 tratara de una corriente eléctrica entre filamento y colector. La corriente eléctrica es proporcional a la presión.

2.2.8. Sistema de expansión estático.

También llamado sistema de expansión en series es utilizado para la medida de la presión en vacío alto, medio y grueso. Su rango de medida puede ir de 10^{-6} Pa a 1 000 Pa, aunque lo normal es que sea de 10^{-4} Pa a 1 000 Pa. Se considera un patrón primario.

Su principio de funcionamiento se basa en la ley de Boyle. Inicialmente el gas es inyectado en un volumen v_1 en que previamente se ha hecho el vacío y el valor de la presión p_1 es medido con un patrón primario o secundario, ya que su valor es lo suficientemente grande para que

pueda ser medido con una balanza de presión o con un manómetro. Una vez conocido el valor de la presión, el gas se expande en un volumen previamente evacuado v_2 de tamaño bastante mayor que v_1 . De esta manera el valor de la presión decrece en la misma proporción que la relación de volúmenes entre v_1 y v_2 . La presión final es función de la relación de volúmenes y del número de expansiones. (Ver Figura (2, 20)).

$$p_{G,f} = p_{p,0} \left(\frac{v_p}{v_p + v_G} \right) \frac{T_{G,f}}{T_{p,0}} + p_{G,0} \left(\frac{v_G}{v_p + v_G} \right) \frac{T_{G,f}}{T_{G,0}} \quad (2,5)$$

Donde el subíndice "G" se refiere al volumen grande y el subíndice "p" al volumen pequeño. Los subíndices "f" y "0" indican situación inicial y final.

La incertidumbre obtenida en la medida de la presión con un sistema de expansión en series es función del valor medido y se desarrolla ampliamente en el capítulo 5. Para valores en torno a 1 Pa es del orden de $0,005 \times p$, con $k = 2$.

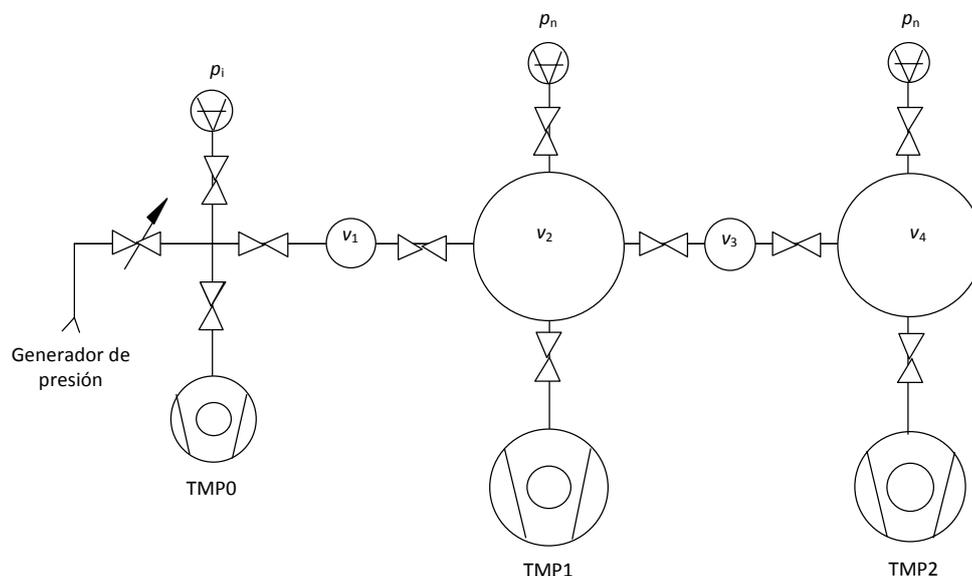


Figura (2, 20). Sistema de expansión estático.

2.2.9. Sistema de expansión dinámico.

Es el patrón primario que cubre el rango más bajo de medida de presión. Como patrón primario puede funcionar para presiones inferiores a 10^{-2} Pa, pero su incertidumbre de medida solo es aceptable para presiones inferiores a 10^{-4} Pa.

El sistema está formado por dos partes. Por un lado la cámara de medida y por otro un sistema de generación de flujo.

La cámara de medida está constituida por dos subcámaras separadas por una placa con un orificio central de conductancia conocida. Una de las subcámaras está conectada a una bomba de vacío del tipo turbomolecular que está continuamente funcionando y la otra subcámara está conectada al sistema generador de flujo.

Mediante el sistema generador de flujo se puede generar y medir los valores de flujo.

Pues bien, a partir de los valores de flujo de entrada de gas, de la conductancia y de la relación de presiones entre las subcámaras se puede conocer el valor de la presión en las subcámaras mediante la expresión (2,6).

$$p = \frac{R_{SED}}{R_{SED} - 1} \frac{Q}{C_{SED}} \quad (2,6)$$

Donde R_{SED} es la relación de presiones entre subcámaras, Q es el valor de flujo y C_{SED} es la conductancia.

La Figura (2, 21) muestra el esquema de un sistema de expansión dinámica.

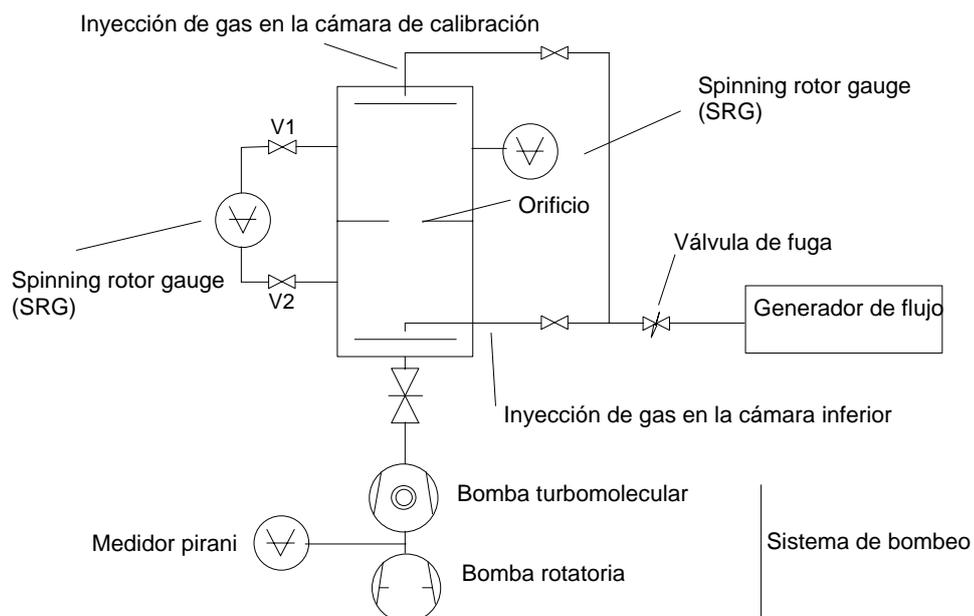


Figura (2, 21). Esquema de un sistema de expansión dinámica.

2.3. La diseminación de la magnitud Presión.

A diferencia de las magnitudes extensivas, como la masa o la longitud en las que la diseminación de la unidad se hace sumando pequeñas cantidades, la presión es una magnitud intensiva, por lo que la diseminación de la unidad es compleja, ya que si juntamos dos circuitos sometidos a la misma presión tendremos la presión inicial, pero si juntamos dos circuitos sometidos a distinta presión el resultado final será una presión intermedia entre ambos valores, que dependerá de la relación de volúmenes de los circuitos y de las condiciones ambientales.

$$x \text{ Pa} + y \text{ Pa} = z \text{ Pa}; \quad z \in [x, y] \quad (2,7)$$

En la actualidad la diseminación de la unidad de presión se lleva desde diferentes puntos de partida en función del rango de medida, como se comenta a continuación.

2.3.1. Rango de vacío.

En el rango de vacío se utilizan sistemas de expansión estáticos entre 10^{-4} Pa y 1000 Pa y sistemas de expansión dinámicos o continuos para presiones inferiores a 10^{-4} Pa, generalmente hasta 10^{-7} Pa. Los principios de medida son la ley de Dalton o de las presiones parciales (2,8) la ecuación de los gases ideales (2,9) cuando el fluido presenta un comportamiento ideal, de la que se derivan otras como la ley de Boyle cuando la temperatura es constante o la ley de Gay-Lussac cuando la temperatura no es constante y por ultimo, en algún caso en que se requiere más exactitud alguna más compleja como puede ser la ecuación del virial (2,10).

$$p = \sum_{i=1}^n p_i \quad (2,8)$$

$$pV = nRT \quad (2,9)$$

$$Z = \frac{pV}{RT} = 1 + \frac{B}{V} + \frac{C}{V^2} + \dots \quad (2,10)$$

2.3.1.1. Sistema de expansión estático (SEE).

En el sistema de expansión estático, el valor de la presión se calcula según la ecuación (2,5) y su calibración se hace mediante una de las siguientes técnicas:

- Técnicas gravimétricas, en la que los volúmenes se llenan de un líquido de densidad conocida para posteriormente pesar su volumen lleno y compáralo con su peso cuando está vacío (2,11). De esta manera se puede calcular la relación de volúmenes [2, 10].

$$V_{20} = \left[(\bar{I}_L - \bar{I}_V) + m_p \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_B} \right) \right] \frac{1}{(\rho_w - \rho_a)(1 + \gamma(t_w - 20))} \quad (2,11)$$

Donde: V_{20} es el volumen a temperatura de 20 °C; \bar{I}_L es la indicación de la balanza con el volumen lleno; \bar{I}_V la indicación de la balanza con el volumen vacío; m_p el valor de la masa patrón utilizada; t_w la temperatura del agua; γ el Coeficiente de dilatación cúbica de la cámara; ρ_a la densidad del aire; ρ_B la densidad de las pesas internas de la balanza y ρ_w la densidad del agua.

- La utilización de una balanza de presión y un patrón secundario (manómetro), a presiones superiores a las de uso, o con un medidor de vacío en su rango lineal (normalmente un medidor de viscosidad molecular) [2, 10].

La Figura (2, 22) muestra un esquema con los posibles métodos para la calibración de un sistema de expansión estático.

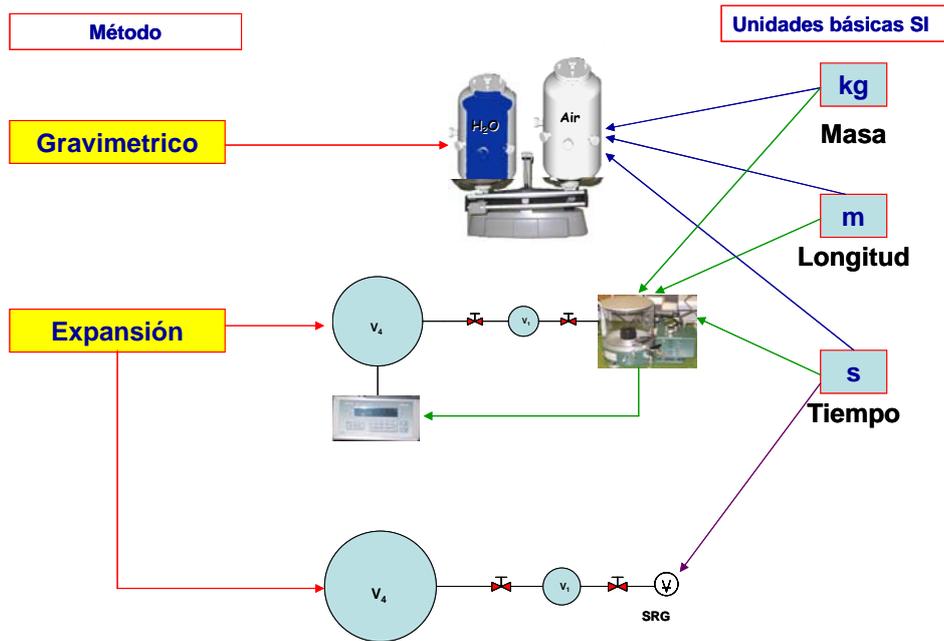


Figura (2, 22). Esquema de trazabilidad de un sistema de expansión estático.

2.3.1.2. Sistema de expansión dinámica (SED).

En el sistema de expansión dinámica, Figura (2, 23), el valor de la presión se calcula según la ecuación (2,12) y su calibración se hace mediante:

$$p = \frac{R_{SED}}{R_{SED} - 1} \frac{Q}{C_{SED}} \quad (2,12)$$

- Trazabilidad directa a la magnitud tiempo en la determinación de la relación de presiones.
- Medidas dimensionales y simulación estadística en la determinación de la conductancia del orificio.
- Calibración gravimétrica o mediante expansiones en la determinación del volumen del generador y medidor de flujo.



Figura (2, 23). Sistema de expansión dinámica.

2.3.2. Bajas presiones.

Para bajas presiones se utilizan columnas de mercurio primarias que cubren el rango desde unos pocos Pa a 400 kPa. Su rango está limitado por la densidad del fluido y la longitud de las columnas. Normalmente se usa mercurio, aunque existen columnas de otros fluidos como aceite, para los rangos bajos de medida. El principio de medida es la definición hidrostática de la presión (1,4) y su calibración se hace desde:

- La unidad de masa y volumen para la determinación de la densidad del mercurio.
- La unidad de longitud en al calibración del sistema de medida de la diferencia de los niveles de la columna.
- Las unidades de longitud y tiempo en la determinación de la gravedad.
- La unidad de temperatura en la determinación de la temperatura del mercurio.

En algunos casos, para cubrir este rango se utilizan conjuntos pistón - cilindro, de gran área efectiva (980 mm^2 y recientemente de 1960 mm^2), caracterizados dimensionalmente y modelados mediante métodos de elementos finitos.

2.3.3. Medias y altas presiones.

Para medias y altas presiones se utilizan balanzas de presión equipadas con conjuntos pistón cilindro de diferentes secciones. La presión se determina según la definición mecánica de la presión y concretamente utilizando (2,13).⁶

$$p = \frac{M g_l \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_M}\right)}{A_{(0,t_0)} (1 + \lambda p_N) (1 + \alpha(t - t_0))} + (\rho_f - \rho_a) g_l \Delta h + p_r \quad (2,13)$$

- Las masas tienen trazabilidad directa a la magnitud masa.
- El valor de la aceleración de la gravedad tienen trazabilidad directa a las magnitudes de tiempo y longitud.
- El área efectiva en pistones de gran sección se ha caracterizado dimensionalmente o se calibra utilizando como patrón una columna de mercurio. Una vez caracterizados o calibrados los conjuntos pistón cilindro de mayor sección efectiva, se usan como patrones para caracterizar otros conjunto pistón cilindro de menor sección efectiva en el rango de solape mediante la técnica de flotación cruzada, Figura (2, 24).

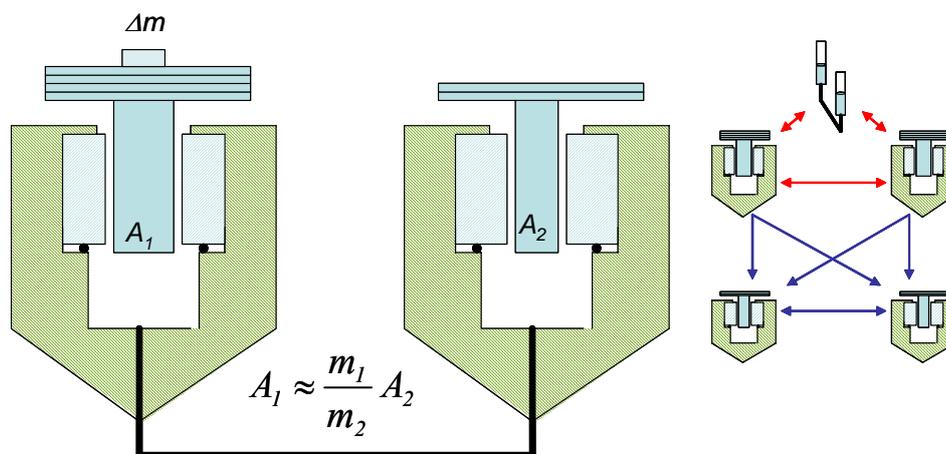


Figura (2, 24). Esquema de la técnica de flotación cruzada (crossfloating).

⁶ Los términos de esta ecuación se han definido en el apartado 2.4.

2.3.4. Ultra altas presiones.

Para presiones superiores a 1,2 GPa y hasta 400 GPa se utilizan fenómenos físicos, ecuaciones de estado y puntos fijos de presión y temperatura.

2.4. Símbolos.

A	Área.
$A_{(0,t_0)}$:	Área efectiva a presión nula y temperatura de referencia.
a	Radio de la esfera.
B :	Segundo coeficiente del virial.
C_{SED}	Conductancia.
C :	Tercer coeficiente del virial.
CDG	Medidor capacitivo (Capacitance Diaphragm Gauge).
C_{SED} :	Conductancia del Sistema de expansión dinámica.
\bar{c}	Velocidad promedio de las partículas.
DCR	Tasa de desaceleración.
E	Energía.
F	Fuerza.
g	Aceleración de la gravedad.
g_i :	Gravedad local.
h	Altura.

IG	Medidor de ionización (Ionization Gauge).
\bar{I}_L	Indicación de la balanza con el volumen lleno.
\bar{I}_V	Indicación de la balanza con el volumen vacío.
k_B	Constante de Boltzmann.
M	Masa.
m	masa molecular del gas.
m_p	Valor de la masa patrón utilizada.
n :	Numero de moles.
p :	Presión.
p_i :	Presión parcial.
$p_{G,f}$	Presión final en volumen grande.
$p_{G,0}$	Presión inicial en volumen grande.
p_r	Presión residual.
$p_{p,0}$	Presión inicial en volumen pequeño.
p_N	Presión nominal.
Q	Flujo de gas.
R	Constante universal de los gases.
RGA	Medidor de presión parcial (Residual gas analyzer).
R_{SED}	Relación de presiones entre cámaras.
SED	Sistema de expansión dinámica.

SEE	Sistema de expansión estática.
SRG	Medidor de rotor giratorio o viscosidad molecular (Spinning Rotor Gauge).
T :	Temperatura en K.
t :	Temperatura en °C.
T_g	Temperatura del gas.
$T_{G,f}$	Temperatura final volumen grande.
$T_{G,0}$	Temperatura inicial volumen grande.
$T_{p,0}$	Temperatura inicial volumen pequeño.
t_w :	Temperatura del agua.
t_o :	Temperatura de referencia.
V :	Volumen.
V_{20} :	Volumen a 20 °C.
v_G	Volumen grande.
v_p	Volumen pequeño.
Z :	Factor de compresibilidad.
α :	Coefficiente de dilatación del conjunto pistón cilindro.
Δh :	Incremento de altura.
γ :	Coefficiente de dilatación cúbica de la cámara.
λ :	Coefficiente de deformación con la presión del conjunto pistón cilindro.
λ_g	Constante del gas.

ρ	Densidad.
ρ_a :	Densidad del aire.
ρ_B :	Densidad de las pesas internas de la balanza.
ρ_f :	Densidad del fluido.
ρ_M :	Densidad de las masas.
ρ_w :	Densidad del agua.
σ	Coefficiente de acomodación.
ω	Velocidad angular.

2.5. Referencias

- [2, 1] "Democritus." Enciclopedia Británica. Online 2010.
<http://www.britannica.com/EBchecked/topic/157313/Democritus>
- [2, 2] Diogenes Laertius (Author), C. D. Yonge (Translator), "The Lives And Opinions Of Eminent Philosophers"
- [2, 3] Aristoteles, "Física", Planeta De Agostini, Editorial Gredos, S.A. (1995). Biblioteca Clásica Gredos.
- [2, 4] Heath, T.L., "The Works Of Archimedes", Cambridge University Press, 253-300 (1897)
- [2, 5] W. E. K. Middelton, "The history of the barometer", John Hopkins University, Baltimore, 1964.
- [2, 6] M. J. Sparnaay, "Adeventures in Vacuum", North-Holland, Elsevier Science, 72, 1992.
- [2, 7] O. Guericke, "Experimenta nova Magdeburgica de vacuo spatio", Amstelodami, 1672.

[2, 8] H. G. McLeod, "Appratus for measurement of low pressures of gas", *Phil. Mag.*, 48, 30-34, 1874.

[2, 9] Guía para la expresión de la incertidumbre de medida, versión española, 3ª Ed., 2008, publicada por el CEM.

[2, 10] Jousten K, Röhl P. Aranda Contreras V., "Volume ratio determination in static expansion systems by means of a spinning rotor gauge", *Vacuum* 1999; 52 :491-499

LA COLUMNA DE Hg

3. LA COLUMNA DE Hg

3.1. Generalidades.

Cuando Evangelista Torricelli en 1642 invirtió un tubo lleno de mercurio en un recipiente, con el propósito de generar vacío y demostrar que la teoría de que la naturaleza aborrece al vacío no era cierta, estaba poniendo los primeros cimientos de la metrología de presión. La importancia de este experimento tomó mayor relevancia con la realización de otros experimentos como el de Blaise Pascal que demostró que la presión atmosférica decrece con la altitud.

Posteriormente la demanda de instrumentos de medida de presión se incrementó primero con la Revolución Industrial y posteriormente con otras revoluciones tecnológicas que demandaban instrumentos más sencillos y principalmente de mayor exactitud. Esto unido al rango reducido de las columnas de mercurio hizo que fueran sustituidas en la industria por manómetros, transductores e incluso balanzas de presión. Sin embargo, cabe resaltar que a pesar de la diferencia tecnológica entre el siglo XVII y la actualidad, las columnas de mercurio, a fecha de hoy, no han podido ser sustituidas como base de la cadena de trazabilidad de la unidad de presión. Desde los experimentos de Torricelli y Pascal hasta las columnas de mercurio primarias, tal como se entienden en los Institutos Nacionales de Metrología hay un largo camino que ha mejorado la exactitud de la medida desde exactitudes del orden de la centena de Pa a exactitudes del orden del Pa. Ya en 1994, Tilford [3, 1] declaraba 35 años de existencia de las columnas de mercurio primarias en lo que el denominaba como “El arte moderno de los manómetros de columna de líquido”. Si bien es cada vez más cierto que la medida dimensional junto con los modelos matemáticos se aproxima a la exactitud de las columnas. De tal manera que el mapa de ruta de presión de Euramet avanza hacia la caracterización dimensional de conjuntos pistón cilindro que servirán como medida de validación de ambos métodos.

Una columna de líquido, generalmente consta, de un tubo en forma de “U” lleno de líquido, posicionado verticalmente y un sistema de medida de la diferencia de altura entre las

superficies del líquido. Con esto y conocido el valor de la aceleración de la gravedad es suficiente para medir el valor de la presión utilizando la ecuación (3,1).

$$\Delta p = p_2 - p_1 = \Delta h \rho g \quad (3,1)$$

Sin embargo, la complejidad crece exponencialmente en función de la exactitud requerida, hasta llegar al grado máximo cuando se trata de columnas primarias, ecuación (3,2).

$$p_m = \left(\frac{\rho_{Hg}(t_{90}, \bar{p}_{Hg}) + \delta \rho_{Hg}(t_{90}, p_0)}{\left[1 + A((t_{90} + \sum \alpha) - 20^\circ C) + B((t_{90} + \sum \alpha) - 20^\circ C)^2 \right]} \left[\frac{1}{1 - \chi \left(\frac{p_m + p_r}{2} - p_0 \right)} \right]^{-\rho_a} \right) \quad (3,2)$$

$$+ (g_l + \delta g_l) (\sum \Delta h_r + \sum \delta h_r + \sum \Delta h_m + \sum \delta h_m)$$

$$+ (\rho_{N_2, m} - \rho_a) g_l \Delta H_{(Hg, m-N, m)} + (\rho_{f, r} - \rho_a) g_l \Delta H_{(Hg, r-N, r)} + (p_r + \sum \delta p_r)$$

En este último caso la medida de la altura debe de realizarse con métodos interferométricos, eléctricos, o ultrasónicos; la pureza del líquido tiene que ser lo suficiente alta para poder garantizar su valor de densidad y poder aplicar su ecuación de estado para corregirla al menos por presión y temperatura; la temperatura del mercurio tiene que tener una uniformidad por debajo de 50 mK; la gravedad en el lugar de utilización se debe determinar mediante gravímetros absolutos y por ultimo la columna debe instalarse sobre una estructura o sistema que garantice que las vibraciones no perturban la estabilidad de las superficies del líquido. En resumen todas las disciplinas utilizadas rozan el estado del arte.

La Figura (3, 1) esquematiza los factores de influencia a tener en cuenta en la fabricación de una columna.

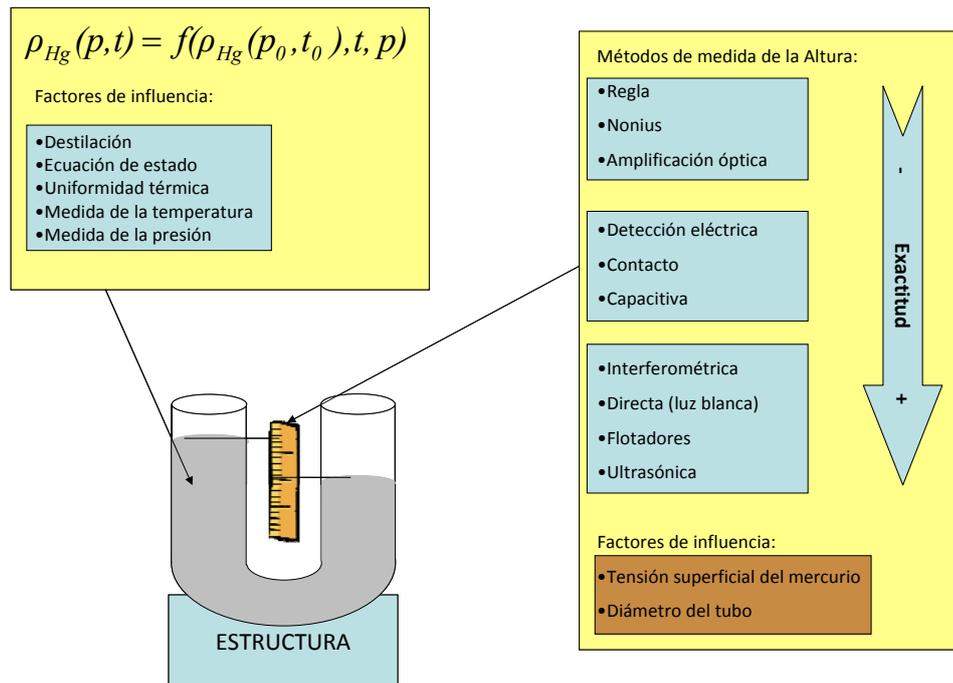


Figura (3, 1). Columna de mercurio. Factores de influencia.

El desarrollo del patrón de presión del CEM ,basado en los experimentos de Torricelli y Pascal, empezó en el año 2000 con el apoyo institucional a través de los proyectos:

- Plan Nacional de I+D+I (2000-2003). “Desarrollo del patrón primario de presión como futuro patrón nacional”.
- FIT-020100-2002-48. “Patrón de presión absoluta: manobarómetro de mercurio de altura por interferometría láser”.

3.2. Descripción.

Resaltar que en este punto además de tratar aspectos puramente descriptivos de la columna de mercurio, también se incluyen en algunos casos otros aspectos como determinados estudios específicos realizados para poner en funcionamiento la columna o determinar ciertas correcciones o factores de influencia, como puedan ser la determinación de la densidad del mercurio o la corrección por profundidad de inmersión. En otros casos estos es aspectos se afrontan en el punto 3.3, como en el caso del estudio de uniformidad de la presión en la columna de referencia.

Antes de decidir el diseño final de la columna del CEM, se analizaron diferentes prototipos de otros NMI's, y tras diversos borradores de diseño, ver Figura (3, 2), el prototipo del National Physical Laboratory (NPL) fue el elegido como punto de partida. Sus principales características son: columnas a diferentes alturas, medida de la diferencia de altura usando interferometría láser contra flotadores y control de temperatura. Sin embargo existen diferencias notables entre ambos modelos, las principales son:

- Estructura de granito en la del CEM frente a estructura de acero en la del NPL.
- Corrección del índice de refracción mediante compensadores de longitud de onda en la del CEM.
- Flotadores con retroreflectores en la del CEM, frente a ojos de gato en la del NPL.

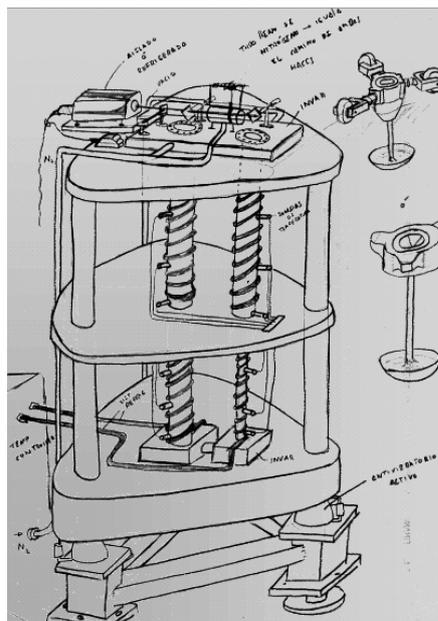


Figura (3, 2). Borrador de diseño de la columna de mercurio del CEM

El manobarómetro de mercurio por interferometría láser del CEM se ha diseñado para trabajar desde 1 kPa hasta 120 kPa (en modos relativo, absoluto y diferencial) con presiones de línea de hasta 380 kPa, ver Figura (3, 3). Sus principales características son:

- a) Estructura de granito.

- b) Dos tubos de acero inoxidable 304 de 110 mm de diámetro interior y 750 mm de altura.
- c) Control de temperatura.
- d) Medida de la diferencia de altura por interferometría láser contra retroreflectores flotantes.
- e) Compensación automática de la longitud de onda.
- f) Funcionamiento automático.



Figura (3, 3). Manobarómetro de mercurio con interferometría láser.

3.2.1. Estructura.

La estructura del manobarómetro está totalmente hecha de granito y ha sido instalada sobre una base de hormigón cimentada independientemente del edificio. Esta ha sido construida tomando como base los resultados del análisis de vibraciones realizado por CEMIN –FFII [3, 2], con el propósito de minimizar la influencia de dichas vibraciones.

El estudio se hizo mediante la realización de ensayos en el lugar donde se iba a situar la columna y en el laboratorio primario de masa donde se encuentra una cimentación similar a la que se prevé se va a requerir para la columna de mercurio. Como elemento de medida se utilizaron tres acelerómetros ligados rígidamente a tres de las caras de un cubo, correspondientes a las direcciones espaciales. Además se provocaron perturbaciones externas,

como pasos, saltos, utilización de montacargas y uso de carretillas, para caracterizar las posibles vibraciones producidas por actividades en el lugar de emplazamiento, Figura (3, 4).

Del estudio de vibraciones se determino la necesidad de realizar una cimentación independiente de 2 metros de profundidad con 1 metro de hormigón sobre 1 metro de lecho de arena, Ver Figura (3, 5).

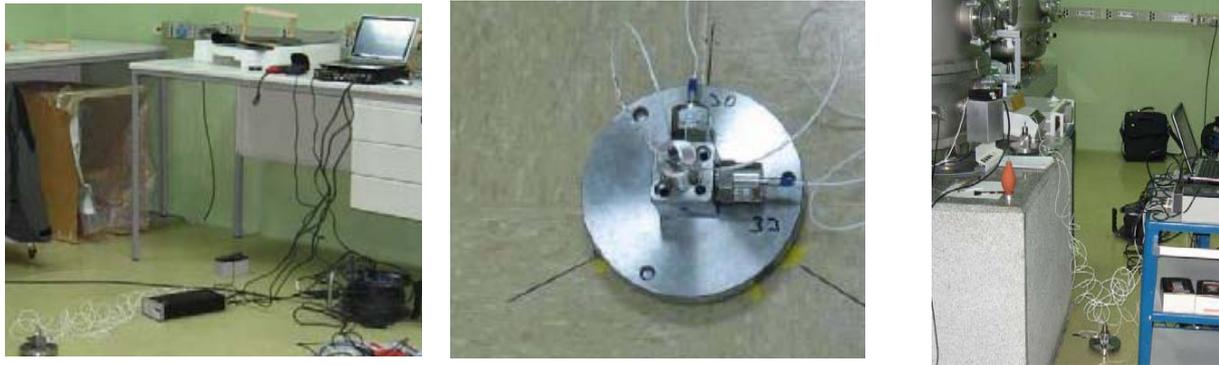


Figura (3, 4) a, b y c. Estudio de vibraciones. (a – Ubicación de la columna; b – sistema de posicionamiento de los acelerómetros y c – laboratorio primario de masa)

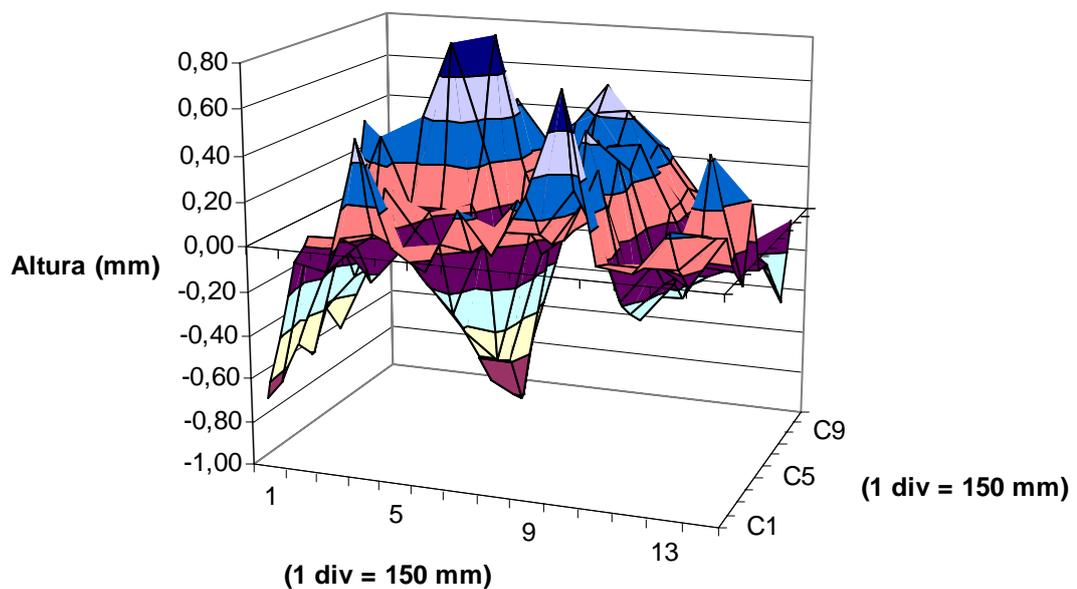


Figura (3, 5) a y b). Cimentación independiente en el lugar de instalación de la columna.

Previo a la colocación de la base se tuvo que evaluar la planitud de la cimentación mediante técnicas topográficas y realizar un ajuste de la misma para garantizar un contacto adecuado entre la base de granito y la cimentación de hormigón. Ver Gráfica (3, 1).

Se escogió granito como material estructural por su facilidad de mecanizado, especialmente en operaciones de planitud, y por su alta estabilidad térmica.

Planitud de la base de hormigón de la Columna de Hg



Gráfica (3, 1). Topografía de la cimentación.

En la base inferior se mecanizó un cajeadado con forma de bandeja para recoger el mercurio en caso de derrame o fuga del mismo, como muestra la Figura (3, 6).



Figura (3, 6). Base de granito de la columna de Hg.

Los soportes de los tubos son de granito y están localizados en una base de granito de (2 m x 1,6 m x 0,2 m). Una estructura en forma de U, montada sobre la base, soporta una mesa en la cual se localiza el sistema interferométrico, dos mesas adicionales soportan las cajas donde están instalados los compensadores de la longitud de onda. Todas estas mesas son ajustables permitiendo la nivelación de los tubos y el ajuste de la interferometría (Figura (3, 7)).



Figura (3, 7). Estructura de la Columna de Hg.

3.2.2. Temperatura.

Con el fin de asegurar una temperatura de 20 °C en todo el mercurio, agua a temperatura controlada fluye por un circuito cerrado alrededor de los tubos y las cajas donde están localizados los compensadores de la longitud de onda. Para controlar la temperatura se utiliza un baño termostático dotado de una bomba que hace circular el agua, Figura (3, 8). El tubo que une las dos columnas también está rodeado por otro tubo por el que también circula el agua.



Figura (3, 8). Circuito de agua.

La temperatura y su estabilidad se miden con resistencias termométricas de platino, dos Pt25 para la medida de la temperatura y seis Pt100 para el control de la estabilidad. Todas están distribuidas uniformemente a diferentes alturas. Además hay otras tres Pt100, una de ellas está conectada al baño para controlar su temperatura y las otras dos sirven para evaluar la diferencia entre la temperatura del mercurio y la temperatura exterior.

Se han mecanizado varios pocetes longitudinales a lo largo de la pared de los tubos con el fin de localizar tres Pt100 y una Pt25 en cada tubo a diferentes alturas y en diferentes generatrices. Las Pt25 se localizan a mayor profundidad, para garantizar que siempre están lo más cercanas posibles al mercurio, Figura (3, 9).

El valor de la temperatura del mercurio se considera como la media de las temperaturas indicadas por las dos Pt25. Las Pt100 se utilizan para determinar la uniformidad de la temperatura, que será considerada en el cálculo de incertidumbres.

La mayor contribución a la incertidumbre por temperatura es debido a su falta de uniformidad. Siendo su valor máximo registrado menor que ± 20 mK.

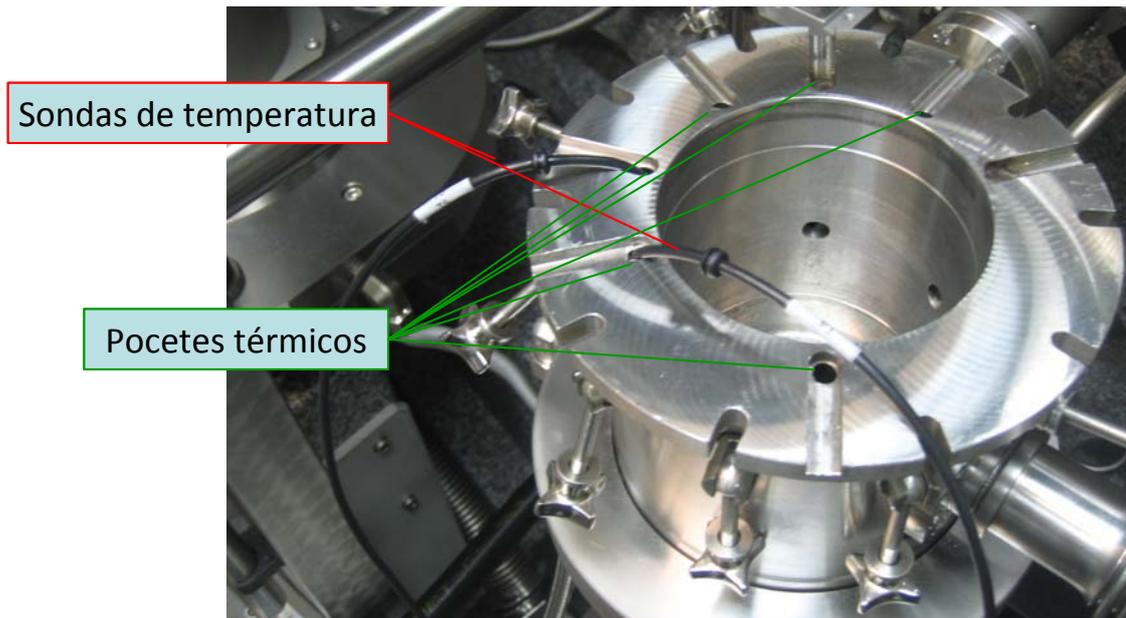


Figura (3, 9). Distribución de los pocetes térmicos.

3.2.3. Densidad del mercurio.

El mercurio utilizado proviene de las minas de Almadén y ha sido purificado por destilación. Inicialmente fue tridestilado en origen y posteriormente antes de llenar la columna en el CEM se destiló dos veces más. El destilador utilizado es del área de temperatura y es el mismo que se empleó para la tesis doctoral “Construcción y optimización de células del punto triple del mercurio y su realización”, de D. del Campo [3, 3]. Tanto el destilador como los recipientes donde se acumula el mercurio destilado son de vidrio de borosilicato debido, por un lado, a su resistencia a choques térmicos y a fuerzas de contracción y expansión a las que debe someterse en los procesos de solidificación y fusión; por otro lado, a su facilidad de manejo, limpieza y sellado. La Figura (3, 10) muestra un esquema del destilador utilizado. A una presión de 101 325 Pa, la ebullición del mercurio se produce a una temperatura de 356,623 °C, al realizarse en condiciones de vacío es suficiente con mantener la temperatura entre 240 °C y 280 °C. Este valor se alcanza gracias a un horno y a una manta térmica.

Para evitar el escape de los vapores de mercurio se empleó una trampa fría que puede trabajar tanto con nieve carbónica como con nitrógeno líquido y un filtro de carbón en la salida de la bomba de vacío.

El producto restante de la bidestilación en el CEM fue analizado por el Instituto Geológico y Minero de España (IGME) según el método descrito en [3, 4]. La masa total de mercurio antes de la destilación fue de 110,218 kg. Las concentraciones encontradas en el residuo se muestran en la Gráfica (3, 2). Con una concentración total de impurezas de 24,97 ng/g, del mercurio previo a su última destilación, se puede considerar que el mercurio es puro.

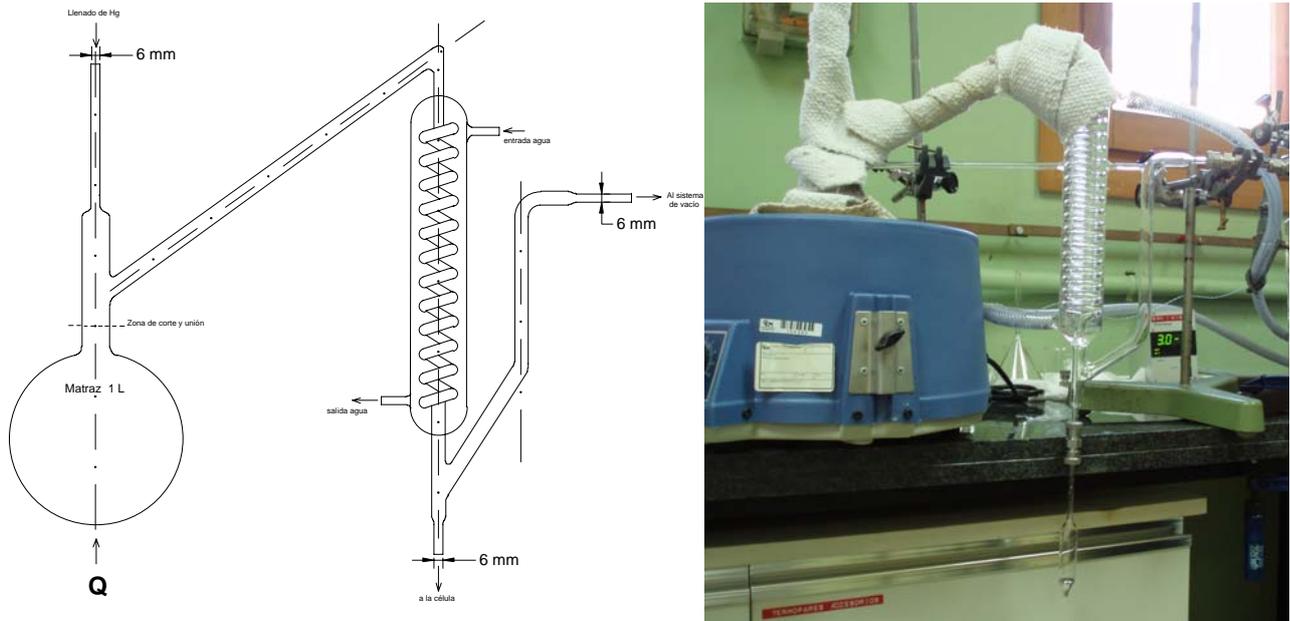
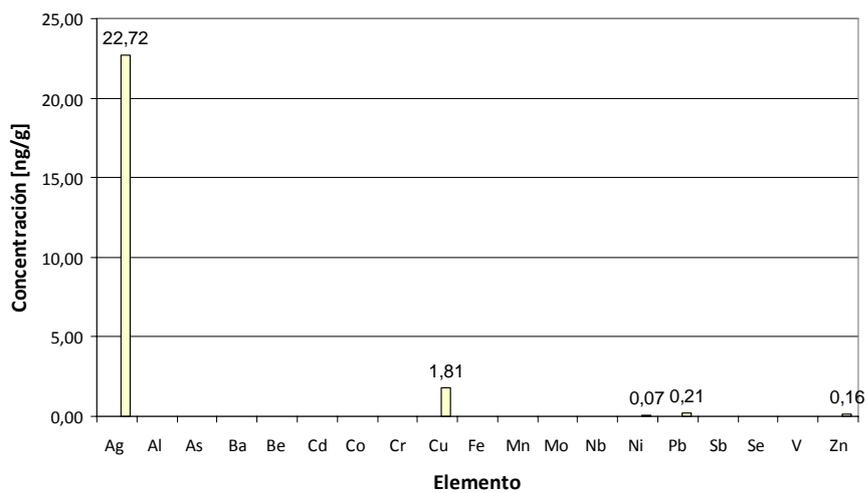


Figura (3, 10). Sistema de destilación.

Residuos del mercurio



Gráfica (3, 2). Análisis residual del mercurio

Antes de llenar la columna se limpió y desengrasó el interior de los tubos que van a estar en contacto con el mercurio. El método utilizado ha consistido en el lavado con una disolución de ácido nítrico al 60 % durante 24 horas y sustitución por una nueva disolución durante otras 24 horas. Después de esto se han lavado los tubos tres veces con agua destilada y se han secado mediante la aplicación de vacío con una bomba rotatoria de doble etapa durante 7 días, [3, 5].

El llenado de la columna se realizó en condiciones de vacío para impedir la disolución de burbujas de aire en el mercurio, Figura (3, 11). Esta operación es sumamente importante para conseguir un comportamiento óptimo del mercurio. Para ello previo al llenado, se hizo vacío en el interior de la columna y en todo el circuito de llenado, mediante la utilización del sistema de bombeo de la columna y una bomba de vacío adicional, del tipo rotatoria de doble etapa, para el vaciado del circuito de llenado.



Figura (3, 11). Proceso de llenado de la columna de mercurio.

Gracias a la pureza del mercurio, no es necesario determinar su densidad experimentalmente, pudiendo asignar el valor de la densidad del mercurio puro, definido en la ITS 90 [3, 6] ($\rho_{Hg}(20\text{ }^{\circ}\text{C}, p_0) = 13\ 545,854\ \text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$). Además la ITS 90 define la función (3,3), que es

su ecuación de estado, la cual nos permite corregir los valores de densidad en función de la presión y la temperatura.

$$\rho_{\text{Hg}}(t_{90}, \bar{p}_{\text{Hg}}) = \frac{\rho_{\text{Hg}}(t_{90}, p_0)}{\left[1 + A(t_{90} - 20) + B(t_{90} - 20)^2\right] \left[1 - \chi(\bar{p}_{\text{Hg}} - p_0)\right]} \quad (3,3)$$

donde: $A = 1,812 \cdot 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, $B = 8 \cdot 10^{-9} \text{ } ^\circ\text{C}^{-2}$, $\chi = 4 \cdot 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$ y $p_0 = 101\,325 \text{ Pa}$.

Después de analizar los valores experimentales de acuerdo con Bettin [3, 7], ver Tabla (3, 1) y Tabla (3, 2) se puede asumir una contribución a la incertidumbre de $\pm 2 \cdot 10^{-6} \cdot \rho(20 \text{ } ^\circ\text{C}, p_0)$, para el mercurio puro procedente de Almadén, encontrándose una diferencia entre el valor de la densidad dado por la ITS-90 y los valores experimentales para el mercurio procedente de Almadén, un orden de magnitud por debajo.

Tabla (3, 1). Valores históricos experimentales de la densidad del mercurio a 20 °C

Nº	Nombre de la muestra	Origen de la muestra	Año de purificación	Densidad kg/m³	Incertidumbre $10^{-6} \rho_{\text{Hg}}$	Institución	Año	Investigador
1	A	Almadén (España)	<1956	13545,858	0,5	NPL	1956	Cook
2	B	?	<1956	13545,857	0,5	NPL	1956	Cook
3	C	México	<1956	13545,853	0,5	NPL	1956	Cook
4	D	España	<1956	13545,867	0,5	NPL	1956	Cook
5	A			13545,855	0,5	NPL	1958/59	Cook
6	B			13545,846	0,5	NPL	1958	Cook
7	C			13545,849	0,5	NPL	1958	Cook
8	E	España	<1958	13545,869	0,5	NPL	1958	Cook
9	NSL	?	<1959	13545,859	0,5	NPL	1959	Cook
10	NBS	USA, NBS stock	1958	13545,852	0,5	NPL	1959	Cook
11	VNIIM 1	Aktaschk	<1968	13545,850	2,5	VNIIM	<1968	Kusmenkov
12	VNIIM 2	Aktaschk	<1968	13545,930	2,5	VNIIM	<1968	Kusmenkov
13	VNIIM 3	Nikitowsk	<1968	13545,860	2,5	VNIIM	<1968	Kusmenkov
14	ASMW 1	España	<1971	13545,830	0,5	ASMW	1971	Fürtig
15	ASMW 1			13545,833	0,75	ASMW	1977	Adametz
16	ASMW 1			13545,839	0,5	ASMW	1990	Sommer
17	ASMW 1			13545,836	0,5	PTB	1991	Sommer
18	ASMW 2	?	<1976	13545,848	0,75	ASMW	1976/1977	Adametz
19	ASMW 2			13545,860	1	ASMW	1979	Adametz
20	ASMW 2			13545,867	1	ASMW	1981	Adametz
21	VNIIFTRI	China	?	13545,832	0,5	ASMW	1989	Adametz
22	NIST	NBS stock	1958	13545,840	0,5	ASMW	1990	Adametz
23	ASMW 5	?	?	13545,839	0,5	ASMW	1990	Adametz
24	ASMW 2			13545,878	3	PTB	2001	Bettin
25	IMGC Barom.	NBS stock	1958	13545,881	3	PTB	2003	Bettin

Tabla (3, 2). Análisis de los valores históricos experimentales de la densidad del mercurio a 20 °C.

ITS- 90	ρ_{Hg}	13545,854	kg/m ³	
Todos los datos:	media	13545,856	kg/m ³	Distribución normal
	s	0,02	kg/m ³	
	u(ρ_{Hg})	0,004	kg/m ³	
	U(ρ_{Hg}), k = 2	0,008	kg/m ³	
	W(ρ_{Hg}), k = 2	6,12E-07	kg/m ³	
	Máximo	13545,930	kg/m ³	Distribución rectangular
	Mínimo	13545,830	kg/m ³	
	u(ρ_{Hg})	0,029	kg/m ³	
U(ρ_{Hg}), k = 2	0,058	kg/m ³		
W(ρ_{Hg}), k = 2	4,26E-06	kg/m ³		
Datos España	media	13545,856	kg/m ³	Distribución normal
	s	0,02	kg/m ³	
	u(ρ_{Hg})	0,010	kg/m ³	
	U(ρ_{Hg}), k = 2	0,021	kg/m ³	
	W(ρ_{Hg}), k = 2	1,53E-06	kg/m ³	
	Máximo	13545,869	kg/m ³	Distribución rectangular
	Mínimo	13545,830	kg/m ³	
	u(ρ_{Hg})	0,0113	kg/m ³	
U(ρ_{Hg}), k = 2	0,023	kg/m ³		
W(ρ_{Hg}), k = 2	1,66E-06	kg/m ³		
Diferencia de ITS-90 a Datos Hg de España		0,002	kg/m ³	
		1,48E-07	x ρ_{Hg} kg/m ³	

3.2.4. Aceleración de la gravedad.

La determinación de la gravedad absoluta se realizó con un gravímetro absoluto FG5 que utiliza un láser primario de yodo ¹²⁷I₂ como referencia (iodine-stabilized laser), que es altamente estable con respecto a las influencias externas, orientado verticalmente, Figura (3, 12). La exactitud en valor relativo del láser es de 2,5 10⁻¹¹ que sería el equivalente en valores de gravedad a 0,2 μGal (1 cm.s⁻² = 1 Gal). El gravímetro en conjunto tiene una incertidumbre estimada de 1,1 x 10⁻⁸ m.s⁻², teniendo las medidas una desviación típica de 5 μGal a 8 μGal.

Todos los datos del valor de la gravedad determinados llevan una corrección por las mareas de la Tierra y por la presión local del aire, pero no por los efectos de la masa de los océanos.

Las mediciones realizadas han consistido en:

- Determinar el valor de aceleración de la gravedad “g” en el lugar del laboratorio donde se considera que irá instalada la columna de mercurio, así como en otro punto a 10 m de distancia en la horizontal.

- Determinar el gradiente de gravedad en la dirección vertical, valor que sería decisivo para hacer la corrección de la densidad del mercurio a lo largo de las distintas ramas.
- Se han repetido las medidas de la gravedad a fin comprobar el valor del cambio de la gravedad a lo largo del tiempo comprobando que el cambio es del orden de $1 \mu\text{Gal}$ por año.

El valor de la aceleración de la gravedad se ha medido con incertidumbre inferior a $0,003 \times 10^{-6} \cdot g$, $k=2$, la Tabla (3, 3) muestra los resultados obtenidos. Se asigna una contribución de $0,2 \times 10^{-6} \cdot g$, dado que se considera despreciable.

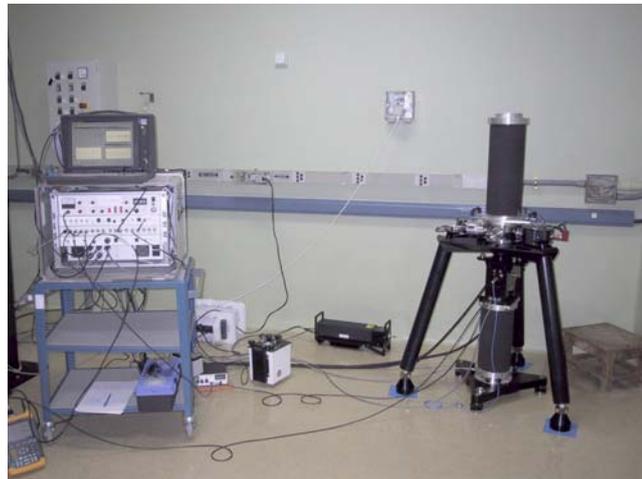


Figura (3, 12). Medida del valor de al aceleración de la gravedad.

Tabla (3, 3). Resultados de la medida de la gravedad.

Localización	Gravedad	U(g)	Gradiente	U(gradiente)	Cota ^(*)
	<i>g</i>	<i>k = 2</i>		<i>k = 2</i>	
	<i>m/s²</i>	<i>m/s²</i>	<i>s⁻²</i>	<i>s⁻²</i>	<i>m</i>
Lugar de colocación de la columna	9, 799 498 42	3×10^{-8}	$- 2,81 \times 10^{-6}$	3×10^{-8}	1,30
A 10 m del lugar de colocación de la columna	9, 799 498 72	3×10^{-8}	$- 2,70 \times 10^{-6}$	3×10^{-8}	1,31

^(*) Sobre el suelo.

3.2.5. Altura.

Existen diferentes técnicas para determinar la diferencia de altura entre superficies del mercurio y estas pueden ser determinantes a la hora de establecer la exactitud de la columna, además de tener influencias en el mantenimiento de la uniformidad térmica. Entre las principales técnicas están:

- Detección eléctrica.
 - Por contacto directo
 - Mediante técnicas capacitivas.
- Detección y medida óptica.
 - el uso de franjas de luz blanca,
 - la medida con interferometría sobre retrorreflectores montados en flotadores,
 - la interferometría sobre la superficie del mercurio
- Detección y medida ultrasónica.

Entre las técnicas eléctricas, la detección capacitiva usada en algunas columnas comerciales como la fabricada por “Schwien engineering inc” es probablemente la mejor técnica eléctrica de detección de las superficies del mercurio, mejorando la exactitud desde los 5 μm de la detección mediante contacto directo a 1 μm . En este tipo de columnas normalmente se usan dos depósitos de gran diámetro, aproximadamente 100 mm, unidos por un tubo flexible de pequeño diámetro. Uno de los depósitos es fijo y el otro se desplaza verticalmente para compensar la variación de la presión en el depósito fijo, manteniendo constante la distancia entre la superficie del mercurio y un disco que hace de placa de un condensador. El uso de esta técnica presenta algunas ventajas como la reducción de las perturbaciones por vibración y los efectos de capilaridad al usar grandes cisternas, Figura (3, 13).

Algunos Institutos Nacionales de Metrología, como el Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB - Alemania) [3, 8] o el Institut National de Métrologie (INM - Francia) [3, 9] han usado esta técnica en sus columnas de mercurio construidas a partir de la comercial.

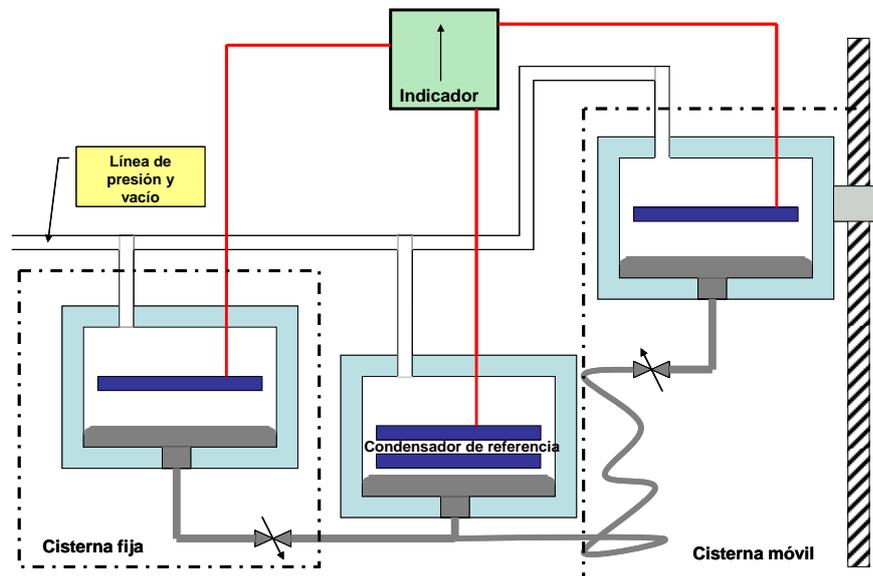


Figura (3, 13). Sistema de detección capacitivo.

De las técnicas ópticas, lo primero que se podría pensar es que la solución más sencilla es usar la superficie del mercurio como un espejo y aplicar interferometría láser, sin embargo esta solución es muy compleja debido a la alta viscosidad del mercurio y la inestabilidad de su superficie.

El uso de franjas de luz blanca se apoya en el uso de un interferómetro de Michelson. La franja de luz puede ser detectada solo cuando el recorrido óptico de sus dos brazos es igual. Si uno de los brazos, el de la superficie del mercurio, se ilumina con luz blanca y el otro brazo mediante un láser sobre un espejo montado en un carro. Se puede determinar la posición del mercurio y por lo tanto la longitud, desplazando el carro hasta que se produzcan las franjas. En ese momento el recorrido del láser sobre el espejo será igual al recorrido de la luz blanca sobre la superficie del mercurio, ver Figura (3, 14). Esta técnica ha sido utilizada en varias columnas como las del National Research Laboratory of Metrology (NRLM - Japón) [3, 10] - [3, 11] o la del propio Bureau Internacional de Pesas y Medidas (BIPM) [3, 12]. La incertidumbre en la medida de la altura se encuentra entre $0,4 \mu\text{m}$ y $0,7 \mu\text{m}$.

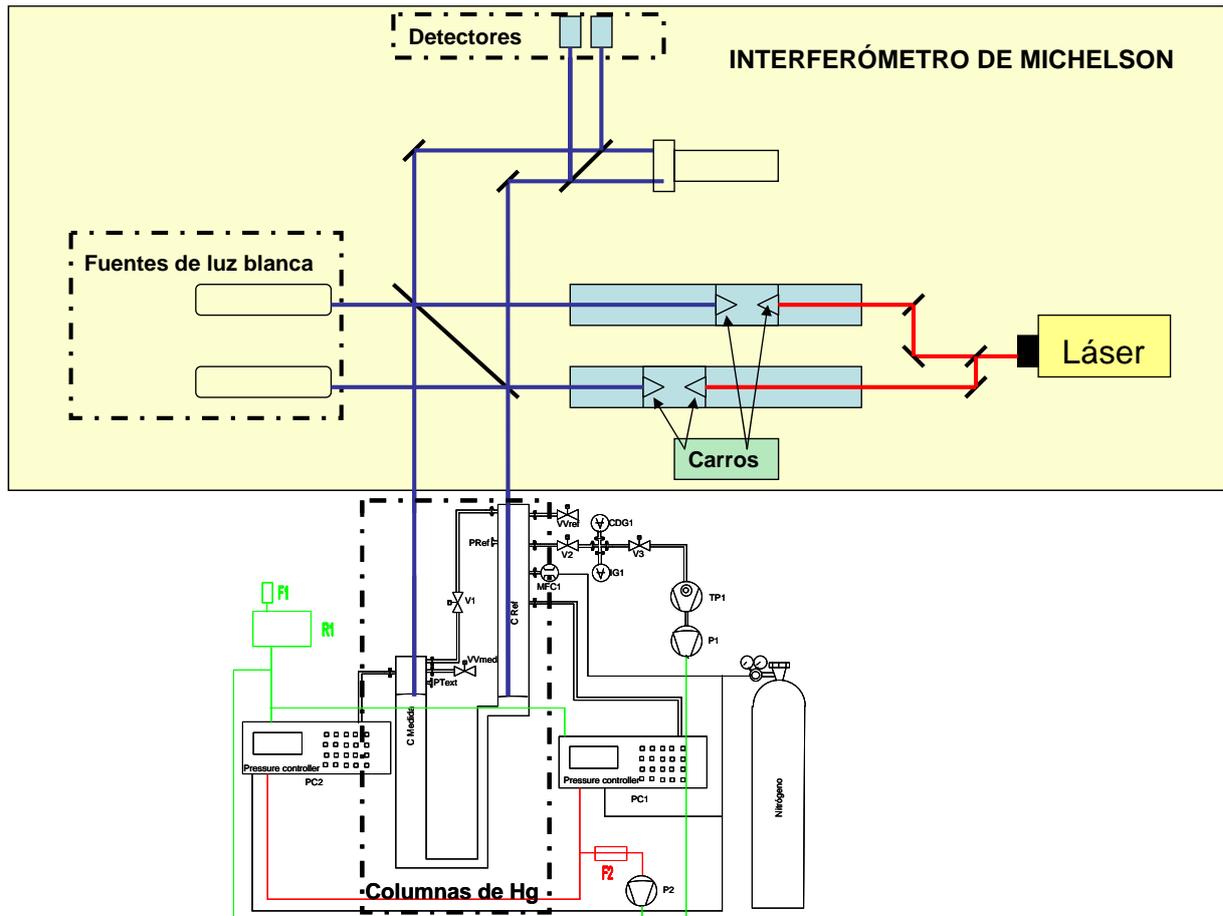


Figura (3, 14). Esquema de un sistema de detección y medida con franjas de luz blanca.

El uso de retroreflectores sobre flotadores sirve para reducir las perturbaciones de la superficie del mercurio. Su principal ventaja es que los flotadores siguen la superficie del mercurio, pero presentan algunas desventajas como cambios en su línea de flotación con la variación de la presión. Estas desventajas han tratado de ser solucionadas mediante el diseño de distintos tipos de flotadores. La Figura (3, 15) muestra el flotador utilizado en la columna de Materials Research Laboratories (Australia) [3, 13], que consiste de un cuerpo de acero inoxidable en el cual se enrosca una pesa de carburo de tungsteno. El nivel de flotación se ajusta de manera que una película de aproximadamente 2 mm de espesor se forme en el centro, esto minimiza las vibraciones del mercurio. Tres agujeros en el cuerpo de acero inoxidable facilitan el paso del mercurio a la piscina central. El flotador se centra en los tubos mediante tres pivotes de teflón. En la parte superior del flotador hay montada una lente para enfocar el haz del láser en la superficie del mercurio, formando un retro-reflector u ojo de gato. La lente está montada en un tubo con ajuste vertical para facilitar el enfoque. Otras columnas con este tipo de

flotador son las de National Physical Laboratory (NPL – Reino Unido) y Commonwealth Scientific and Industrial Research Organisation (CSIRO - Australia). Con este diseño se consiguen incertidumbres en la medida de la altura de $0,6 \mu\text{m}$.

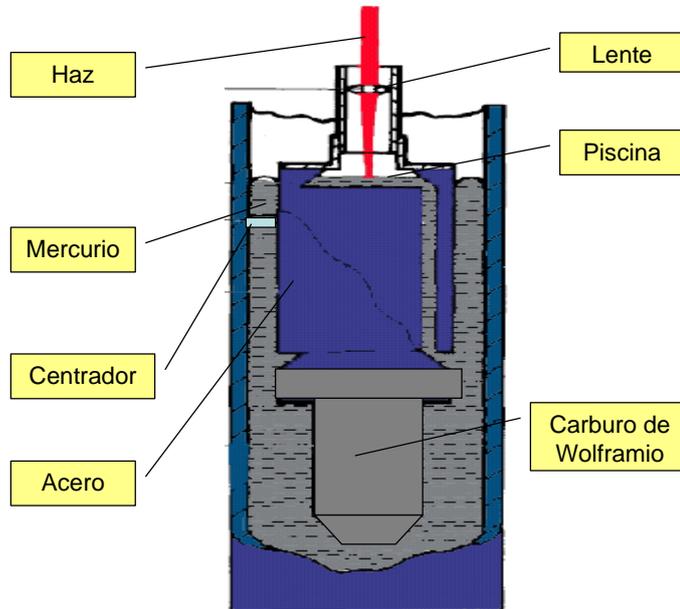


Figura (3, 15). Flotador de la columna de Materials Research Laboratories (Australia)

Otros diseños de flotador son los utilizados por el Instituto di Metrologia “G. Colonnetti” (IMGC – Italia) para sus columnas y la desarrollada para el Centro Nacional de Metrología de México (CENAM - México) [3, 14] - [3, 15]. En la que unos retroreflectores del tipo “cube-corner” alojados en cilindros de titanio se apoyan en discos de cristal que flotan sobre la superficie del mercurio, con un masa total de aproximadamente 2,4 g. Los discos son centrados mediante otros discos exteriores al mercurio de acero inoxidable. La incertidumbre es del orden de $1,5 \mu\text{m}$. La Figura (3, 16) muestra el flotador de la columna HG-5 del IMGC.

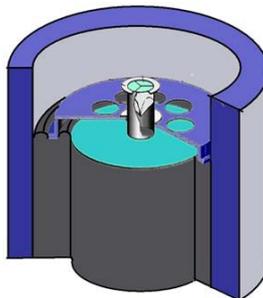


Figura (3, 16). Flotador de la columna HG-5 del IMGC (Italia)

La medida directa sobre la superficie del mercurio no se ha utilizado para medir directamente la diferencia de altura en columnas de mercurio, pero se ha aplicado para medir la velocidad del sonido en el mercurio, como describe Tilford [3, 16], y mediante sistemas interferométricos láser de dióxido de carbono se podrían conseguir incertidumbres del orden de $0,08 \mu\text{m}$. Sin embargo esta técnica es muy difícil de aplicar a consecuencia de las vibraciones del mercurio.

Por último, la técnica de detección y medida ultrasónica consiste en aplicar ultrasonidos generados por transductores localizados en el fondo de los tubos de la columna. Los ultrasonidos viajan hacia la superficie del mercurio y son reflejados, retornando a los transductores que los detectan. La principal desventaja de esta técnica es que la exactitud de la longitud de onda del ultrasonido depende de la incertidumbre de la velocidad del sonido y que el coeficiente de temperatura de la velocidad del sonido es dos veces mayor que el propio coeficiente de temperatura de la densidad del mercurio, por lo que incertidumbre es del orden de 6×10^{-6} por la longitud medida.

En resumen aunque la técnica más exacta es la medida directa, dada su complejidad las técnicas más usadas son la medida sobre retrorreflectores y el uso de franjas de luz blanca.

En el caso de la columna de CEM optamos por medir la diferencia de altura entre las superficies del mercurio usando un sistema interferométrico láser contra retrorreflectores montados en sendos flotadores.

Normalmente cuando las medidas interferométricas se realizan en aire en condiciones atmosféricas se utiliza la ecuación experimental, formulada inicialmente por Edlèn [3, 17], [3, 18] y [3, 19], para calcular la compensación por refracción. Pero en el caso de la columna una parte del recorrido del haz del láser se produce en el interior de los tubos, en cuyo interior hay nitrógeno, por ese motivo hay que buscar soluciones complementarias. Entre las diversas posibilidades, utilizar otra ecuación como el IMGCC, que asume que la refractividad es proporcional a la densidad del mercurio y la calcula en base a datos experimentales [3, 20]; o algún otro medio de compensación. Finalmente, como aspecto novedoso de nuestra columna, se decidió colocar dos compensadores de longitud de onda colocados en sendas cajas

conectadas a cada una de las columnas para garantizar las mismas condiciones ambientales que las columnas que contienen el mercurio. La Figura (3, 17) muestra la configuración del sistema de medida de la altura. Este sistema ya se había utilizado previamente con resultados satisfactorios por el CEM en el comparador de bloques dimensionales de gran longitud del laboratorio de longitud.

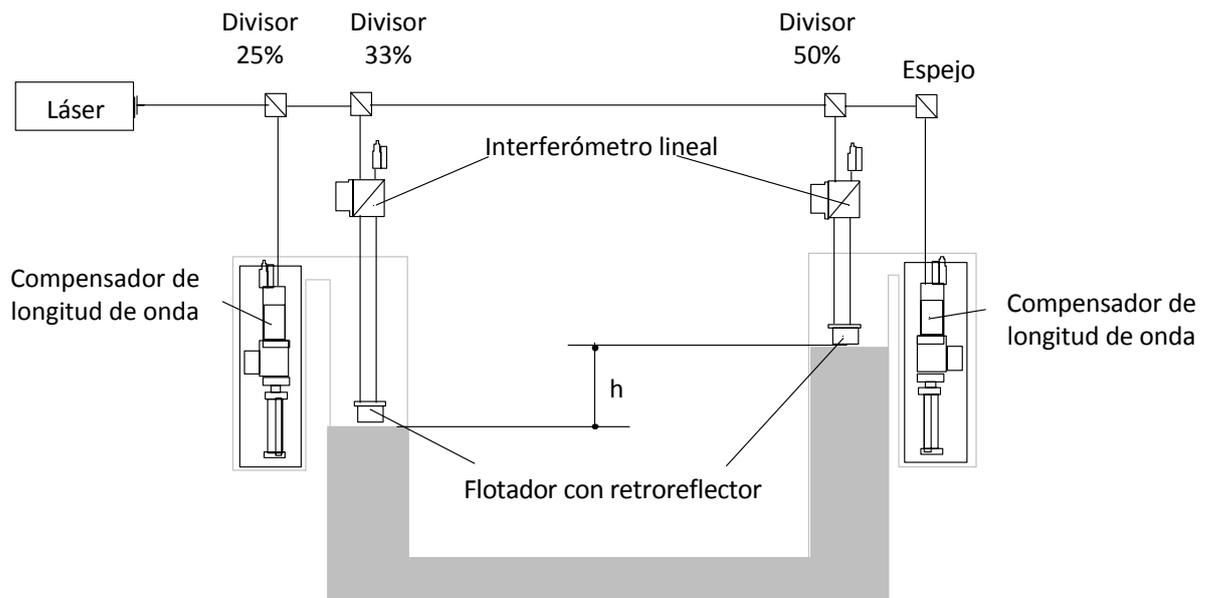


Figura (3, 17). Sistema de medida de la diferencia de altura

La longitud de onda puede ajustarse bajo condiciones de vacío o en condiciones de presión atmosférica. Cuando la columna trabaja en modo absoluto, normalmente, se ajusta en condiciones de vacío. Para ello se aplica un valor de vacío en las dos columnas inferior a 50 Pa y en ese momento se hace el cero del sistema interferométrico. El valor certificado de longitud de onda del láser en el vacío obtenido mediante calibración se usa como valor de referencia. Al variar la presión en alguna de las columnas la indicación del compensador de la longitud de onda varía. Su valor se usa para compensar el valor de la longitud de onda en el vacío.

$$CIR_{t,(p=0)} = \frac{L_t}{\lambda_0 \frac{C_t}{128} + \frac{L_t}{c_p}} \quad (3,4)$$

Calculando la variación de la altura mediante (3,3).

$$\Delta h = \left(\frac{C \cdot \lambda_0}{64} + Dp \right) CIR_{t,(p=0)} - Dp \quad (3,5)$$

Cuando la columna trabaja en modo relativo o diferencial es más fácil, realizar el ajuste de cero de la interferometría a presión atmosférica. En ese momento las columnas están abiertas a la atmósfera y por lo tanto se puede utilizar las ecuaciones de Edlèn, (3,6), (3,7) y (3,8), para corregir el valor certificado de la longitud de onda del láser en vacío y obtener el valor a presión atmosférica.

$$(n-1)_p = \frac{p(n-1)_s}{96\,095,43} \times \frac{[1 + 10^{-8}(0,601 - 0,00972t_{90})p]}{(1 + 0,0036610t_{90})} \quad (3,6)$$

donde la presión se introduce en Pa y la temperatura en °C.

$$(n-1)_s \times 10^8 = 8342,54 + 2406147[130 - \sigma^2]^{-1} + 15998[38,9 - \sigma^2]^{-1} \quad (3,7)$$

con σ en μm^{-1} .

$$n_{ipf} - n_p = - p_{sv} \times [3,7345 - 0,0401\sigma^2] \times 10^{-10} \quad (3,8)$$

siendo:

$$p_{sv} = e^{1,2378847 \times 10^{-5} T_r^2 - 1,9121316 \times 10^{-2} T_r + 33,93711047 - 6343,1645 / T_r} \quad (3,9)$$

donde n_{ipf} es la corrección del índice de refracción a presión atmosférica (CIR):

$$CIR = n_{ipf} \quad (3,10)$$

El valor de la longitud de onda a presión atmosférica se compensa con al indicación del compensador mediante (3,11), nótese que la ecuación a variado respecto a (3,4) al desaparecer la corrección debida a la presión e introducir en la ecuación el valor calculado mediante la ecuaciones de Edlèn.

$$CIR_{t,(p=atm)} = \frac{L_t}{\lambda_0 \cdot CIR \cdot \frac{C_t}{128} + L_t} \quad (3,11)$$

Calculando la variación de la altura mediante (3,12).

$$\Delta h = \left(\frac{C \cdot \lambda_0 \cdot CIR}{64} + Dp \right) CIR_{t,(p=atm)} - Dp \quad (3,12)$$

Otro aspecto a destacar en la medida de la altura es la utilización de retrorreflectores sobre flotadores que por un lado facilitan la realización de la medida, pero por otro la complican.

La principal ventaja es que absorben las vibraciones de la superficie del mercurio dando más estabilidad a la medida e impidiendo que durante las variaciones de presión se pueda perder el haz del láser.

El principal inconveniente es que la profundidad de inmersión de los flotadores no es sólo función de la densidad de los medios (mercurio, nitrógeno) sino que en su mayor medida es función de la tensión superficial del mercurio la cual tiene una dependencia directa de la presión como demuestra Hills, [3, 21].

Durante la fase de diseño de los flotadores se construyó un banco de pruebas para evaluar el comportamiento de diferentes diseños. Ver Figura (3, 18) a y b.

Los flotadores utilizados son de acero inoxidable y carburo de Wolframio con un diámetro de 100 mm, Figura (3, 19).

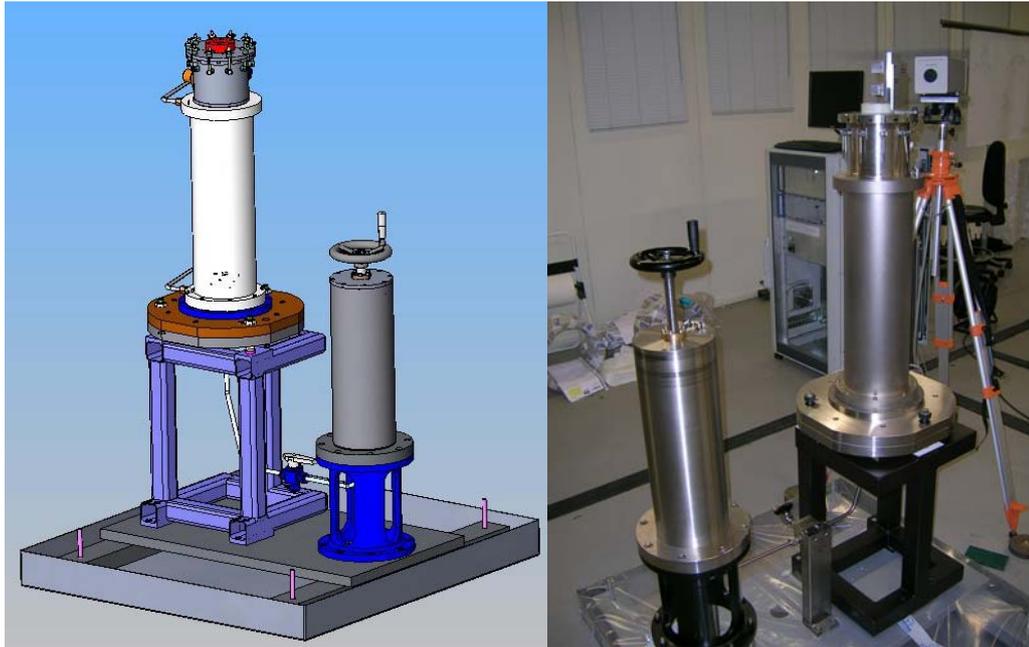


Figura (3, 18) a y b. Banco de pruebas

Se ha observado en nuestros flotadores, de gran masa y diámetro, un efecto de centrado en lo alto del mercurio, en contraposición a lo descrito por Tilford [3, 1]. Para otro tipo de flotadores, es decir, los flotadores de 100 mm de diámetro permanecen centrados dentro del tubo de 110 mm y el haz del láser mantiene su camino a pesar de las variaciones de presión.

El flotador hace que se requiera una corrección en la medida de la altura debido a la variación de la profundidad de inmersión del flotador de la columna de medida. Este efecto solo se da en la columna de referencia ya que en ésta la presión permanece constante durante todo el proceso de medida.

En definitiva la variación de la profundidad de inmersión del flotador depende de la presión y de la geometría del propio flotador. Su valor se determina experimentalmente utilizando la interferometría, variando la presión en ambas columnas cuando están comunicadas o en una sola cuando están aisladas. El resultado es una función no lineal condicionada por la geometría del flotador. La geometría del flotador se puede apreciar en la Figura (3, 20).



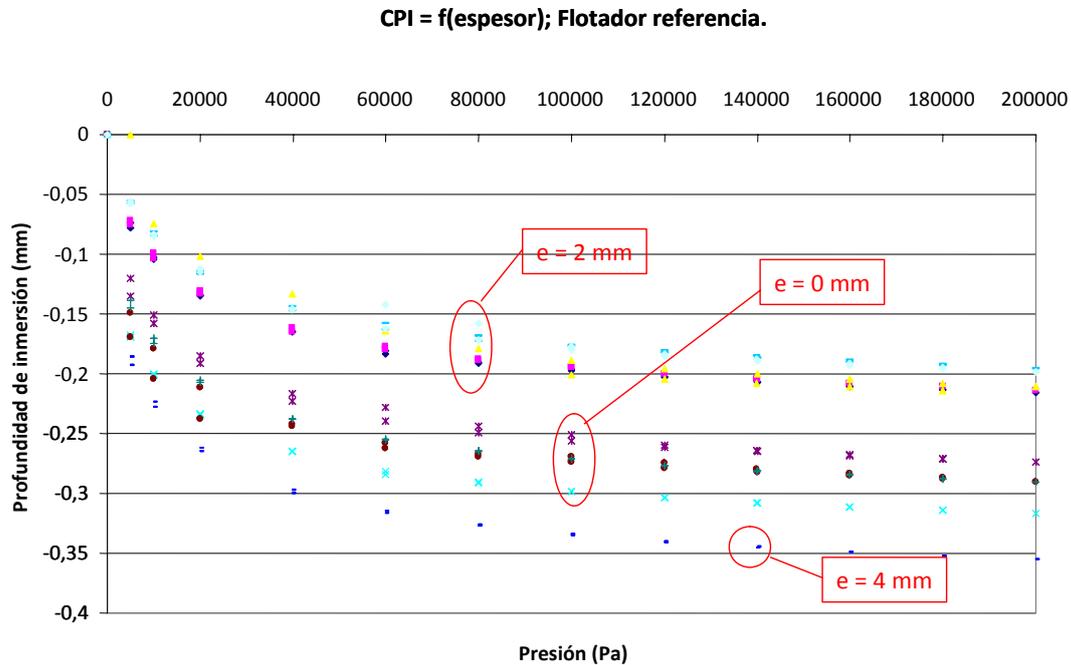
Figura (3, 19). Flotador

Para determinar el espesor “e” óptimo de los discos de carburos de tungsteno utilizados como lastres de los flotadores se han realizado varias determinaciones experimentales llegando a la conclusión de que el comportamiento no es repetitivo y depende de cada ensayo, por este motivo se hace necesario comprobar la repetibilidad de las medidas en cada serie de medidas, mediante el análisis de la repetibilidad del cero al inicio y al final. Al principio llegó a pensarse que un espesor de los discos de 2 mm y 4 mm, en las columnas de referencia y medida respectivamente, producía la corrección mínima (ver Gráfica (3, 3) y Gráfica (3, 4)), pero cuando finalmente se configuraron los flotadores con estos espesores se observaron variaciones en la columna de medida. Sin embargo, la variación relativa de la profundidad de inmersión por encima de 80 000 Pa si es constante. Para minimizar el efecto de la variación de la profundidad de inmersión se han definido varias ecuaciones de ajuste por tramos siendo el ajuste polinómico de 4º orden el que produce residuos mínimos.

Cuando se quitan todos los lastres de carburo de tungsteno se observa falta de repetibilidad en las medidas, lo que significa que el carburo de tungsteno mejora la estabilidad de las medidas.

La diferencia entre los valores experimentales y las ecuaciones de ajuste para el cálculo de la variación de la profundidad de inmersión, para los modos relativo y diferencial, se encuentra dentro de $\pm 0,0019$ mm, lo que contribuye a la incertidumbre con $\pm 0,25$ Pa. Siendo está la contribución dominante en al medida de la diferencia de altura. En modo absoluto la

repetibilidad de las medidas no es adecuada, por lo que habrá que seguir trabajando para mejorarla.



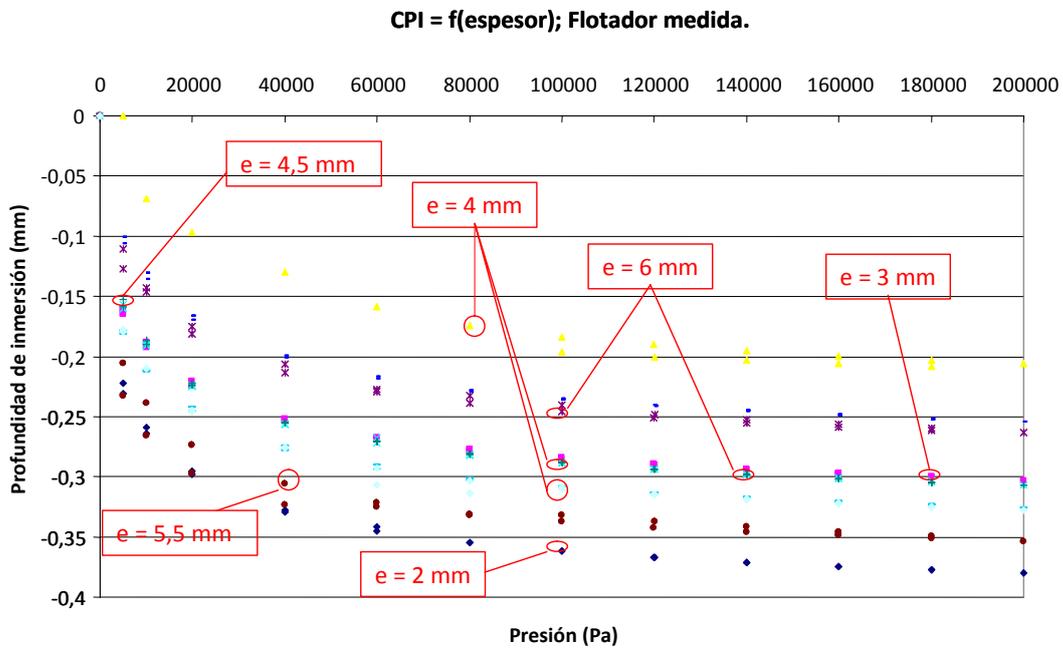
Gráfica (3, 3). Variación de la profundidad de inmersión del flotador de referencia en función de la presión y el espesor del lastre.

Otro efecto significativo observado es que dada la relación entre el diámetro del flotador y el diámetro interno del tubo (110 mm/ 100 mm) se producen efectos de histéresis en la columna que condicionan su funcionamiento. Para evitar la histéresis se debe operar solo en sentido ascendente y antes de hacer el cero de la interferometría se debe producir una depresión en la columna de medida para garantizar que previo al cero los meniscos del mercurio tienen la misma configuración que en el momento de las medidas.

Finalmente, la masa de los flotadores es de 1217,944 g el de referencia y 1342,270 g el de medida.

Otras alturas a tener en cuenta son las que hay entre las superficies del mercurio y los puertos de conexión entre la columna y los equipos a calibrar. Además hay que tener en cuenta que esta altura es variable ya que la superficie del mercurio cambia su posición debido a las variaciones de la presión. Para determinar esta altura se utiliza unos valores iniciales medidos mediante una sonda de profundidad y detección de la superficie del mercurio mediante

contacto eléctrico, Figura (3, 21) a, b y c. La incertidumbre asociada a su determinación, en todos los casos es inferior a 0,2 mm.



Gráfica (3, 4). Variación de la profundidad de inmersión del flotador de medida en función de la presión y el espesor del lastre.

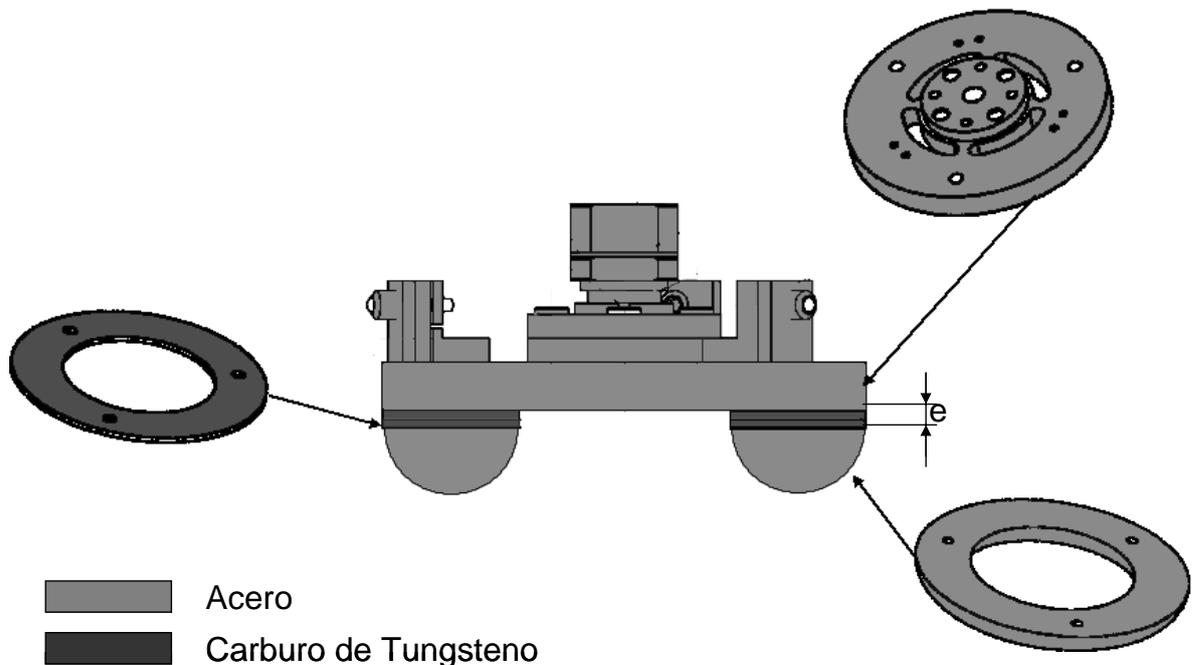


Figura (3, 20). Configuración del flotador

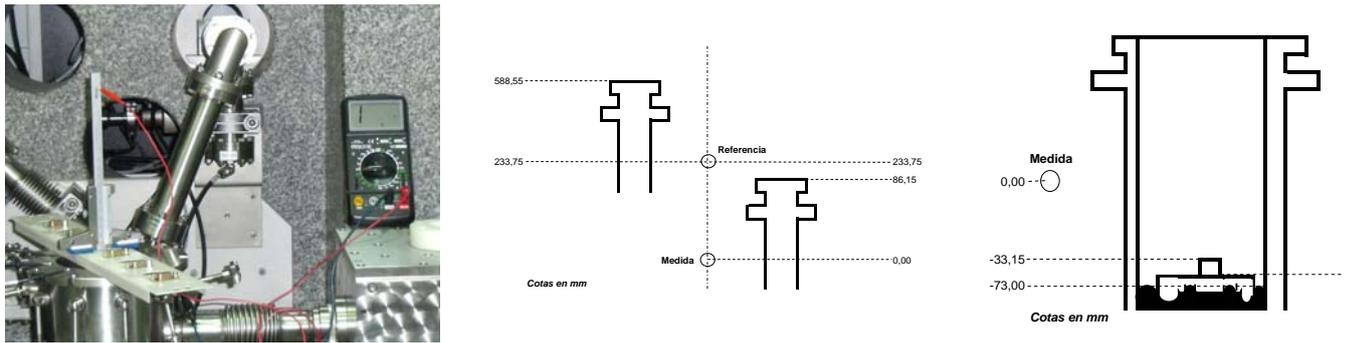


Figura (3, 21) a, b y c. Cotas de la columna de mercurio.

3.3. Modo de operación.

La columna de mercurio, como ya se dicho, opera en modo absoluto relativo y diferencial, siendo capaz de medir variaciones de presión desde 1 kPa Pa a 120 kPa con presiones de línea de hasta 380 kPa.

La columna se puede utilizar de forma manual o automática a través de un programa desarrollado en "Lab view". Ver Figura (3, 22). El control de la presión de la columna de medida siempre se hace con un controlador de presión. Sin embargo en la columna de referencia depende del modo de funcionamiento. En modo relativo no se realiza ningún control, ya que está permanece abierta a la atmósfera. En modo diferencial se hace con un controlador de las mismas características que el de la columna de medida y por último en modo absoluto existen dos posibilidades. La primera consiste en la regulación en dinámico, estableciendo un equilibrio entre la cantidad de moléculas que extrae el sistema de bombeo y las que aporta un controlador de flujo másico. La segunda consiste en la regulación en estático mediante la aplicación de vacío a través del sistema de bombeo, membrana turbomolecular, y el aislamiento del sistema de bombeo una vez alcanzado un valor de presión inferior a 5 Pa. La Figura (3, 23) muestra el esquema general de funcionamiento de de la columna, mientras que la Figura (3, 24) muestra el esquema de operación del sistema de regulación de la presión de referencia en modo absoluto.

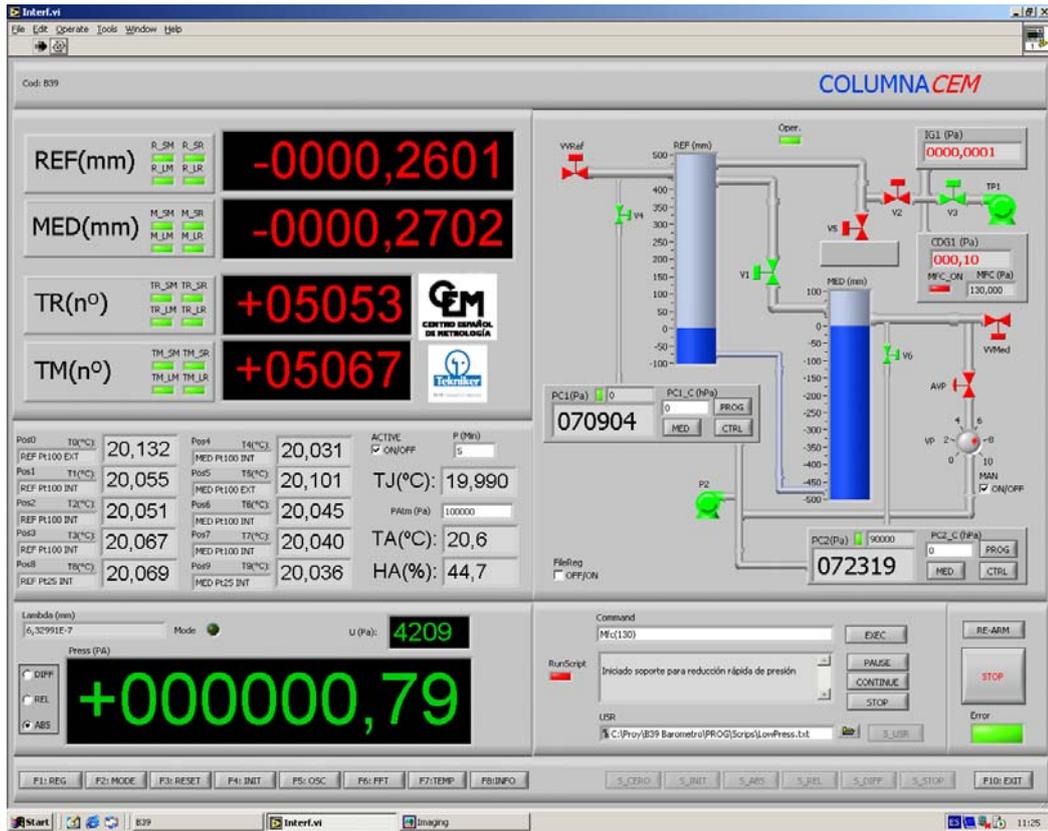


Figura (3, 22). Programa de control y medida de la columna de mercurio.

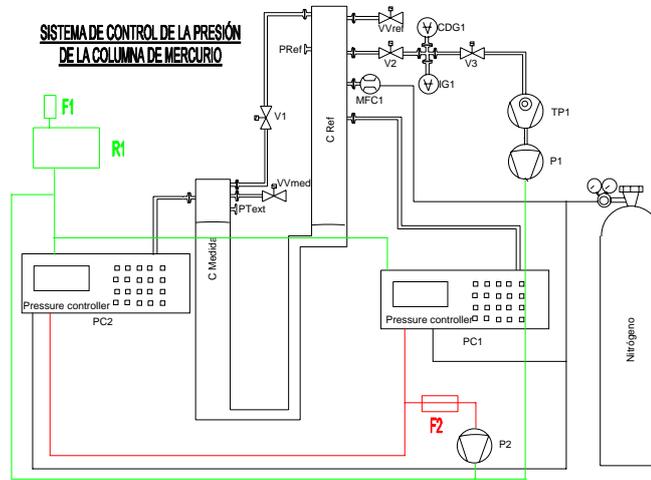


Figura (3, 23). Sistema de control de la presión.

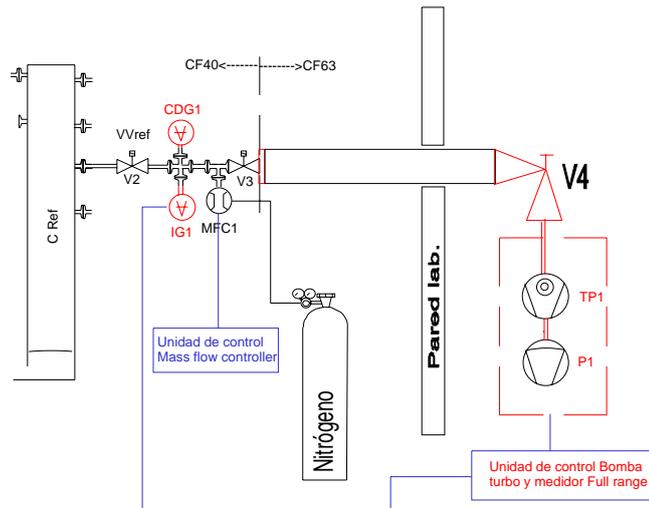


Figura (3, 24). Sistema de regulación y medida de la presión de referencia en modo absoluto.

Inicialmente, la regulación de valores de presión absoluta inferiores a la presión atmosférica era muy lenta, debido principalmente a la conductancia de los tubos de los controladores de presión. Por ese motivo se estudió una modificación del sistema y se añadió una válvula de apertura proporcional conectada directamente entre la bomba rotatoria y la columna de medida. También se creó una subrutina en el programa informático para controlar la apertura de la válvula en función del valor de presión a regular. Con esto se consiguieron tiempos de regulación aceptables.

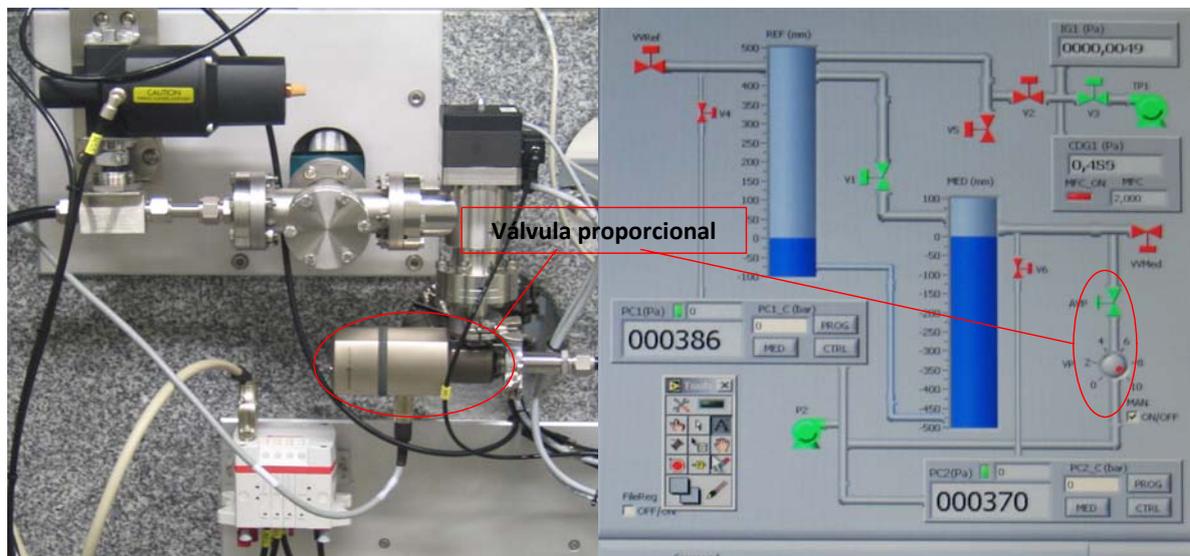


Figura (3, 25). Válvula proporcional.

En cuanto a la medida del valor de la presión en la columna de referencia en modo relativo se haya abierta a la atmósfera y no es necesario medir su valor. Es en los modos absoluto y

diferencial donde se hace necesario conocer su valor existiendo diferencias sustanciales en la forma de medirla.

En modo diferencial se usa una balanza de presión que ha sido calibrada previamente con la misma columna de mercurio. Las medidas se realizan en estático, y teniendo en cuenta el valor de presión a medir (presiones superiores a la atmosférica), se puede considerar que la distribución de presión es uniforme en todo el circuito, estando solo condicionada por la diferencia de altura. Con lo que el valor se obtiene prácticamente de forma directa.

Por el contrario, en modo absoluto las medidas pueden hacerse en estático o en dinámico. En este caso los valores de presión son pequeños (por debajo de 10 Pa) y no se puede garantizar una distribución homogénea de la presión, sobre todo cuando se trabaja en dinámico. Por lo que fue necesaria la realización de un estudio para determinar cual es la forma más exacta para la determinación de la presión en la columna de referencia en este modo.

3.3.1. Estudio para la determinación de la presión en modo absoluto.

Como elemento de medida de la presión residual en la columna de referencia en modo absoluto, se utiliza un medidor capacitivo de 133 Pa de fondo de escala (CDG). Al que es necesario realizarle el ajuste de cero. Para realizar este ajuste se utiliza una bomba turbomolecular y un medidor de ionización. Una vez realizado el ajuste de cero, la presión en la columna de referencia se puede regular dinámicamente o estáticamente. De forma dinámica se establece un equilibrio entre la cantidad de moléculas que extrae la bomba de la columna y la aportación de gas realizada por un controlador de flujo másico. En forma estática la columna permanece aislada durante el momento de medida.

La presión final en la columna de referencia en modo dinámico es de 0,3 Pa. Se ha escogido este valor para garantizar que el valor de la presión en la columna de referencia es mayor de la presión de vapor del mercurio a la temperatura de referencia. La regulación de la presión se hace en modo dinámico utilizando la bomba turbomolecular y un controlador de flujo másico (MFC). Finalmente la inestabilidad de la presión es de $\pm 0,05$ Pa.

Otro factor a tener en cuenta en modo absoluto es la falta de uniformidad de la presión entre el punto donde está colocado el medidor capacitivo (CDG), la propia columna de referencia y el puerto de conexión. Para evaluar este efecto se colocó otro medidor capacitivo de las mismas características que el primero en el mismo lugar donde está instalado el CDG de la columna, comprobando que las indicaciones de ambos CDG's eran coincidentes. Seguidamente se instaló en el puerto de conexión de la columna de referencia observando que existe un gradiente positivo de presión entre el punto donde está instalado el CDG de la columna y el puerto de conexión (Ver Figura (3, 26) a y b). De la Gráfica (3, 5) se deduce una diferencia máxima de 0,24 Pa, lo cual es lógico teniendo en cuenta que las medidas se están realizando de forma dinámica.

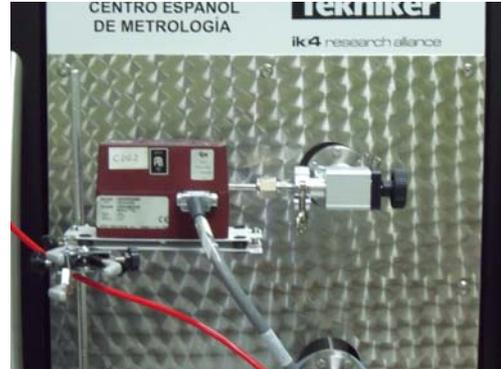


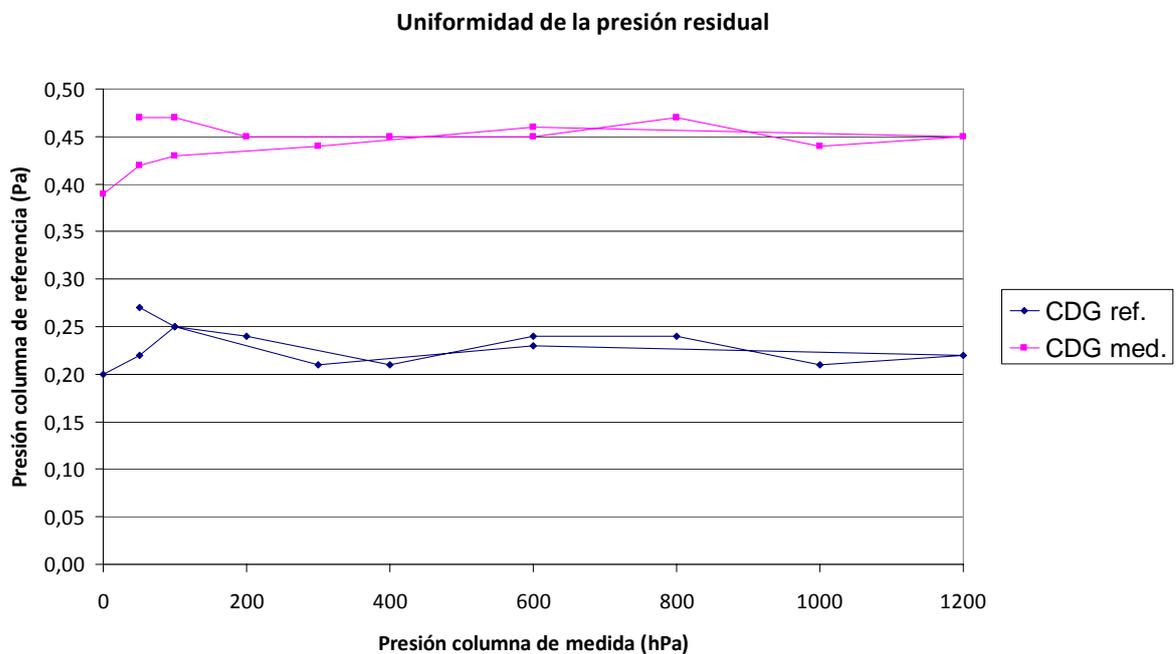
Figura (3, 26) a y b. Colocación de patrones en estudio en dinámico. a - Realización del cero y b – Localización en puerto de referencia.

La conclusión cuando se mide en dinámico es obvia, es necesario corregir los valores indicados por el CDG con 0,12 Pa con una contribución adicional a la incertidumbre de $\pm 0,15$ Pa ($k = 2$).

La comprobación en estático se hizo con tres medidores capacitivos, el de la propia columna y otros dos colocados en los puertos de referencia y medida, respectivamente. Durante los ensayos se comprobó que en este modo no es posible obtener valores de presión residual tan bajos como en dinámico, siendo valores normales entre 6 Pa y 10 Pa. Sin embargo, como aspecto positivo, la uniformidad de la presión se encuentra dentro de $\pm 0,05$ Pa (Ver Tabla (3, 4)).

Por otro lado cuando se mide en estático se produce un aumento continuo de la presión que hace que ésta varíe aproximadamente desde 0,3 Pa a 2 Pa en 180 segundos y a 33 Pa en 15 horas. Esta variación de la presión en el tiempo es lo suficientemente lenta para valores por encima de 6 Pa, lo cual permite realizar medidas con una aportación a la incertidumbre menor de $\pm 0,0012$ Pa/s que para un tiempo de medida de 30 s supone una contribución de 0,036 Pa.

Además al realizar el ajuste de cero de la interferometría en modo dinámico se producen errores debido a la falta de uniformidad de la presión entre ambas columnas. Por lo que es necesario hacerlo en estático.



Gráfica (3, 5). Uniformidad de la presión residual en modo dinámico.

La conclusión principal es que aunque el valor de presión residual es mayor en modo estático que en dinámico su contribución final a la incertidumbre es menor para valores inferiores a 18 Pa. Por lo que la medida se debe realizar en modo estático.

Tabla (3, 4). Estabilidad de la presión residual en modo estático.

Indicación CDG Ref.	Indicación CDG 1 torr 1 Puerto ref	Indicación CDG 10 torr 2 Puerto med	Diferencia
Pa	Pa	Pa	Pa
5,88	5,91	5,92	0,04
6,38	6,40	6,40	0,02
6,88	6,96	6,93	0,08
7,38	7,31	7,28	0,10
7,88	7,89	7,84	0,05
8,53	8,50	8,46	0,07
8,88	8,89	8,85	0,04
9,38	9,39	9,33	0,06
9,88	9,89	9,82	0,07

Dif. Max:

0,10

3.3.2. Cálculo de la presión.

Finalmente, la formula general para el cálculo de la presión en la columna de mercurio queda definida por la ecuación (3,13):

$$p_m = (\rho_{Hg}(t_{90}, \bar{p}_{Hg}) - \rho_a) g_l (\sum \Delta h_r + \sum \delta h_r + \sum \Delta h_m + \sum \delta h_m) + CNR_m + CNR_r + p_r + \sum \delta p_r \quad (3,13)$$

Donde:

$$\rho_{Hg}(t_{90}, \bar{p}_{Hg}) = \frac{\rho_{Hg}(t_{90}, p_0) + \delta \rho_{Hg}(t_{90}, p_0)}{\left[1 + A((t_{90} +) - 20) + B((t_{90} + \sum \delta t_{90}) - 20)^2\right]} \left[\frac{1}{1 - \chi \left(\frac{(p_m + p_r)}{2} - p_0 \right)} \right] \quad (3,14)$$

y la diferencia de altura entre las superficie del mercurio se calcula aplicando las ecuaciones (3,4) y (3,5) en modo absoluto y de (3,6) a (3,12) en los modos relativo y diferencial.

Las ecuaciones de (3,15) a (3,17) son utilizadas en los diferentes modos:

- En modo absoluto:

$$p_m = \frac{\rho_{Hg}(t_{90}, \bar{p}_{Hg}) + \delta\rho_{Hg}(t_{90}, p_0)}{\left[1 + A((t_{90} + \sum \delta t) - 20) + B((t_{90} + \sum \delta t) - 20)^2\right]} \frac{1}{\left[1 - \chi\left(\frac{(p_m + p_r)}{2} - p_0\right)\right]} \quad (3,15)$$

$$(g_l + \delta g_l)(\sum \Delta h_r + \sum \delta h_r + \sum \Delta h_m + \sum \delta h_m) + \rho_{N_2,m} g_l H_{(Hg,m-N,m)} + (p_r + \sum \delta p_r)$$

- En modo relativo:

$$p_m = \left(\frac{\rho_{Hg}(t_{90}, \bar{p}_{Hg}) + \delta\rho_{Hg}(t_{90}, p_0)}{\left[1 + A((t_{90} + \sum \delta t) - 20) + B((t_{90} + \sum \delta t) - 20)^2\right]} \frac{1}{\left[1 - \chi\left(\frac{(p_m + p_r)}{2} - p_0\right)\right]} - \rho_a \right) \quad (3,16)$$

$$(g_l + \delta g_l)(\sum \Delta h_r + \sum \delta h_r + \sum \Delta h_m + \sum \delta h_m) + (\rho_{N_2,m} - \rho_a) g_l \Delta H_{(Hg,m-N,m)}$$

- En modo diferencial:

$$p_m = \left(\frac{\rho_{Hg}(t_{90}, \bar{p}_{Hg}) + \delta\rho_{Hg}(t_{90}, p_0)}{\left[1 + A((t_{90} + \sum \delta t) - 20) + B((t_{90} + \sum \delta t) - 20)^2\right]} \frac{1}{\left[1 - \chi\left(\frac{(p_m + p_r)}{2} - p_0\right)\right]} - \rho_a \right) \quad (3,17)$$

$$(g_l + \delta g_l)(\sum \Delta h_r + \sum \delta h_r + \sum \Delta h_m + \sum \delta h_m) + (\rho_{N_2,m} - \rho_a) g_l \Delta H_{(Hg,m-N,m)} + (\rho_{N_2,r} - \rho_a) g_l \Delta H_{(Hg,r-N,r)}$$

Para facilitar su implementación en los programas informáticos se han combinado las ecuaciones (3,15) a (3,17) implementando la ecuación (3,18) y estableciendo condiciones en función del modo de trabajo.

$$p_m = \left(\frac{\rho_{Hg}(t_{90}, \bar{p}_{Hg}) + \delta\rho_{Hg}(t_{90}, p_0)}{\left[1 + A((t_{90} + \sum \delta t) - 20) + B((t_{90} + \sum \delta t) - 20)^2\right]} \frac{1}{\left[1 - \chi\left(\frac{(p_m + p_r)}{2} - p_0\right)\right]} - \rho_a \right) \quad (3,18)$$

$$(g_l + \delta g_l)(\sum \Delta h_r + \sum \delta h_r + \sum \Delta h_m + \sum \delta h_m) + (\rho_{N_2,m} - \rho_a) g_l \Delta H_{(Hg,m-N,m)} + (\rho_{f,r} - \rho_a) g_l \Delta H_{(Hg,r-N,r)} + (p_r + \sum \delta p_r)$$

3.4. Incertidumbres.

Las incertidumbres de medida de la columna de mercurio se calculan por dos métodos: primero mediante el método de propagación de incertidumbres definido en la Guía de

expresión de la incertidumbre de medida (GUM) [3, 22] y el segundo mediante el cálculo por el método de Monte Carlo definido en el Suplemento 1 de la GUM [3, 23].

La GUM proporciona un marco para la evaluación de la incertidumbre, basado en la ley de propagación de la incertidumbre y la caracterización de la magnitud de salida mediante una distribución gaussiana o una distribución t ajustada a los datos. En este marco, la ley de propagación de la incertidumbre proporciona un medio para la propagación de las incertidumbres a través del modelo. En concreto, evalúa la incertidumbre típica asociada a una estimación de la magnitud de salida, dadas:

- las mejores estimaciones de las magnitudes de entrada,
- las incertidumbres típicas asociadas a estas estimaciones, y, en su caso,
- los grados de libertad asociados a estas incertidumbres típicas, y
- cualquier covarianza no nula asociada a parejas de estas estimaciones.

En el método de Monte Carlo la función de distribución de probabilidad FDP elegida para caracterizar la magnitud de salida se utiliza para proporcionar un intervalo de cobertura, para una probabilidad de cobertura estipulada, de esa magnitud. Las mejores estimaciones, las incertidumbres típicas, las covarianzas y los grados de libertad resumen la información disponible relativa a las magnitudes de entrada, se representa en términos de FDP de las magnitudes de entrada. El enfoque Monte Carlo trabaja con estas FDP, a fin de determinar la FDP de la magnitud de salida.

El uso de FDP es, en general, coherente con los conceptos que subyacen en la GUM. La FDP para una magnitud expresa el estado de conocimiento acerca de la magnitud, es decir, cuantifica el grado de certidumbre sobre los valores que pueden asignarse a la magnitud, sobre la base de la información disponible. La información por lo general consta de datos estadísticos sin procesar, resultados de medida u otros informes científicos relevantes, así como criterios profesionales.

Los problemas típicos a los que el método de Monte Carlo se puede aplicar son aquellos en que:

- Las contribuciones a la incertidumbre no son, aproximadamente, de la misma magnitud.
- es difícil o inconveniente proporcionar las derivadas parciales del modelo, tal como requiere la ley de propagación de la incertidumbre,
- la FDP de la magnitud de salida no es una distribución gaussiana o una distribución t ajustada a los datos,
- la estimación de la magnitud de salida y su correspondiente incertidumbre típica asociada son, aproximadamente, de la misma magnitud,
- los modelos son arbitrariamente complicados, y
- las FDP de las magnitudes de entrada son asimétricas.

El método de Monte Carlo proporciona un procedimiento de validación para comprobar si el enfoque GUM sobre la incertidumbre es aplicable, siendo el enfoque GUM sobre la incertidumbre la principal opción para la evaluación de la incertidumbre en circunstancias en que se pueda demostrar su aplicación.

Por lo expuesto vamos a utilizar ambos métodos para evaluar las incertidumbres de medida.

3.4.1. Propagación.

De forma general en todo el documento el cálculo de incertidumbres mediante propagación se va a presentar siguiendo el siguiente esquema:

1. Definición del modelo matemático que relaciona la magnitud de salida de la magnitud de entrada.
2. Tabla resumen con: definición de las magnitudes de entrada; estimación de las mismas; incertidumbres típicas de las magnitudes de entrada; distribución de

probabilidad; coeficientes de sensibilidad; contribuciones a la incertidumbre de la magnitud de salida e incertidumbre típica combinada.

3. Cálculo de los coeficientes de sensibilidad.

4. Estimación de las magnitudes de entrada y su incertidumbre.^{7,8}

En el caso de la columna de mercurio, el modelo matemático para el cálculo de la incertidumbre de la presión medida viene definido por la ecuación (3,18), aplicando ciertas consideraciones según el modo.

Aplicando la ley de propagación de la incertidumbre al modelo matemático se obtienen las diferentes contribuciones a la incertidumbre de las magnitudes de entrada sobre la presión medida por la columna de mercurio. La Tabla (3, 5) muestra de manera abreviada el cálculo de incertidumbres sobre la presión generada.

Tabla (3, 5). Cálculo de incertidumbres de la presión generada.

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Densidad del mercurio	$\rho_{Hg}(t_{90}, \bar{p}_{Hg})$	$u(\rho_{Hg}(t_{90}, \bar{p}_{Hg}))$	rectangular	c_0	$c_0 u(\rho_{Hg}(t_{90}, \bar{p}_{Hg}))$
Deriva de la densidad del mercurio	$\delta\rho_{Hg}(t_{90}, \bar{p}_{Hg})$	$u(\delta\rho_{Hg}(t_{90}, \bar{p}_{Hg}))$	rectangular	c_0	$c_0 u(\delta\rho_{Hg}(t_{90}, \bar{p}_{Hg}))$
Temperatura del Hg	t_{90}	$u(t_{90})$	normal	c_1	$c_1 u(t_{90})$
Deriva de la temperatura del Hg	δt_1	$u(\delta t_1)$	rectangular	c_1	$c_1 u(\delta t_1)$
Uniformidad térmica del Hg	δt_2	$u(\delta t_2)$	rectangular	c_1	$c_1 u(\delta t_2)$
Presión media del mercurio	$\frac{(p_{med} + p_{ref})}{2}$	$u\left(\frac{(p_{med} + p_{ref})}{2}\right)$	rectangular	c_2	$c_2 u\left(\frac{(p_{med} + p_{ref})}{2}\right)$

⁷ En el caso de que alguna magnitud de entrada haya sido tratada previamente no volverá a presentarse.

⁸ En el caso de que una magnitud de entrada sea a su vez función de otras magnitudes, según un modelo matemático se seguirá el mismo esquema.

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Deriva de la presión media del mercurio	$\delta\left(\frac{(P_{med} + P_{ref})}{2}\right)$	$u\left(\delta\left(\frac{(P_{med} + P_{ref})}{2}\right)\right)$	rectangular	c_2	$c_2 u\left(\delta\left(\frac{(P_{med} + P_{ref})}{2}\right)\right)$
Gravedad local	g_l	$u(g_l)$	normal	c_3	$c_3 u(g_l)$
Deriva de la gravedad local	δg_l	$u(\delta g_l)$	rectangular	c_3	$c_3 u(\delta g_l)$
Densidad del aire	ρ_a	$u(\rho_a)$	rectangular	c_{14}	$c_{14} u(\rho_a)$
Diferencia de altura columna de referencia	Δh_r	$u(\Delta h_r)$	normal	c_4	$c_4 u(\Delta h_r)$
Diferencia de altura columna de medida	Δh_m	$u(\Delta h_m)$	normal	c_4	$c_4 u(\Delta h_m)$
Profundidad de inmersión flotador de referencia	Δh_{1r}	$u(\Delta h_{1r})$	rectangular	c_4	$c_4 u(\Delta h_{1r})$
Profundidad de inmersión flotador de medida	Δh_{1m}	$u(\Delta h_{1m})$	rectangular	c_4	$c_4 u(\Delta h_{1m})$
Resolución medida columna de referencia	δh_{1r}	$u(\delta h_{1r})$	rectangular	c_4	$c_4 u(\delta h_{1r})$
Resolución medida columna de medida	δh_{1m}	$u(\delta h_{1m})$	rectangular	c_4	$c_4 u(\delta h_{1m})$
Repetibilidad	δh_2	$u(\delta h_2)$	normal	c_4	$c_4 u(\delta h_2)$

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Presión columna de referencia	p_r	$u(p_r)$	normal	c_5	$c_5 u(p_r)$
Deriva de la presión columna de referencia	δp_{r1}	$u(\delta p_{r1})$	rectangular	c_5	$c_5 u(\delta p_{r1})$
Estabilidad de la presión de referencia	δp_{r2}	$u(\delta p_{r2})$	rectangular	c_5	$c_5 u(\delta p_{r2})$
Uniformidad de la presión columna de referencia	δp_{r3}	$u(\delta p_{r3})$	rectangular	c_5	$c_5 u(\delta p_{r3})$
Corrección por nivel de referencia - medida: Densidad del fluido	ρ_{N_2med}	$u(\rho_{N_2med})$	rectangular	c_6	$c_6 u(\rho_{N_2med})$
Corrección por nivel de referencia - medida: Densidad del aire	ρ_a	$u(\rho_a)$	rectangular	c_8	$c_8 u(\rho_a)$
Corrección por nivel de referencia - medida: Gravedad local	g_l	$u(g_l)$	rectangular	c_{10}	$c_{10} u(g_l)$
Corrección por nivel de referencia - medida: Diferencia de altura	$\Delta H_{(Hg_{med}-ref_{med})}$	$u(\Delta H_{(Hg_{med}-ref_{med})})$	rectangular	c_{12}	$c_{12} u(\Delta H_{(Hg_{med}-ref_{med})})$

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Corrección por nivel de referencia - referencia: Densidad del fluido	$\rho_{f,ref}$	$u(\rho_{f,ref})$	rectangular	c_7	$c_7 u(\rho_{f,ref})$
Corrección por nivel de referencia - referencia: Densidad del aire	ρ_a	$u(\rho_a)$	rectangular	c_9	$c_9 u(\rho_a)$
Corrección por nivel de referencia - referencia: Gravedad local	g_l	$u(g_l)$	rectangular	c_{11}	$c_{11} u(g_l)$
Corrección por nivel de referencia - medida: Diferencia de altura	$\Delta H_{(ref,ref-Hg,ref)}$	$\Delta H_{(ref,ref-Hg,ref)}$	rectangular	c_{13}	$c_{13} u(\Delta H_{(ref,ref-Hg,ref)})$
				$u(p_m)$	$\sqrt{\sum u_i(p_m)}$

3.4.1.1. Coeficientes de sensibilidad.

Los coeficientes de sensibilidad se obtienen de las derivadas parciales de la ecuación modelo (3,18) respecto a cada una de las variables de entrada:

$$c_0 = \frac{\partial p_m}{\partial \rho_{Hg}(t_{90}, \frac{p}{2})} = \frac{\rho_{Hg}(t_{90}, \frac{p}{2})}{\rho_{0Hg}} g_l \Delta h \quad (3,19)$$

$$c_1 = \frac{\partial p_m}{\partial t} \approx -\rho_{Hg}(t_{90}, \frac{p}{2}) A g_l \Delta h \quad (3,20)$$

$$c_2 = \frac{\partial p_m}{\partial \left(\frac{(p_m + p_r)}{2} \right)} \approx -\rho_{Hg}(t_{90}, \frac{p}{2}) \chi g_l \Delta h \quad (3,21)$$

$$c_3 = \frac{\partial p_m}{\partial g_l} \approx \rho_{Hg}(t_{90}, \frac{p}{2}) \Delta h \quad (3,22)$$

$$c_4 = \frac{\partial p_m}{\partial \Delta h} \approx \rho_{Hg}(t_{90}, \frac{p}{2}) g_l \quad (3,23)$$

$$c_5 = \frac{\partial p_m}{\partial p_r} = 1 \quad (3,24)$$

$$c_6 = \frac{\partial p_m}{\partial \rho_{N_2,m}} \approx g_l \Delta H_{(Hg,m-N,m)} \quad (3,25)$$

$$c_7 = \frac{\partial p_m}{\partial \rho_{f,r}} \approx g_l \Delta H_{(Hg,r-N,r)} \quad (3,26)$$

$$c_8 = \frac{\partial CNR_m}{\partial \rho_{a,m}} \approx -g_l \Delta H_{(Hg,m-N,m)} \quad (3,27)$$

$$c_9 = \frac{\partial CNR_r}{\partial \rho_{a,r}} \approx -g_l \Delta H_{(Hg,r-N,r)} \quad (3,28)$$

$$c_{10} = \frac{\partial CNR_m}{\partial g_l} \approx (\rho_{N_2,m} - \rho_a) \Delta H_{(Hg,m-N,m)} \quad (3,29)$$

$$c_{11} = \frac{\partial CNR_r}{\partial g_l} \approx (\rho_{f,r} - \rho_a) \Delta H_{(Hg,r-N,r)} \quad (3,30)$$

$$c_{12} = \frac{\partial CNR_m}{\partial \Delta H_{(Hg,m-N,m)}} \approx (\rho_{N_2,m} - \rho_a) g_l \quad (3,31)$$

$$c_{13} = \frac{\partial CNR_r}{\partial \Delta H_{(Hg,r-N,r)}} \approx (\rho_{f,r} - \rho_a) g_l \quad (3,32)$$

$$c_{14} = \frac{\partial p_m}{\partial \rho_a} \approx -g_l \Delta h \quad (3,33)$$

3.4.1.2. Magnitudes de entrada.

Las contribuciones a la incertidumbre de las magnitudes de entrada han sido tratadas de forma general en el apartado 3.2. En este apartado se tratan de forma específica:

3.4.1.2.1. Densidad del mercurio.

Las contribuciones a la incertidumbre debido a la densidad del mercurio son:

- Densidad mercurio: Tal como se detalla en el punto 3.2.3 su valor se calcula a partir de la ecuación (3,3) establecida en la ITS-90 [3, 6]. Su contribución a la incertidumbre es de $\pm 2 \cdot 10^{-6} \cdot \rho(20 \text{ }^\circ\text{C}, p_0)$ tratada como una distribución rectangular.
- Deriva de la densidad del mercurio: Su valor es cero y su incertidumbre de acuerdo con Bettin [3, 7] es de $\pm 1 \cdot 10^{-6} \cdot \rho(20 \text{ }^\circ\text{C}, p_0)$ tratada como una distribución rectangular.
- Temperatura del mercurio: Su valor se obtiene como la media de las indicaciones de las dos Pt-25, siendo la incertidumbre de calibración de dichas sondas de 0,005 K para $k = 2$, por lo que se trata como una distribución normal.
- Deriva de la temperatura: Su valor es cero y su incertidumbre, teniendo en cuenta que las termoresistencias se utilizan en condiciones estáticas y a temperatura de 20 $^\circ\text{C}$, lo cual significa que no están sometidas a ningún tipo de estrés, se estima que será menor de $\pm 0,0025$ K y se trata como una distribución rectangular.
- Uniformidad térmica del mercurio: El programa “Columna B39” la obtiene como la diferencia máxima entre las ocho sondas de temperaturas localizadas en las dos columnas. Como valor de corrección asigna cero e introduce la diferencia en el balance de incertidumbres como una distribución rectangular. La observación de los valores demuestra que en el peor de los casos la diferencia es menor de 0,040 K, por lo que puede asumirse una contribución a la incertidumbre de $3,6 \cdot 10^{-6}$ P.
- Presión del mercurio: La presión absoluta del mercurio se obtiene como el valor medio entre la presión aplicada en la columna de referencia y la presión aplicada en la columna de medida. En los modos absolutos y diferencial estas se miden con los dos controladores wika. En modo absoluto, la presión en la columna de medida se mide con el controlador wika, pero la presión en la columna de referencia se mide con el medidor capacitivo. De manera que se puede asignar una contribución a la incertidumbre de ± 200 Pa en los modos relativos y diferencial y de ± 100 Pa en modo absoluto. Ambas se tratan como una distribución rectangular.

- Deriva de la presión del mercurio: Su valor es cero. En los modos relativo y diferencial se asigna una deriva de ± 100 Pa y en modo absoluto se asigna una deriva de ± 50 Pa. Todas ellas se tratan como una distribución rectangular.

3.4.1.2.2. Valor de la aceleración de la gravedad local.

El valor de la aceleración de la gravedad local ya ha sido tratado ampliamente en el punto 3.2.4 por lo que resumiendo, la contribución a la incertidumbre por calibración es de $0,2 \times 10^{-6} \cdot g$, para $k = 2$. Estimando una contribución por deriva de $\pm 0,5 \times 10^{-6} \cdot g$, tratada como una distribución rectangular.

3.4.1.2.3. Densidad del aire.

La densidad del aire solo es aplicable a los modos relativo y diferencial, ya que en modo absoluto es cero. Su valor se calcula de la última revisión de la fórmula de BIPM, también conocida como ecuación de Giacomo [3, 24]. En nuestro caso y teniendo en cuenta la incertidumbre de dicha fórmula y de los parámetros de entrada se le asigna una contribución a la incertidumbre de $\pm 0,010$ kg/m³, tratada como una distribución rectangular.

3.4.1.2.4. Diferencia de altura columnas de referencia y medida.

Las magnitudes de entrada debido a la medida de la diferencia de altura son debidas a la propia medida, a la corrección por profundidad de inmersión y a la resolución de la medida.

3.4.1.2.5. Medida de la diferencia de altura.

La contribución a la incertidumbre de la medida de la diferencia de altura se obtiene tras aplicar la ley de propagación a la incertidumbre a la ecuación (3,34) obtenida de la combinación de las ecuaciones (3,4) y (3,12). La Tabla (3, 6) y la Tabla (3, 7) muestran de manera resumida el cálculo.

$$\Delta h = \left(\frac{C \cdot \lambda_0 \cdot CIR}{64} + Dp \right) \frac{L_t}{\lambda_0 \frac{C_t}{128} + \frac{L_t}{c_p}} - Dp \quad (3,34)$$

Tabla (3, 6). Contribución a la incertidumbre de la medida de la altura en la columna de referencia.

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Longitud (Calibración del láser, columna de referencia)	λ_0	$u(\lambda_0)$	normal	c_{15}	$c_{15} u(\lambda_0)$
Deriva de la calibración del láser (columna de referencia)	$\delta \lambda_0$	$u(\delta \lambda_0)$	rectangular	c_{15}	$c_{15} u(\delta \lambda_0)$
Recorrido haz en el interior de la columna de referencia	$D_{p,r}$	$u(D_{p,r})$	rectangular	c_{17}	$c_{17} u(D_{p,r})$
Índice de refracción	CIR	$u(CIR_{t,r})$	rectangular	c_{19}	$c_{19} u(CIR_{t,r})$
Cuentas referencia	C_r	$u(C_r)$	rectangular	c_{21}	$c_{21} u(C_r)$
CIR_t : Longitud compensador de referencia	$L_{t,r}$	$u(L_{t,r})$	rectangular	c_{23}	$c_{23} u(L_{t,r})$
CIR_t : deriva compensador de referencia	$\delta L_{t,r}$	$u(\delta L_{t,r})$	rectangular	c_{23}	$c_{23} u(\delta L_{t,r})$
CIR_t : Longitud de onda	λ_0	$u(\lambda_0)$	rectangular	c_{25}	$c_{25} u(\lambda_0)$
CIR_t : Deriva Longitud de onda	$\delta \lambda_0$	$u(\delta \lambda_0)$	rectangular	c_{25}	$c_{25} u(\delta \lambda_0)$
CIR_t : $CIR_{edl\grave{e}n}$	CIR	$u(CIR)$	rectangular	c_{27}	$c_{27} u(CIR)$
CIR_t : Cuentas acumuladas referencia	$C_{t,r}$	$u(C_{t,r})$	rectangular	c_{29}	$c_{29} u(C_{t,r})$

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
CIR_t : Coficiente de presión	$c_{p,r}$	$u(c_{p,r})$	rectangular	c_{31}	$c_{31} u(c_{p,r})$
				$u(\Delta h_r)$	$\sqrt{\sum u_i(\Delta h_r)}$

Tabla (3, 7). Contribución a la incertidumbre de la medida de la altura en la columna de medida.

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Longitud (Calibración del láser, columna de medida)	λ_0	$u(\lambda_0)$	normal	c_{16}	$c_{16} u(\lambda_0)$
Deriva de la calibración del láser (columna de medida)	$\delta \lambda_0$	$u(\delta \lambda_0)$	rectangular	c_{16}	$c_{16} u(\delta \lambda_0)$
Recorrido haz en el interior de la columna de medida	$D_{p,m}$	$u(D_{p,m})$	rectangular	c_{18}	$c_{18} u(D_{p,m})$
Índice de refracción	CIR	$u(CIR_{t,m})$	rectangular	c_{19}	$c_{19} u(CIR_{t,m})$
Cuentas medida	C_m	$u(C_m)$	rectangular	c_{22}	$c_{22} u(C_m)$
CIR_t : Longitud compensador de medida	$L_{t,m}$	$u(L_{t,m})$	rectangular	c_{24}	$c_{24} u(L_{t,m})$
CIR_t : deriva compensador de medida	$\delta L_{t,m}$	$u(\delta L_{t,m})$	rectangular	c_{24}	$c_{24} u(\delta L_{t,m})$

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
CIR_t : Longitud de onda	λ_0	$u(\lambda_0)$	rectangular	c_{26}	$c_{26} u(\lambda_0)$
CIR_t : Deriva Longitud de onda	$\delta\lambda_0$	$u(\delta\lambda_0)$	rectangular	c_{26}	$c_{26} u(\delta\lambda_0)$
CIR_t : $CIR_{edlèn}$	CIR	$u(CIR)$	rectangular	c_{28}	$c_{28} u(CIR)$
CIR_t : Cuentas acumuladas medida	$C_{t,m}$	$u(C_{t,m})$	rectangular	c_{30}	$c_{30} u(C_{t,m})$
CIR_t : Coeficiente de presión	$c_{p,m}$	$u(c_{p,m})$	rectangular	c_{32}	$c_{32} u(c_{p,m})$
				$u(\Delta h_m)$	$\sqrt{\sum u_i(\Delta h_m)}$

Siendo los Coeficientes de sensibilidad de la diferencia de altura:

$$c_{15} = \frac{\partial \Delta h_r}{\partial \lambda_0} \approx \frac{C_r CIR}{64} CIR_{t,r(p=atm)} \quad (3,35)$$

$$c_{16} = \frac{\partial \Delta h_m}{\partial \lambda_0} \approx \frac{C_m CIR}{64} CIR_{t,m(p=atm)} \quad (3,36)$$

$$c_{17} = \frac{\partial \Delta h_r}{\partial D_{p,r}} \approx (CIR_{t,r(p=atm)} - 1) \quad (3,37)$$

$$c_{18} = \frac{\partial \Delta h_m}{\partial D_{p,r}} \approx (CIR_{t,m(p=atm)} - 1) \quad (3,38)$$

$$c_{19} = \frac{\partial \Delta h_r}{\partial CIR} \approx \frac{C_r \lambda_0}{64} CIR_{t,r(p=atm)} \quad (3,39)$$

$$c_{20} = \frac{\partial \Delta h_m}{\partial CIR} \approx \frac{C_m \lambda_0}{64} CIR_{t,m(p=atm)} \quad (3,40)$$

$$c_{21} = \frac{\partial \Delta h_r}{\partial C_r} \approx \frac{CIR \lambda_0}{64} CIR_{t,r(p=atm)} \quad (3,41)$$

$$c_{22} = \frac{\partial \Delta h_m}{\partial C_m} \approx \frac{CIR \lambda_0}{64} CIR_{t,m(p=atm)} \quad (3,42)$$

$$c_{23} = \frac{\partial \Delta h_r}{\partial L_{t,r}} \approx \left(\frac{(L_{t,r} / CIR_{t,r(p=atm)}) - (L_{t,r} / C_{p,r})}{L_{t,r}} \right) \left(\frac{C_r \lambda_0 CIR}{64} + D_{p,r} \right) \quad (3,43)$$

$$c_{24} = \frac{\partial \Delta h_m}{\partial L_{t,m}} \approx \left(\frac{(L_{t,m} / CIR_{t,m(p=atm)}) - (L_{t,m} / C_{p,m})}{L_{t,m}} \right) \left(\frac{C_m \lambda_0 CIR}{64} + D_{p,m} \right) \quad (3,44)$$

$$c_{25} = \frac{\partial \Delta h_r}{\partial \lambda_0} \approx -\frac{CIR^3 C_{t,r}}{128 L_{t,r}} \left(\frac{C_r \lambda_0 CIR}{64} + D_{p,r} \right) \quad (3,45)$$

$$c_{26} = \frac{\partial \Delta h_m}{\partial \lambda_0} \approx -\frac{CIR^3 C_{t,m}}{128 L_{t,m}} \left(\frac{C_m \lambda_0 CIR}{64} + D_{p,m} \right) \quad (3,46)$$

$$c_{27} = \frac{\partial \Delta h_r}{\partial CIR} \approx -\frac{\lambda_0 CIR^2 C_{t,r}}{128 L_{t,r}} \left(\frac{C_r \lambda_0 CIR}{64} + D_{p,r} \right) \quad (3,47)$$

$$c_{28} = \frac{\partial \Delta h_m}{\partial CIR} \approx -\frac{\lambda_0 CIR^2 C_{t,m}}{128 L_{t,m}} \left(\frac{C_m \lambda_0 CIR}{64} + D_{p,m} \right) \quad (3,48)$$

$$c_{29} = \frac{\partial \Delta h_r}{\partial C_{t,r}} \approx -\frac{\lambda_0 CIR^3}{128 L_{t,r}} \left(\frac{C_r \lambda_0 CIR}{64} + D_{p,r} \right) \quad (3,49)$$

$$c_{30} = \frac{\partial \Delta h_m}{\partial C_{t,m}} \approx -\frac{\lambda_0 CIR^3}{128 L_{t,m}} \left(\frac{C_m \lambda_0 CIR}{64} + D_{p,m} \right) \quad (3,50)$$

$$c_{31} = \frac{\partial \Delta h_r}{\partial C_{p,r}} \approx \left(\frac{CIR^2_{t,r}}{C_{p,r}^2} \right) \left(\frac{C_r \lambda_0 CIR}{64} + D_{p,r} \right) \quad (3,51)$$

$$c_{32} = \frac{\partial p_m}{\partial C_{p,m}} \approx \left(\frac{CIR^2_{t,m}}{C_{p,m}^2} \right) \left(\frac{C_m \lambda_0 CIR}{64} + D_{p,m} \right) \quad (3,52)$$

Y las magnitudes de entrada:

- Calibración de la longitud de onda del láser. Obtenida por calibración con una incertidumbre de 10^{-15} m para $k = 2$

- Deriva de la calibración de la longitud de onda del láser. Su valor es cero y se estima que su contribución a la incertidumbre es de $\pm 3,3 \cdot 10^{-15}$ m, tratado como una contribución rectangular.
- Recorrido del láser en el interior de la columna. Su valor se obtiene de la suma del recorrido en el cero más la variación de la posición del flotador. Su contribución a la incertidumbre es de ± 1 mm tratada como una distribución rectangular.
- Índice de refracción (Edlèn). Esta corrección no es aplicable en modo absoluto, por lo que en este modo su valor es 1 y su contribución a la incertidumbre es cero. En los modos relativo y diferencial se calcula mediante las ecuaciones de Edlèn (3,6) a (3,10). Su contribución a la incertidumbre en las condiciones de medida del laboratorio es de $8,2 \times 10^{-7}$ m/m, para $k = 2$.
- Cuentas medidas. Es la indicación obtenida del sistema interferométrico de las columnas, su contribución a la incertidumbre es de $\pm 0,5$ cuentas tratadas como una distribución rectangular.
- Longitud del compensador. Aunque su valor se obtienen mediante calibración, en nuestro caso su contribución a la incertidumbre la vamos a tratar como una distribución rectangular de intervalo $\pm 0,0025$ mm.
- Deriva de la longitud del compensador. Su valor es cero y se estima que su contribución a la incertidumbre es de $0,0025$ mm, tratada como una contribución rectangular.
- Cuentas acumuladas en el compensador. Es la indicación obtenida del sistema interferométrico del compensador de longitud de onda, su contribución a la incertidumbre es de $\pm 0,5$ cuentas tratadas como una distribución rectangular.
- Coeficiente de presión. Este parámetro solo se aplica en modo absoluto. Su valor se ha obtenido de las especificaciones del fabricante y su contribución a la incertidumbre es de $\pm 1 \cdot 10^{-9}$ tratada como una distribución rectangular.

La implementación de estas contribuciones al cálculo de incertidumbre se puede agrupar considerando una contribución única de valor 0,000 6 mm, para $k = 2$, que es el valor máximo de incertidumbre que se obtiene en las condiciones más desfavorables.

3.4.1.2.6. Variación de la profundidad de inmersión.

La corrección por variación de la profundidad de inmersión se calcula de forma experimental según se desarrolla en 3.2.5. Esta corrección solo es aplicable en la columna de medida, ya que en la columna de referencia la presión permanece constante a lo largo de un ensayo. La Tabla (3, 8) muestra los resultados obtenidos para presión relativa y diferencial. La Tabla (3, 9) muestra los resultados de los ajustes en la variación de la corrección de la variación de la profundidad de inmersión en función de la presión para presión absoluta cuando se tienen en cuenta solo un ensayo, sin embargo en la Tabla (3, 10) se puede observar que en modo absoluto, cuando se tienen en cuenta diferentes ensayos para su cálculo, la repetibilidad de las indicaciones elevan la contribución de este parámetro a la incertidumbre total por encima de los límites aceptables.

Tabla (3, 8). Corrección por profundidad de inmersión en modo relativo.

Columna de Medida	diferencia max-min	$CPI = e p^4 + d p^3 + c p^2 + b p + a$				
Presión mbar	mm	e	d	c	b	a
900 a 2000	0,003 8	-3,07923E-23	1,14103E-17	-2,12034E-12	3,58457E-07	-0,0001638

Tabla (3, 9). Corrección por profundidad de inmersión en modo absoluto sin tener en cuenta la repetibilidad entre ensayos.

Columna de Medida	diferencia max-min	$CPI = e p^4 + d p^3 + c p^2 + b p + a$				
Presión mbar	mm	e	d	c	b	a
< 10 mbar	0,007 7	-5,70312E-14	1,41179E-10	-1,37829E-07	0,000126435	-0,00122124
10 a 100	0,002 4	-1,60142E-17	5,00144E-13	-5,9362E-09	3,86598E-05	0,041622319
100 a 600	0,000 5	-1,4765E-20	2,85048E-15	-2,1481E-10	8,40717E-06	0,109012052
600 a 1200	0,000 2	-3,31736E-22	1,50135E-16	-2,71045E-11	2,58337E-06	0,178616654
< 1200	0,000 3	-1,30656E-22	8,64308E-17	-2,18187E-11	2,67295E-06	0,160157405

Tabla (3, 10). Corrección por profundidad de inmersión en modo absoluto teniendo en cuenta la repetibilidad entre ensayos.

Columna de Medida Presión mbar	diferencia max-min mm	$CPI = e p^4 + d p^3 + c p^2 + b p + a$				
		e	d	c	b	a
< 10 mbar	0,024 6	6,5261E-15	-6,9409E-12	-4,9663E-08	0,00012434	-0,00151607
10 a 100	0,046 7	-3,6923E-17	1,0406E-12	-1,0604E-08	5,4027E-05	0,02547045
100 a 600	0,021 0	-3,505E-20	5,8603E-15	-3,6578E-10	1,13E-05	0,09018453
600 a 1200	0,060 4	-8,0972E-21	3,2788E-15	-4,8437E-10	3,1166E-05	-0,47089331
< 1200	0,061 7	6,5448E-21	-4,083E-15	9,4056E-10	-9,4562E-05	3,78305338

3.4.1.2.7. Resolución.

La corrección por resolución vale cero y su contribución a la incertidumbre es de $\pm 0,000\ 05$ mm tratada como una distribución rectangular.

3.4.1.2.8. Repetibilidad.

La contribución a la incertidumbre por repetibilidad se obtiene de la desviación típica de las indicaciones de la diferencia de altura de la columna de referencia menos la columna de medida en los 10 segundos previos a la medida, por lo que su contribución a la incertidumbre se trata como una distribución normal.

3.4.1.2.9. Presión columna de referencia.

Esta corrección solo es aplicable en los modos absoluto y diferencial. Las contribuciones a la incertidumbre están compuestas por la calibración del medidor su deriva en el tiempo, la estabilidad de la presión y la uniformidad.

En modo absoluto su valor se mide mediante el medidor capacitivo (CDG). Su contribución por calibración es de $0,005 \times p_r$, $k = 2$. La contribución por deriva se ha estimado en $\pm 0,005 \times p_r$, tratada como una distribución rectangular. La estabilidad en el tiempo la calcula directamente el programa de las indicaciones del CDG durante los últimos 10 s. La uniformidad se ha desarrollado ampliamente en el punto 3.3.1.

En modo diferencial se mide con una balanza de presión conectada al puerto de referencia. Dado que la balanza puede variar en este modo su contribución a la incertidumbre su cálculo se realiza de forma externa y no forma parte de esta tesis.

3.4.1.2.10. Corrección por nivel de referencia, columna de referencia.

Esta corrección solo es aplicable en modo diferencial. Su contribución a la incertidumbre se obtiene de combinar las contribuciones de la densidad del fluido, de la densidad del aire, de la gravedad local y de la diferencia de altura. La obtención de los valores e incertidumbres para la densidad del aire y la gravedad local ya han sido tratados previamente en varios subapartados de 3.4.1.2.

El fluido utilizado normalmente va a ser nitrógeno y el valor de su densidad se puede obtener a partir de la ecuación de los gases perfecto con una contribución a la incertidumbre de $\pm 0,050 \text{ kg/m}^3$, tratada como una distribución rectangular.

El valor de la medida de la diferencia de altura entre la superficie del mercurio y el punto medio del puerto de conexión se obtiene de la suma del valor calibrado en la posición cero de los flotadores más la variación de la posición del flotador. Su contribución a la incertidumbre es de $\pm 0,2 \text{ mm}$ tratada como una distribución rectangular.

3.4.1.2.11. Corrección por nivel de referencia, columna de medida.

Esta corrección aplica en todos los modos y sus diferentes componentes son las mismas que las obtenidas para la columna de referencia que ya han sido tratadas en el punto 3.4.1.2.10.

3.4.1.3. Resultados.

A continuación se muestra el balance de incertidumbres para los diferentes modos en puntos extremos. Los cálculos han sido realizados mediante la hoja de cálculo "Columna_Hg_r00". En los puntos 3.4.1.3.1 y 3.4.1.3.2 se muestra de forma general el balance de incertidumbres para la corrección del índice de refracción y la medida de la altura.

Inicialmente se desarrolla el cálculo de la medida de la altura y su incertidumbre necesario para el cálculo de la presión y su incertidumbre en todos los modos.

3.4.1.3.1. Corrección índice de refracción.

Esta corrección no es aplicable en modo absoluto, por lo que solo se tiene en cuenta para presiones relativas y diferenciales. La Tabla (3, 12) es el resultado de la aplicación de las ecuaciones (3,6) a (3,10) a los datos de entrada de la Tabla (3, 11). El balance de incertidumbre se desarrolla desde la Tabla (3, 13) a la Tabla (3, 17).

Tabla (3, 11). Datos de entrada.

Modo:	P. Relativa		
p	93100 Pa	±	200 Pa
t	20 °C	±	0,2 °C
h.r.	50 %	±	2,5 %

Tabla (3, 12). Corrección índice de refracción (Edlèn).

$(n-1)_s \times 10^8$	=	2,765310938E+04
$(n-1)_{tp}$	=	0,000249728
$(n)_{tp}$	=	0,999 750 27
A	=	1,2378847E-05
B	=	-1,9121316 1/K ²
C	=	3,393711047E+01 1/K
D	=	-6,34E+03 K
psv(td)	=	1170,503427 Pa
$(n)_{tpf} - (n)_{tp}$	=	-4,254100666E-07
$(n)_{tpf}$	=	0,999 749 85

Tabla (3, 13). $(n-1)_s \times 10^8$. Corrección del índice de refracción sin considerar factores ambientales menos uno.

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Sigma	1,580	-2,50E-09	μm^{-1}	Normal	5,06E+02	-1,26E-06
Deriva sigma	0	-4,81E-09	μm^{-1}	Rectangular	5,06E+02	-2,43E-06
					u	2,74E-06
					U(k = 2)	5,48E-06

Tabla (3, 14). $(n-1)_{tp}$. Corrección del índice de refracción considerando la presión y la temperatura menos uno.

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre	
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$	
Presión	93100,000	8,23E-01	Pa	Rectangular	2,68E-09	2,21E-09	
$(n-1)_s$	2,76531E-04	2,74E-14		Normal	9,03E-01	2,48E-14	
Temperatura	20	1,15E-01	°C	Rectangular	-8,54E-07	-9,86E-08	
						u	9,87E-08
						U(k = 2)	1,97E-07

Tabla (3, 15). $(n)_{tp}$. Corrección del índice de refracción considerando la presión y la temperatura.

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre	
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$	
$(n-1)_{tp}$	0,000249728	9,87E-08		Rectangular	1,00E+00	9,87E-08	
						u	9,87E-08
						U(k = 2)	1,97E-07

Tabla (3, 16). p_{sv} . Presión de vapor saturado del aire.

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre	
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$	
Temperatura rocío	9,28	5,10E-01	°C	Rectangular	-2,14E+03	-1,09E+03	
						u	1,09E+03
						U(k = 2)	2,18E+03

Tabla (3, 17). $(n)_{tpf}$. Corrección del índice de refracción considerando la presión, la temperatura y la humedad.

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre	
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$	
$(n)_{tp}$	0,9997503	9,87E-08	-	Rectangular	1,00E+00	9,87E-08	
p_{sv}	1,17050E+03	1,09E+03	Pa	Rectangular	-3,63E-10	-3,97E-07	
Sigma	1,57980E+00	-2,50E-09	μm^{-1}	Rectangular	1,48E-08	-3,70E-17	
Deriva de sigma	0	-4,81E-09	μm^{-1}	Rectangular	1,48E-08	-7,14E-17	
Fórmula	0,99974985	1,00E-08	-	Rectangular	1,00E+00	1,00E-08	
						u	4,09E-07
						U(k = 2)	8,18E-07

Tabla (3, 18). CIR.

Resultado:

CIR	0,999 749 85 m/m	U(CIR)	8,2E-07 m/m
-----	------------------	--------	-------------

3.4.1.3.2. Medida de la altura de las columnas de referencia y medida.

En la Tabla (3, 19) se muestran los valores de las magnitudes de entrada de la ecuación (3,34) a partir de los que se han realizado los balances de incertidumbre resumidos desde la Tabla (3, 20) a la Tabla (3, 23).

Tabla (3, 19). Datos de entrada.

Datos de entrada:			
Modo:	P. Diferencial		
p	93100 Pa	±	200 Pa
t	20 °C	±	0,2 °C
h.r.	50 %	±	2,5 %
tHg(t90)	20 °C	U(k=2)	5,000 0E-03 °C
P ₀	380000 Pa		
P col med	500000 Pa		
P col ref	380000 Pa	U(Pr)(k=2)	2,000 0E+02 Pa
Repetibilidad	1,00E-06 m		
Cuentas referencia			
Cuentas columna medida	45521162		
Cuentas compensador medida	8424		
Cuentas columna referencia	-45502117		
Cuentas compensador ref.	0		

Tabla (3, 20). Datos de salida columna de referencia.

Columna de referencia:			
Cuentas compensador =		0,07004 xP	Pa
Cuentas compen.	0		
CIR _{tracker}	1,000000000		
Cuentas columna	-45502117		
CPI	0,0000 m	±	1,00E-06 m
Δh_r	-0,449925675 m	U(Δh)(k = 2)	3,68E-07 m

Tabla (3, 21). Balance de incertidumbres para la medida de la altura de la columna de referencia.

Uncertainty : Contribución a la incertidumbre de Δh_r							
Quantity X_i	Estimate x_i	Standard uncertainty $u(x_i)$	Unit	Probability distribution	Sensivity coefficient c_i	Uncertainty contribution $u_i(y)$	
Longitud onda	6,329913824E-07	5,00E-16	m	Normal	-7,11E+05	-3,55E-10 m	
Longitud de onda (deriva)	0	1,93E-15	m	Rectangular	-7,11E+05	-1,37E-09 m	
Dp referencia	6,292000000E-01	5,77E-04	m	Rectangular	0,00E+00	0,00E+00 m	
CIR	9,997498470E-01	4,09E-07		Rectangular	-4,50E-01	-1,84E-07 m	
Cuentas	-4,550211742E+07	2,89E-01		Rectangular	9,89E-09	2,85E-09 m	
$CIR_{tracker}$: Longitud tracker ref	0,127	1,47E-06	m	Rectangular	0,00E+00	0,00E+00 m	
$CIR_{tracker}$: Deriva del tracker ref	0	1,47E-06	m	Rectangular	0,00E+00	0,00E+00 m	
$CIR_{tracker}$: Longitud onda	6,329913824E-07	5,00E-16	m	Normal	0,00E+00	0,00E+00 m	
$CIR_{tracker}$: Longitud de onda (deriva)	0	1,93E-15	m	Rectangular	0,00E+00	0,00E+00 m	
$CIR_{tracker}$: CIR	0,9997498	4,09E-07		Rectangular	0,00E+00	0,00E+00 m	
$CIR_{tracker}$: Cuentas acumuladas	0	2,89E-01		Rectangular	-6,99E-09	-2,02E-09 m	
$CIR_{tracker}$: Coeficiente de presión	1,000000000	0,00E+00		Rectangular	1,79E-01	0,00E+00 m	
						$u(\Delta h)$	1,84E-07 m
						$U(\Delta h) (k = 2)$	3,68E-07 m

Tabla (3, 22). Datos de salida columna de medida.

Columna de medida:

Cuentas compensador =		0,0702 xP	Pa
Cuentas compen.	8424		
$CIR_{tracker}$	0,999672652		
Cuentas columna	45521162		
CPI	0,0000256 m	±	1,89E-06 m
Δh_m	0,449951314 m	$U(\Delta h) (k = 2)$	5,28E-07 m

Tabla (3, 23). Balance de incertidumbres para la medida de la altura de la columna de medida.

Uncertainty : Contribución a la incertidumbre de Δh_m							
Quantity X_i	Estimate x_i	Standard uncertainty $u(x_i)$	Unit	Probability distribution	Sensivity coefficient c_i	Uncertainty contribution $u_i(y)$	
Longitud onda	6,329913824E-07	1,00E-15	m	Normal	7,11E+05	7,11E-10 m	
Longitud de onda (deriva)	0	1,93E-15	m	Rectangular	7,11E+05	1,37E-09 m	
Dp medida	1,252000000E-01	5,77E-04	m	Rectangular	-3,27E-04	-1,89E-07 m	
CIR	9,997498470E-01	4,09E-07		Rectangular	4,50E-01	1,84E-07 m	
Cuentas	4,552116244E+07	2,89E-01		Rectangular	9,88E-09	2,85E-09 m	
$CIR_{tracker}$ Longitud tracker med	0,127	1,47E-06	m	Rectangular	1,48E-03	2,17E-09 m	
$CIR_{tracker}$ Deriva del tracker med	0	1,47E-06	m	Rectangular	1,48E-03	2,17E-09 m	
$CIR_{tracker}$ Longitud onda	6,329913824E-07	5,00E-16	m	Normal	-2,97E+02	-1,49E-13 m	
$CIR_{tracker}$ Longitud de onda (deriva)	0	1,93E-15	m	Rectangular	-2,97E+02	-5,74E-13 m	
$CIR_{tracker}$ CIR	0,9997498	4,09E-07		Rectangular	-1,88E-04	-7,70E-11 m	
$CIR_{tracker}$ Cuentas acumuladas	8424	2,89E-01		Rectangular	-2,23E-08	-6,45E-09 m	
$CIR_{tracker}$ Coeficiente de presión	1,0000000000	0,00E+00		Rectangular	5,75E-01	0,00E+00 m	
						$u(\Delta h)$	2,64E-07 m
						$U(\Delta h)(k=2)$	5,28E-07 m

Como conclusión a la medida de la altura es que la implementación de estas contribuciones al calculo de incertidumbre se puede agrupar considerando una contribución única de valor 0,000 6 mm, para $k=2$, que, como ya se ha dicho, es el valor máximo de incertidumbre que se obtiene en las condiciones más desfavorables.

3.4.1.3.3. Presión relativa.

Los resultados se muestran para un valor de presión de 10 hPa, desde la Tabla (3, 24) a la Tabla (3, 26), y para un valor de presión de 1 200 hPa, desde la Tabla (3, 27) a la Tabla (3, 29).

Tabla (3, 24). Datos de entrada para presión relativa de 1000 Pa.

Modo:	P. Relativa			
p	94000 Pa	±		200 Pa
t	20 °C	±		0,2 °C
h.r.	50 %	±		2,5 %
$t_{Hg(t90)}$	20 °C	U(k=2)		5,0E-03 °C
Uniformidad $t_{Hg(t90)}$	0,02 °C			
p_0	94000 Pa			
p col med	95000 Pa			
p col ref	94000 Pa	U(Pr)(k=2)		2,0E+02 Pa
Repetibilidad	1,00E-06 m			

Cuentas referencia	
Cuentas columna medida	379220
Cuentas compensador medida	70,2
Cuentas columna referencia	-379184
Cuentas compensador ref.	0

Tabla (3, 25). Datos de salida para presión relativa de 1000 Pa.

p	995,33 Pa	$U(p_m)(k = 2)$	0,43 Pa
-----	-----------	-----------------	---------

Tabla (3, 26). Balance de incertidumbres para presión relativa de 1000 Pa.

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Densidad del mercurio	13545,850	1,56E-02	kg/m ³	rectangular	7,35E-02	1,15E-03 Pa
Deriva de la densidad del mercurio	0	7,82E-03	kg/m ³	rectangular	7,35E-02	5,75E-04 Pa
Temperatura	20,000	2,50E-03	° C	normal	1,80E-01	4,51E-04 Pa
Deriva de la temperatura	0	1,44E-03	° C	rectangular	1,80E-01	2,60E-04 Pa
Uniformidad térmica	0	5,77E-03	° C	rectangular	1,80E-01	1,04E-03 Pa
Presión media del mercurio	94500	1,15E+02	Pa	rectangular	-3,98E-08	-4,60E-06 Pa
Deriva de la presión media del mercurio	0	5,77E+01	Pa	rectangular	-3,98E-08	-2,30E-06 Pa
Gravedad local	9,79949842	9,80E-07	m/s ²	normal	1,02E+02	9,95E-05 Pa
Deriva de la gravedad	0	2,83E-06	m/s ²	rectangular	1,02E+02	2,87E-04 Pa
Densidad del aire	1	5,77E-03	kg/m ³	rectangular	-7,35E-02	-4,24E-04 Pa
Diferencia de altura. Columna de referencia	-3,7493716E-03	7,75E-09	m	normal	1,33E+05	1,03E-03 Pa
Diferencia de altura. Columna de medida	0	3,88E-09	m	normal	1,33E+05	5,15E-04 Pa
Profundidad de inmersión flotador de referencia	0,00E+00	5,77E-07	m	rectangular	1,33E+05	7,66E-02 Pa

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Profundidad de inmersión flotador de medida	1,93E-07	1,09E-06	m	rectangular	1,33E+05	1,45E-01 Pa
Repetibilidad	0	1,00E-06	m	normal	1,33E+05	1,33E-01 Pa
Presión columna de referencia	0,00	0,00E+00	Pa	normal	1,00E+00	0,00E+00 Pa
Deriva de la presión columna de referencia	0	0,00E+00	Pa	rectangular	1,00E+00	0,00E+00 Pa
Estabilidad de la presión de referencia	0	0,00E+00	Pa	rectangular	1,00E+00	0,00E+00 Pa
Uniformidad de la presión de referencia	0	0,00E+00	Pa	rectangular	1,00E+00	0,00E+00 Pa
Corrección por nivel de referencia, medida: Densidad del fluido	1,092	2,89E-02	kg/m ³	rectangular	3,67E-02	1,06E-03 Pa
Corrección por nivel de referencia, medida: Densidad del aire	1,112	5,77E-03	kg/m ³	rectangular	-3,67E-02	-2,12E-04 Pa
Corrección por nivel de referencia medida: Gravedad local	9,79949842	2,83E-06	m/s ²	rectangular	-1,54E-03	-4,36E-09 Pa
Corrección por nivel de referencia medida: Diferencia de altura	0,07674956	1,15E-04	m	rectangular	-1,97E-01	-2,27E-05 Pa
Corrección por nivel de referencia, referencia: Densidad del fluido	1,112	2,89E-02	kg/m ³	rectangular	-3,67E-02	-1,06E-03 Pa

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Corrección por nivel de referencia, referencia: Densidad del aire	1,112	5,77E-03	kg/m ³	rectangular	3,67E-02	2,12E-04 Pa
Corrección por nivel de referencia, referencia: Gravedad local	9,79949842	2,83E-06	m/s ²	rectangular	0,00E+00	0,00E+00 Pa
Corrección por nivel de referencia, referencia: Diferencia de altura	0,30300063	1,15E-04	m	rectangular	0,00E+00	0,00E+00 Pa
					$u(p_m)$	0,21 Pa
					v_{eff}	57
					k	2,04 Pa
					$U(p_m)$	0,43 Pa
					$W(p_m)$	4,33E-04 Pa/Pa

Tabla (3, 27). Datos de entrada para presión relativa de 120 000 Pa.

Modo:	P. Relativa			
p	94000 Pa	±		200 Pa
t	20 °C	±		0,2 °C
h.r.	50 %	±		2,5 %
$t_{Hg(t90)}$	20 °C	U(k=2)		5,0E-03 °C
Uniformidad $t_{Hg(t90)}$	0,02 °C			
p_0	94000 Pa			
p col med	214000 Pa			
p col ref	94000 Pa	U(Pr)(k=2)		2,0E+02 Pa
Repetibilidad	1,00E-06 m			
Cuentas referencia				
Cuentas columna medida	45521162			
Cuentas compensador medida	8424			
Cuentas columna referencia	-45502117			
Cuentas compensador ref.	0			

Tabla (3, 28). Datos de salida para presión relativa de 120 000 Pa.

p	119445,67 Pa	$U(p_m)(k=2)$	0,72 Pa
-----	--------------	---------------	---------

Tabla (3, 29). Balance de incertidumbres para presión relativa de 120 000 Pa.

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Densidad del mercurio	13545,883	1,56E-02	kg/m ³	rectangular	8,82E+00	1,38E-01 Pa
Deriva de la densidad del mercurio	0	7,82E-03	kg/m ³	rectangular	8,82E+00	6,90E-02 Pa
Temperatura	20,000	2,50E-03	° C	normal	2,16E+01	5,41E-02 Pa
Deriva de la temperatura	0	1,44E-03	° C	rectangular	2,16E+01	3,12E-02 Pa
Uniformidad térmica	0	5,77E-03	° C	rectangular	2,16E+01	1,25E-01 Pa
Presión media del mercurio	154000	1,15E+02	Pa	rectangular	-4,78E-06	-5,52E-04 Pa
Deriva de la presión media del mercurio	0	5,77E+01	Pa	rectangular	-4,78E-06	-2,76E-04 Pa
Gravedad local	9,79949842	9,80E-07	m/s ²	normal	1,22E+04	1,19E-02 Pa
Deriva de la gravedad	0	2,83E-06	m/s ²	rectangular	1,22E+04	3,45E-02 Pa
Densidad del aire	1	5,77E-03	kg/m ³	rectangular	-8,82E+00	-5,09E-02 Pa
Diferencia de altura. Columna de referencia	-4,4992459E-01	1,84E-07	m	normal	1,33E+05	2,45E-02 Pa
Diferencia de altura. Columna de medida	0	2,64E-07	m	normal	1,33E+05	3,51E-02 Pa
Profundidad de inmersión flotador de referencia	0,00E+00	5,77E-07	m	rectangular	1,33E+05	7,66E-02 Pa
Profundidad de inmersión flotador de medida	1,93E-07	1,09E-06	m	rectangular	1,33E+05	1,45E-01 Pa
Repetibilidad	0	1,00E-06	m	normal	1,33E+05	1,33E-01 Pa
Presión columna de referencia	0,00	0,00E+00	Pa	normal	1,00E+00	0,00E+00 Pa
Deriva de la presión columna de referencia	0	0,00E+00	Pa	rectangular	1,00E+00	0,00E+00 Pa

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Estabilidad de la presión de referencia	0	0,00E+00	Pa	rectangular	1,00E+00	0,00E+00 Pa
Uniformidad de la presión de referencia	0	0,00E+00	Pa	rectangular	1,00E+00	0,00E+00 Pa
Corrección por nivel de referencia, medida: Densidad del fluido	2,460	2,89E-02	kg/m ³	rectangular	4,41E+00	1,27E-01 Pa
Corrección por nivel de referencia, medida: Densidad del aire	1,112	5,77E-03	kg/m ³	rectangular	-4,41E+00	-2,55E-02 Pa
Corrección por nivel de referencia medida: Gravedad local	9,79949842	2,83E-06	m/s ²	rectangular	7,05E-01	1,99E-06 Pa
Corrección por nivel de referencia medida: Diferencia de altura	0,52292477	1,15E-04	m	rectangular	1,32E+01	1,53E-03 Pa
Corrección por nivel de referencia, referencia: Densidad del fluido	1,112	2,89E-02	kg/m ³	rectangular	-4,41E+00	-1,27E-01 Pa
Corrección por nivel de referencia, referencia: Densidad del aire	1,112	5,77E-03	kg/m ³	rectangular	4,41E+00	2,55E-02 Pa
Corrección por nivel de referencia, referencia: Gravedad local	9,79949842	2,83E-06	m/s ²	rectangular	0,00E+00	0,00E+00 Pa

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Corrección por nivel de referencia, referencia: Diferencia de altura	-0,14317459	1,15E-04	m	rectangular	0,00E+00	0,00E+00 Pa
					$u(\rho_m)$	0,36 Pa
					v_{eff}	468
					k	2,01 Pa
					$U(\rho_m)$	0,72 Pa
					$W(\rho_m)$	5,99E-06 Pa/Pa

3.4.1.3.4. Presión absoluta.

Los resultados se muestran para un valor de presión de 10 hPa, desde la Tabla (3, 30) a la Tabla (3, 32), y para un valor de presión de 1 200 hPa, desde la Tabla (3, 33) a la Tabla (3, 35). La contribución a la incertidumbre por corrección de profundidad de inmersión se ha valorado sin tener en cuenta la falta de repetibilidad, con el propósito de evaluar cual seria la incertidumbre resultante si el comportamiento de los flotadores en este modo fuera repetitivo. Pues como ya se ha dicho en 3.4.1.2.6 el comportamiento de los flotadores eleva la incertidumbre a valores no aceptables.

Tabla (3, 30). Datos de entrada para presión absoluta de 1000 Pa.

Modo:	P. absoluta			
p	94000 Pa	\pm		200 Pa
t	20 °C	\pm		0,2 °C
h.r.	50 %	\pm		2,5 %
$t_{Hg(t90)}$	20 °C	U(k=2)		5,0E-03 °C
Uniformidad $t_{Hg(t90)}$	0,02 °C			
p_0	6 Pa			
p col med	1000 Pa			
p col ref	6 Pa	U(Pr)(k=2)		3,0E-02 Pa
Repetibilidad	1,00E-06 m			
Cuentas referencia				
Cuentas columna medida	376959			
Cuentas compensador medida	69,7788			
Cuentas columna referencia	-376981			
Cuentas compensador ref.	0			

Tabla (3, 31). Datos de salida para presión absoluta de 1000 Pa.

p	1005,53 Pa	$U(p_m)/(k = 2)$	0,38 Pa
-----	------------	------------------	---------

Tabla (3, 32). Balance de incertidumbres para presión absoluta de 1000 Pa.

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Densidad del mercurio	13545,799	1,56E-02	kg/m ³	rectangular	7,38E-02	1,15E-03 Pa
Deriva de la densidad del mercurio	0	7,82E-03	kg/m ³	rectangular	7,38E-02	5,77E-04 Pa
Temperatura	20,000	2,50E-03	° C	normal	1,81E-01	4,53E-04 Pa
Deriva de la temperatura	0	1,44E-03	° C	rectangular	1,81E-01	2,61E-04 Pa
Uniformidad térmica	0	5,77E-03	° C	rectangular	1,81E-01	1,05E-03 Pa
Presión media del mercurio	503	5,77E+01	Pa	rectangular	-4,00E-08	-2,31E-06 Pa
Deriva de la presión media del mercurio	0	2,89E+01	Pa	rectangular	-4,00E-08	-1,15E-06 Pa
Gravedad local	9,79949842	9,80E-07	m/s ²	normal	1,02E+02	1,00E-04 Pa
Deriva de la gravedad	0	2,83E-06	m/s ²	rectangular	1,02E+02	2,89E-04 Pa
Densidad del aire	0	0,00E+00	kg/m ³	rectangular	-7,38E-02	0,00E+00 Pa
Diferencia de altura. Columna de referencia	-3,7282872E-03	7,78E-09	m	normal	1,33E+05	1,03E-03 Pa
Diferencia de altura. Columna de medida	0	4,18E-09	m	normal	1,33E+05	5,55E-04 Pa
Profundidad de inmersión flotador de referencia	0,00E+00	5,77E-07	m	rectangular	1,33E+05	7,66E-02 Pa
Profundidad de inmersión flotador de medida	7,47E-05	6,98E-07	m	rectangular	1,33E+05	9,26E-02 Pa
Repetibilidad	0	1,00E-06	m	normal	1,33E+05	1,33E-01 Pa
Presión columna de referencia	6,00	1,50E-02	Pa	normal	1,00E+00	1,50E-02 Pa

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Deriva de la presión columna de referencia	0	1,73E-02	Pa	rectangular	1,00E+00	1,73E-02 Pa
Estabilidad de la presión de referencia	0	2,89E-02	Pa	rectangular	1,00E+00	2,89E-02 Pa
Uniformidad de la presión de referencia	0	2,89E-02	Pa	rectangular	1,00E+00	2,89E-02 Pa
Corrección por nivel de referencia, medida: Densidad del fluido	0,011	2,89E-02	kg/m ³	rectangular	3,73E-02	1,08E-03 Pa
Corrección por nivel de referencia, medida: Densidad del aire	0,000	0,00E+00	kg/m ³	rectangular	-3,73E-02	0,00E+00 Pa
Corrección por nivel de referencia medida: Gravedad local	9,79949842	2,83E-06	m/s ²	rectangular	8,83E-04	2,50E-09 Pa
Corrección por nivel de referencia medida: Diferencia de altura	0,07680154	1,15E-04	m	rectangular	1,13E-01	1,30E-05 Pa
Corrección por nivel de referencia, referencia: Densidad del fluido	0,000	0,00E+00	kg/m ³	rectangular	-3,65E-02	0,00E+00 Pa
Corrección por nivel de referencia, referencia: Densidad del aire	0,000	0,00E+00	kg/m ³	rectangular	3,65E-02	0,00E+00 Pa

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Corrección por nivel de referencia, referencia: Gravedad local	9,79949842	2,83E-06	m/s ²	rectangular	0,00E+00	0,00E+00 Pa
Corrección por nivel de referencia, referencia: Diferencia de altura	0,30302171	1,15E-04	m	rectangular	0,00E+00	0,00E+00 Pa
					$u(p_m)$	0,19 Pa
					v_{eff}	34
					k	2,08 Pa
					$U(p_m)$	0,38 Pa
					$W(p_m)$	3,82E-04 Pa/Pa

Tabla (3, 33). Datos de entrada para presión absoluta de 120 000 Pa.

Modo:	P. Absoluta			
p	94000 Pa	±		200 Pa
t	20 °C	±		0,2 °C
h.r.	50 %	±		2,5 %
$t_{Hg(t90)}$	20 °C	U(k=2)		5,0E-03 °C
Uniformidad $t_{Hg(t90)}$	0,02 °C			
p_0	6 Pa			
p col med	120000 Pa			
p col ref	6 Pa	U(Pr)(k=2)		3,0E-02 Pa
Repetibilidad	1,00E-06 m			
Cuentas referencia				
Cuentas columna medida	45518951			
Cuentas compensador medida	8423,579			
Cuentas columna referencia	-45499965			
Cuentas compensador ref.	0			

Tabla (3, 34). Datos de salida para presión absoluta de 120 000 Pa.

p	119493,75 Pa	$U(p_m)(k=2)$		0,60 Pa
-----	--------------	---------------	--	---------

Tabla (3, 35). Balance de incertidumbres para presión absoluta de 120 000 Pa.

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre típica $u(x_i)$	Unidad	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Densidad del mercurio	13545,832	1,56E-02	kg/m ³	rectangular	8,82E+00	1,38E-01 Pa
Deriva de la densidad del mercurio	0	7,82E-03	kg/m ³	rectangular	8,82E+00	6,90E-02 Pa
Temperatura	20,000	2,50E-03	° C	normal	2,16E+01	5,41E-02 Pa
Deriva de la temperatura	0	1,44E-03	° C	rectangular	2,16E+01	3,12E-02 Pa
Uniformidad térmica	0	5,77E-03	° C	rectangular	2,16E+01	1,25E-01 Pa
Presión media del mercurio	60003	5,77E+01	Pa	rectangular	-4,78E-06	-2,76E-04 Pa
Deriva de la presión media del mercurio	0	2,89E+01	Pa	rectangular	-4,78E-06	-1,38E-04 Pa
Gravedad local	9,79949842	9,80E-07	m/s ²	normal	1,22E+04	1,19E-02 Pa
Deriva de la gravedad	0	2,83E-06	m/s ²	rectangular	1,22E+04	3,45E-02 Pa
Densidad del aire	0	0,00E+00	kg/m ³	rectangular	-8,82E+00	0,00E+00 Pa
Diferencia de altura. Columna de referencia	-4,4990350E-01	1,84E-07	m	normal	1,33E+05	2,45E-02 Pa
Diferencia de altura. Columna de medida	0	2,65E-07	m	normal	1,33E+05	3,51E-02 Pa
Profundidad de inmersión flotador de referencia	0,00E+00	5,77E-07	m	rectangular	1,33E+05	7,66E-02 Pa
Profundidad de inmersión flotador de medida	2,89E-04	7,35E-08	m	rectangular	1,33E+05	9,76E-03 Pa
Repetibilidad	0	1,00E-06	m	normal	1,33E+05	1,33E-01 Pa
Presión columna de referencia	6,00	1,50E-02	Pa	normal	1,00E+00	1,50E-02 Pa
Deriva de la presión columna de referencia	0	1,73E-02	Pa	rectangular	1,00E+00	1,73E-02 Pa

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Estabilidad de la presión de referencia	0	2,89E-02	Pa	rectangular	1,00E+00	2,89E-02 Pa
Uniformidad de la presión de referencia	0	2,89E-02	Pa	rectangular	1,00E+00	2,89E-02 Pa
Corrección por nivel de referencia, medida: Densidad del fluido	1,379	2,89E-02	kg/m ³	rectangular	4,41E+00	1,27E-01 Pa
Corrección por nivel de referencia, medida: Densidad del aire	0,000	0,00E+00	kg/m ³	rectangular	-4,41E+00	0,00E+00 Pa
Corrección por nivel de referencia medida: Gravedad local	9,79949842	2,83E-06	m/s ²	rectangular	7,22E-01	2,04E-06 Pa
Corrección por nivel de referencia medida: Diferencia de altura	0,52319106	1,15E-04	m	rectangular	1,35E+01	1,56E-03 Pa
Corrección por nivel de referencia, referencia: Densidad del fluido	0,000	0,00E+00	kg/m ³	rectangular	-4,41E+00	0,00E+00 Pa
Corrección por nivel de referencia, referencia: Densidad del aire	0,000	0,00E+00	kg/m ³	rectangular	4,41E+00	0,00E+00 Pa
Corrección por nivel de referencia, referencia: Gravedad local	9,79949842	2,83E-06	m/s ²	rectangular	0,00E+00	0,00E+00 Pa

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Corrección por nivel de referencia, referencia: Diferencia de altura	-0,14315350	1,15E-04	m	rectangular	0,00E+00	0,00E+00 Pa
					$u(p_m)$	0,30 Pa
					v_{eff}	226
					k	2,01 Pa
					$U(p_m)$	0,60 Pa
					$W(p_m)$	5,01E-06 Pa/Pa

3.4.1.3.5. Presión diferencial.

Los resultados se muestran para un valor de presión de línea de 3 800 hPa y para presión diferencial de 10 hPa, desde la Tabla (3, 36) a la Tabla (3, 38), y para un valor de presión diferencial de 1 200 hPa, desde la Tabla (3, 39) Tabla (3, 41). No se ha tenido en cuenta la contribución a la incertidumbre del patrón utilizado para la medida de la presión de línea.

Tabla (3, 36). Datos de entrada para presión diferencial de 1000 Pa a presión de línea de 3 800 hPa.

Modo:	P. Diferencial			
p	94000 Pa	±		200 Pa
t	20 °C	±		0,2 °C
h.r.	50 %	±		2,5 %
$t_{Hg(t90)}$	20 °C	U(k=2)		5,0E-03 °C
Uniformidad $t_{Hg(t90)}$	0,02 °C			
p_0	94000 Pa			
p col med	381000 Pa			
p col ref	380000 Pa	U(Pr)(k=2)		2,0E+02 Pa
Repetibilidad	1,00E-06 m			
Cuentas referencia				
Cuentas columna medida	389395			
Cuentas compensador medida	20147,4			
Cuentas columna referencia	-429152			
Cuentas compensador ref.	20031,44			

Tabla (3, 37). Datos de salida para presión diferencial de 1000 Pa a presión de línea de 3 800 hPa.

p	1136,25 Pa	$U(p_m)(k=2)$	0,46 Pa
-----	------------	---------------	---------

Tabla (3, 38). Balance de incertidumbres para presión diferencial de 1000 Pa a presión de línea de 3 800 hPa.

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Densidad del mercurio	13546,005	1,56E-02	kg/m ³	rectangular	8,30E-02	1,30E-03 Pa
Deriva de la densidad del mercurio	0	7,82E-03	kg/m ³	rectangular	8,30E-02	6,49E-04 Pa
Temperatura	20,000	2,50E-03	° C	normal	2,04E-01	5,09E-04 Pa
Deriva de la temperatura	0	1,44E-03	° C	rectangular	2,04E-01	2,94E-04 Pa
Uniformidad térmica	0	5,77E-03	° C	rectangular	2,04E-01	1,18E-03 Pa
Presión media del mercurio	380500	1,15E+02	Pa	rectangular	-4,50E-08	-5,19E-06 Pa
Deriva de la presión media del mercurio	0	5,77E+01	Pa	rectangular	-4,50E-08	-2,60E-06 Pa
Gravedad local	9,79949842	9,80E-07	m/s ²	normal	1,15E+02	1,12E-04 Pa
Deriva de la gravedad	0	2,83E-06	m/s ²	rectangular	1,15E+02	3,25E-04 Pa
Densidad del aire	1	5,77E-03	kg/m ³	rectangular	-8,30E-02	-4,79E-04 Pa
Diferencia de altura. Columna de referencia	-4,7310314E-03	4,51E-07	m	normal	1,33E+05	5,98E-02 Pa
Diferencia de altura. Columna de medida	0	4,52E-07	m	normal	1,33E+05	6,00E-02 Pa
Profundidad de inmersión flotador de referencia	0,00E+00	5,77E-07	m	rectangular	1,33E+05	7,66E-02 Pa
Profundidad de inmersión flotador de medida	-1,11E-05	1,09E-06	m	rectangular	1,33E+05	1,45E-01 Pa
Repetibilidad	0	1,00E-06	m	normal	1,33E+05	1,33E-01 Pa
Presión columna de referencia	0,00	0,00E+00	Pa	normal	1,00E+00	0,00E+00 Pa
Deriva de la presión columna de referencia	0	0,00E+00	Pa	rectangular	1,00E+00	0,00E+00 Pa

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Estabilidad de la presión de referencia	0	0,00E+00	Pa	rectangular	1,00E+00	0,00E+00 Pa
Uniformidad de la presión de referencia	0	0,00E+00	Pa	rectangular	1,00E+00	0,00E+00 Pa
Corrección por nivel de referencia, medida: Densidad del fluido	4,380	2,89E-02	kg/m ³	rectangular	3,66E-02	1,06E-03 Pa
Corrección por nivel de referencia, medida: Densidad del aire	1,112	5,77E-03	kg/m ³	rectangular	-3,66E-02	-2,11E-04 Pa
Corrección por nivel de referencia medida: Gravedad local	9,79949842	2,83E-06	m/s ²	rectangular	2,51E-01	7,09E-07 Pa
Corrección por nivel de referencia medida: Diferencia de altura	0,07673823	1,15E-04	m	rectangular	3,20E+01	3,70E-03 Pa
Corrección por nivel de referencia, referencia: Densidad del fluido	4,368	2,89E-02	kg/m ³	rectangular	-4,64E-02	-1,34E-03 Pa
Corrección por nivel de referencia, referencia: Densidad del aire	1,112	5,77E-03	kg/m ³	rectangular	4,64E-02	2,68E-04 Pa
Corrección por nivel de referencia, referencia: Gravedad local	9,79949842	2,83E-06	m/s ²	rectangular	9,83E-01	2,78E-06 Pa

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Corrección por nivel de referencia, referencia: Diferencia de altura	0,30201897	1,15E-04	m	rectangular	3,19E+01	3,68E-03 Pa
					$u(\rho_m)$	0,23 Pa
					v_{eff}	77
					k	2,03 Pa
					$U(\rho_m)$	0,46 Pa
					$W(\rho_m)$	4,07E-04 Pa/Pa

Tabla (3, 39). Datos de entrada para presión diferencial de 120 000 Pa a presión de línea de 3 800 hPa.

Modo:	P. Diferencial			
p	94000	Pa	\pm	200 Pa
t	20	°C	\pm	0,2 °C
h.r.	50	%	\pm	2,5 %
$t_{Hg(t90)}$	20	°C	$U(k=2)$	5,0E-03 °C
Uniformidad $t_{Hg(t90)}$	0,02	°C		
p_0	94000	Pa		
p col med	500000	Pa		
p col ref	380000	Pa	$U(Pr)(k=2)$	2,0E+02 Pa
Repetibilidad	1,00E-06	m		
Cuentas referencia				
Cuentas columna medida	45566553			
Cuentas compensador medida	28501,2			
Cuentas columna referencia	-45587317			
Cuentas compensador ref.	20031,44			

Tabla (3, 40). Datos de salida para presión diferencial de 120 000 Pa a presión de línea de 3 800 hPa.

p	119552,75	Pa	$U(\rho_m)(k=2)$	0,74 Pa
-----	-----------	----	------------------	---------

Tabla (3, 41). Balance de incertidumbres para presión diferencial de 120 000 Pa a presión de línea de 3 800 hPa.

Magnitud <i>X_i</i>	Estimación <i>x_i</i>	Incertidumbre típica <i>u(x_i)</i>	Unidad	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad <i>c_i</i>	Contribución a la incertidumbre <i>u_i(y)</i>
Densidad del mercurio	13546,038	1,56E-02	kg/m ³	rectangular	8,83E+00	1,38E-01 Pa
Deriva de la densidad del mercurio	0	7,82E-03	kg/m ³	rectangular	8,83E+00	6,90E-02 Pa
Temperatura	20,000	2,50E-03	° C	normal	2,17E+01	5,42E-02 Pa
Deriva de la temperatura	0	1,44E-03	° C	rectangular	2,17E+01	3,13E-02 Pa
Uniformidad térmica	0	5,77E-03	° C	rectangular	2,17E+01	1,25E-01 Pa
Presión media del mercurio	440000	1,15E+02	Pa	rectangular	-4,78E-06	-5,52E-04 Pa
Deriva de la presión media del mercurio	0	5,77E+01	Pa	rectangular	-4,78E-06	-2,76E-04 Pa
Gravedad local	9,79949842	9,80E-07	m/s ²	normal	1,22E+04	1,20E-02 Pa
Deriva de la gravedad	0	2,83E-06	m/s ²	rectangular	1,22E+04	3,45E-02 Pa
Densidad del aire	1	5,77E-03	kg/m ³	rectangular	-8,82E+00	-5,10E-02 Pa
Diferencia de altura. Columna de referencia	-4,5090625E-01	4,87E-07	m	normal	1,33E+05	6,46E-02 Pa
Diferencia de altura. Columna de medida	0	6,65E-07	m	normal	1,33E+05	8,83E-02 Pa
Profundidad de inmersión flotador de referencia	0,00E+00	5,77E-07	m	rectangular	1,33E+05	7,66E-02 Pa
Profundidad de inmersión flotador de medida	-2,77E-04	1,09E-06	m	rectangular	1,33E+05	1,45E-01 Pa
Repetibilidad	0	1,00E-06	m	normal	1,33E+05	1,33E-01 Pa
Presión columna de referencia	0,00	0,00E+00	Pa	normal	1,00E+00	0,00E+00 Pa
Deriva de la presión columna de referencia	0	0,00E+00	Pa	rectangular	1,00E+00	0,00E+00 Pa

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Estabilidad de la presión de referencia	0	0,00E+00	Pa	rectangular	1,00E+00	0,00E+00 Pa
Uniformidad de la presión de referencia	0	0,00E+00	Pa	rectangular	1,00E+00	0,00E+00 Pa
Corrección por nivel de referencia, medida: Densidad del fluido	5,748	2,89E-02	kg/m ³	rectangular	4,41E+00	1,27E-01 Pa
Corrección por nivel de referencia, medida: Densidad del aire	1,112	5,77E-03	kg/m ³	rectangular	-4,41E+00	-2,54E-02 Pa
Corrección por nivel de referencia medida: Gravedad local	9,79949842	2,83E-06	m/s ²	rectangular	2,42E+00	6,85E-06 Pa
Corrección por nivel de referencia medida: Diferencia de altura	0,52264737	1,15E-04	m	rectangular	4,54E+01	5,25E-03 Pa
Corrección por nivel de referencia, referencia: Densidad del fluido	4,368	2,89E-02	kg/m ³	rectangular	-4,42E+00	-1,28E-01 Pa
Corrección por nivel de referencia, referencia: Densidad del aire	1,112	5,77E-03	kg/m ³	rectangular	4,42E+00	2,55E-02 Pa
Corrección por nivel de referencia, referencia: Gravedad local	9,79949842	2,83E-06	m/s ²	rectangular	-4,69E-01	-1,33E-06 Pa

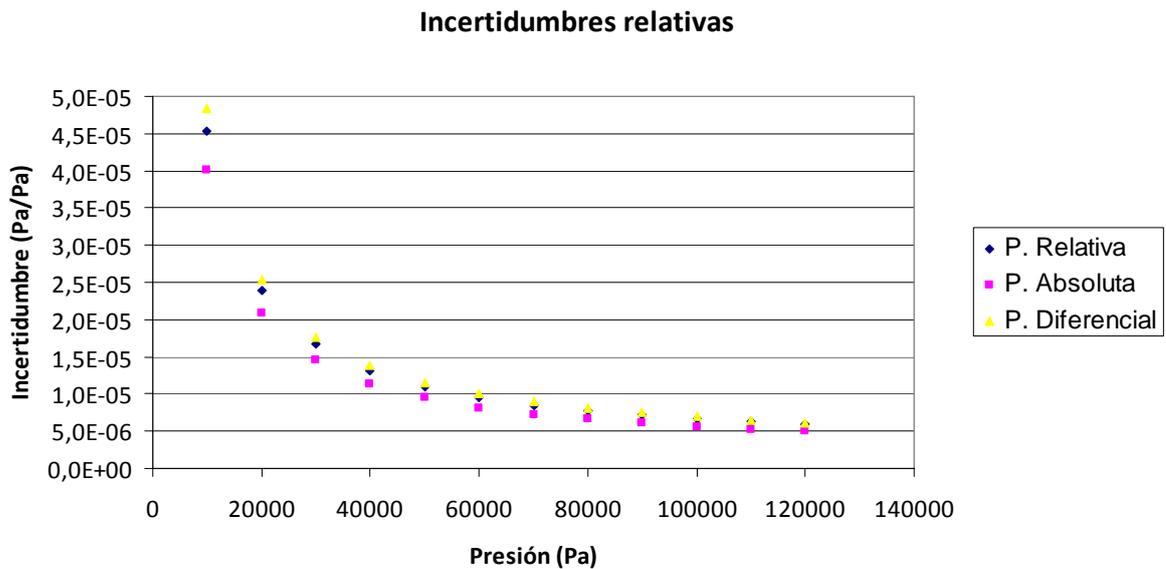
Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coeficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Corrección por nivel de referencia, referencia: Diferencia de altura	-0,14415625	1,15E-04	m	rectangular	3,19E+01	3,68E-03 Pa
					$u(\rho_m)$	0,37 Pa
					v_{eff}	535
					k	2,00 Pa
					$U(\rho_m)$	0,74 Pa
					$W(\rho_m)$	6,22E-06 Pa/Pa

3.4.1.3.6. Resumen.

La Tabla (3, 42) resume las incertidumbres sobre la presión generada con la columna de mercurio. Se aprecia claramente en el Gráfica (3, 6) que es para presiones superiores a 60 hPa cuando se consiguen incertidumbres menores de $10 \times 10^{-6} \times p$, las cuales son adecuadas para la calibración de conjuntos pistón cilindro.

Tabla (3, 42). Resumen de incertidumbres

Presión	Relativa	Relativa	Absoluta	Absoluta	Diferencial	Diferencial
	$U(p)$ $k = 2$	$W(p)$ $k = 2$	$U(p)$ $k = 2$	$W(p)$ $k = 2$	$U(p)$ $k = 2$	$W(p)$ $k = 2$
Pa	Pa	Pa/Pa	Pa	Pa/Pa	Pa	Pa/Pa
1000	0,43	4,3E-04	0,38	3,8E-04	0,46	4,6E-04
5000	0,44	8,8E-05	0,39	7,8E-05	0,47	9,4E-05
10000	0,45	4,5E-05	0,40	4,0E-05	0,48	4,8E-05
20000	0,48	2,4E-05	0,42	2,1E-05	0,51	2,5E-05
30000	0,50	1,7E-05	0,44	1,5E-05	0,53	1,8E-05
40000	0,52	1,3E-05	0,45	1,1E-05	0,55	1,4E-05
50000	0,55	1,1E-05	0,47	9,5E-06	0,58	1,2E-05
60000	0,57	9,5E-06	0,49	8,2E-06	0,60	1,0E-05
70000	0,60	8,5E-06	0,51	7,3E-06	0,63	8,9E-06
80000	0,62	7,8E-06	0,53	6,6E-06	0,65	8,1E-06
90000	0,64	7,2E-06	0,55	6,1E-06	0,67	7,5E-06
100000	0,67	6,7E-06	0,56	5,6E-06	0,70	7,0E-06
110000	0,69	6,3E-06	0,58	5,3E-06	0,72	6,6E-06
120000	0,72	6,0E-06	0,60	5,0E-06	0,74	6,2E-06



Gráfica (3, 6). Incertidumbres en la presión generada por la columna de mercurio.

3.4.2. Monte Carlo.

Para contrastar si la función de distribución de probabilidad (FPD) correspondiente a una muestra aleatoria de observaciones sigue o no una distribución determinada suelen emplearse dos tests: el test Chi-cuadrado y el test de Kolmogorov-Smirnov. El primero admite dos versiones, Razón de Verosimilitudes y Test de Pearson, siendo ésta segunda la más extendida en la práctica. Los dos tests mencionados sirven para contrastar de forma general si los datos se ajustan a una distribución F_0 , siendo F_0 cualquier distribución de probabilidad que se proponga. Sin embargo, en el caso de que la distribución propuesta sea, en concreto, la Normal, existen otros dos contrastes válidos, además de los anteriores: el test de Shapiro-Wilks y el de Jarque-Bera. El primero de estos dos tiene interés cuando la muestra es pequeña (aproximadamente, menos de 40 observaciones), pero no se puede aplicar con longitudes muestrales muy largas. El segundo sí aplica en el caso de disponer de muchas observaciones (de hecho, sus resultados son bastante más fiables que con pocos datos, igual que ocurre con el Test Chi-cuadrado), aunque solo examina si ciertas características (simetría y grado de curtosis o apuntamiento) que cumple una distribución normal se verifican en la muestra de datos cuya distribución se chequea, de modo que aceptar la hipótesis nula podría considerarse solamente una condición necesaria para afirmar normalidad, pero no suficiente.

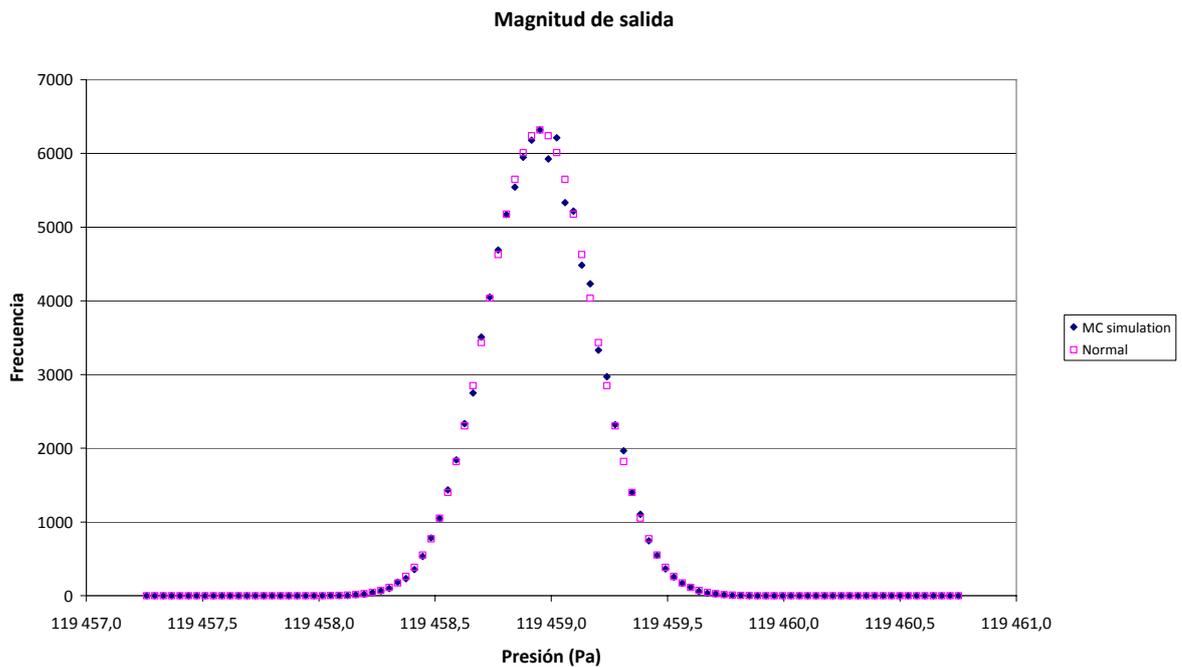
En nuestro caso para comprobar la Normalidad de nuestra función de distribución de probabilidad de salida hemos elegido el test Chi-cuadrado, que aunque es aplicable a distribuciones discretas y la distribución normal es continua, si se eleva suficientemente el número de muestras esta restricción deja de ser relevante. Otro aspecto considerado es que si se eleva mucho el número de muestras, el test contrasta con mucha precisión la hipótesis nula, es decir es muy exigente para aceptar que la distribución sea normal. Por lo que hemos fijado el número de muestras en 100 000. Además, aun cuando el test de normalidad, arrojé como resultado la falta de normalidad de la FPD, la simple observación de un gráfico de la distribución de frecuencias estimadas permite definir la aproximación a una normal.

La aplicación del método de Monte Carlo se hace mediante la utilización de un programa en excell "Montecarlo_r00" que ha sido desarrollado a partir de los generadores de números aleatorios y los programas de cálculo desarrollados por el NRC-CNRC de Canadá sobre la base los trabajos de Alan Steele. El programa "Montecarlo_r00" permite el cálculo de la función de distribución de la magnitud de salida para un máximo de 50 variables de entrada.

El cálculo se lleva a cabo para una medida de presión relativa de 120 kPa, considerando como valores de entrada los que figuran en la Tabla (3, 29), sobre una muestra de 100 000 valores.

Al realizar la prueba χ^2 se obtiene el cumplimiento de normalidad. Para obtener el intervalo de confianza del 95,45% se han eliminado las colas de la función que contienen el 2,275 % de los valores para cada una de ellas. Esto permite caracterizar la función en el intervalo [119458,49 Pa, 119459,38 Pa] con un valor central de 119458,95 Pa, para el intervalo de confianza del 95,45% citado, ver Gráfica (3, 7).

Las diferencias obtenidas entre los resultados al aplicar el método de propagación de varianzas y el método de Monte Carlo son debidas a que en el método de Monte Carlo se ha mayorado la incertidumbre de la medida de la altura, de la misma forma que en los cálculos realizados por el programa B39.



Gráfica (3, 7). FPD para presión relativa de 120 kPa.

3.5. Conclusiones.

De los trabajos realizados se puede concluir que la columna permite obtener incertidumbres óptimas, incertidumbres relativas por debajo de $1 \times 10^{-5} \times p$, para la calibración de conjuntos pistón cilindro en modo relativo y diferencial para presiones superiores a 60 kPa.

Como la diferencias entre la caracterización de conjuntos pistón cilindro en presión relativa y absoluta no son significativas y la experiencia demuestra que los valores obtenidos por otros Institutos Nacionales de Metrología cuando caracterizan pistones cilindro en ambos modos son prácticamente coincidentes, la columna se puede utilizar para caracterizar conjuntos pistón – cilindro en modo relativo que posteriormente se van a usar en modo absoluto.

Las principales contribuciones a la incertidumbre en las columnas de mercurio primarias son la medida de la diferencia de altura entre las superficies del mercurio, la densidad del mercurio y la temperatura del mercurio. Siendo un factor determinante en la medida de la altura la determinación de la posición de las superficies.

Como trabajo de desarrollo futuro se hace necesario nuevos estudios y diseños de métodos de detección de las superficies del mercurio que sirvan para mejorar la repetibilidad de las

medidas en modo absoluto. Estos estudios pueden ir en la dirección de otras columnas de mercurio de otros Institutos Nacionales de Metrología según se desarrolla en el punto 0.

Durante el desarrollo de la columna de mercurio se han presentado varios trabajos en diversos congresos metroológicos nacionales e internacionales: [3, 25], [3, 26], [3, 27] y [3, 28].

3.6. Símbolos.

A	Primer coeficiente de dilatación lineal del mercurio.
B	Segundo coeficiente de dilatación lineal del mercurio.
C	Indicación en cuentas del sistema interferométrico.
C_t	Indicación en cuentas del sistema interferométrico sobre el compensador de longitud de onda.
CIR	Corrección índice de refracción obtenida de la fórmula de Edlèn.
$CIR_{t,(p=0)}$	Corrección índice de refracción del compensador del índice de refracción a presión cero.
$CIR_{t,(p=atm)}$	Corrección índice de refracción del compensador del índice de refracción a presión atmosférica.
CNR_m	Corrección por nivel de referencia columna de medida.
CNR_r	Corrección por nivel de referencia columna de referencia.
C_p	Corrección por presión de la indicación del compensador de longitud de onda.
Dp	Recorrido de la luz del láser en el interior de la columna.
e	Espesor de los discos de carburo de tungsteno.
g_l	Gravedad local.

k	Factor de cobertura.
L_i	Longitud del compensador de la longitud de onda.
n	Número de medidas
$(n-1)_s$	Corrección índice de refracción sin considerar factores ambientales menos uno.
$(n-1)_{tp}$	Corrección índice de refracción a temperatura t y presión p menos uno.
n_{tpf}	Corrección índice de refracción a temperatura t y presión p y humedad f .
p	Presión.
p_m	Presión en la columna de medida.
p_0	Presión de referencia (101325 Pa).
p_r	Presión en la columna de referencia.
p_{sv}	Presión de vapor saturado del aire.
t_{90}	Temperatura del mercurio de acuerdo a ITS-90.
T_r	Temperatura de rocío del aire.
$u(x_i)$	Incertidumbre típica de la magnitud de entrada.
$U(y)$	Incertidumbre expandida.
$u(y)$	Incertidumbre típica combinada.
$u_i(y)$	Contribuciones a la incertidumbre típica combinada.
$W(y)$	Incertidumbre expandida relativa.

δg_l	Deriva de la gravedad local.
Δh	Incremento de altura.
Δh_r	Incremento de altura columna de referencia.
$\delta \Delta h_r$	Correcciones nulas de la medida del incremento de altura en la columna de referencia.
Δh_m	Incremento de altura columna de medida.
$\delta \Delta h_m$	Correcciones nulas de la medida del incremento de altura en la columna de medida.
$\Delta H_{(Hg,m-N,m)}$	Diferencia de altura entre la superficie del mercurio y el nivel de referencia de la columna de medida.
$\Delta H_{(Hg,r-N,r)}$	Diferencia de altura entre la superficie del mercurio y el nivel de referencia de la columna de referencia.
$\rho_{f,r}$	Densidad del fluido en la columna de referencia.
$\delta \rho_{Hg}(t_{90}, p_0)$	Deriva de la densidad del mercurio.
$\rho_{Hg}(t_{90}, \bar{p}_{Hg})$	Densidad del mercurio según ITS90 a temperatura t y a la presión media del mercurio.
$\rho_{Hg}(t_{90}, p_0)$	Densidad del mercurio según ITS90 a temperatura y presión de referencia (20 °C y 101 325 Pa).
ρ_{N_2m}	Densidad del nitrógeno en la columna de medida.
ρ_{N_2r}	Densidad del nitrógeno en la columna de referencia.
δp_r	Correcciones nulas del valor de la presión en la columna de referencia.

$\delta_{t_{90}}$	Correcciones nulas de la temperatura del mercurio.
λ_0	Longitud de onda del láser.
ρ_a	Densidad del aire.
$\rho_{N_2,m}$	Densidad del nitrógeno en la columna de medida.
$\rho_{N_2,r}$	Densidad del nitrógeno en la columna de referencia.
σ	Inversa de la longitud de onda del láser.
χ	Coefficiente de compresibilidad del mercurio.
ν_{eff}	Grados de libertad efectivos.
ν_i	Grados de libertad efectivos para cada contribución.

3.7. Referencias.

- [3, 1] C. R. Tilford, "Three and a half centuries later – The modern art of liquid-column manometry", *Metrologia*, vol. 30, nº.6, pp. 545-552, April 1993/194.
- [3, 2] CEMIM - FFII., "Diseño de cimentación aislada frente a vibraciones para columna de mercurio", 2007.
- [3, 3] M^a. D. del Campo Maldonado, "Construcción y optimización de células del punto triple del mercurio y su realización" Escuela Técnica Superior de Ingenieros Industriales - Universidad Politécnica de Madrid. 2008
- [3, 4] D. del Campo, V. Chimenti, J. Reyes, J.A. Rodríguez Castrillón, M. Moldovan, J. I. García Alonso. "Assembly and Study of Different Mercury Cells with Known Impurity Content and Isotopic Composition", *Int. J. Thermophysics* (2008) 29:93–103.
- [3, 5] Ooiwa A., Ueki M., Kaneda R., "New Mercury Interferometric Baromanometer as the Primary Pressure Standard of Japan", *Metrologia*, 1993/94, 30, 565-570.

- [3, 6] Supplementary Information for the International Temperature Scale of 1990, Sèvres, BIPM,1990, 117p.
- [3, 7] H. Bettin and H. Fehlauser, "Density of mercury – measurements and reference values", *Metrologia*, vol. 41, nº.2, pp. S16-S23, April 2004.
- [3, 8] Jager J., "Use of a Precision Mercury Manometer with Capacitance Sensing of the Menisci", *Metrologia*, 1993/94,30, 553-558.
- [3, 9] Riety P., Lecolliniet P. "Le système de référence des pressions de l'Institut National de Metrologie", *Bull. Inf.Bur. Natl. Metrology*, April 1977, 28, 13-21.
- [3, 10] Kaneda R., Sudo S., Nishibata K., "An Interferometric Primary Standard Barometer", *Bull. Natl. Res. Lab. Metrology*, 1964, 9, 24-36.
- [3, 11] A. Ooiwa, M. Ueki and R. Kaneda, "New Mercury Interferometric Barometer as the Primary Pressure Standard of Japan", *Metrologia*, 1993/94,30, 565-570.
- [3, 12] Bonhoure J., Temen J., "The New Standard Manobarometer of the Bureau International des Poids et Mesures", *Metrologia*, 1968,4,59-68.
- [3, 13] Harrison E. R., Hatt D. J., Prowse D. B., Wilbur-Han J., A, "New Interferometric Manometer", *Metrologia*, 1976, 12, 115-122
- [3, 14] F. Alasia, G. Birello, A. Capelli, G. Cignolo and M. Sardi, "The HG5 laser interferometer mercury manometer of the IMGCC", *Metrologia*, 1999, 36, 499-503
- [3, 15] J C Torres-Guzman, P Olvera-Arana, F Alasia, M Sardi, S Zuñiga, L A Santander and A Esparza, "The IMGCC/CENAM-HG6 mercury manobarometer", *Metrologia*, 42 (2005) S161–S164.
- [3, 16] Tilford C. R., "The Speed of Sound in a Mercury Ultrasonic Interferometer Manometer", *Metrologia*, 24, 1987, 121-131.
- [3, 17] Edlèn B, "The refractive Index of Air", *Metrologia*, vol. 2, nº.2, pp. 71-80, 1966.

- [3, 18] K. P. Birch and M. J. Downs, "An Updated Edlén Equation for the Refractive Index of Air", *Metrologia*, vol. 30, nº.3, pp. 155-162, 1993.
- [3, 19] K. P. Birch and M. J. Downs, "Letter to the Editor. An Updated Edlén Equation for the Refractive Index of Air", *Metrologia*, vol. 31, nº.4, pp. 315-316, 1994.
- [3, 20] F. Alasia, A. Capelli, G. Cignolo and M. Sardi, "A New Generation of Mercury Manometers at the IMGC", *Metrologia*, vol. 30, pp. 571-577, 1993/94.
- [3, 21] Hills G. J., Holland H., "Pressure Dependence of the Surface Tension of Mercury", *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol. 99, No. 2, June 1984
- [3, 22] "Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement", JCGM 100:2008, GUM 1995 with minor corrections
- [3, 23] "Evaluation of measurement data — Supplement 1 to the "Guide to the expression of uncertainty in measurement" — Propagation of distributions using a Monte Carlo method" JCGM 101:2008.
- [3, 24] A. picard, R.S. Davis, M. Gläser and K. Fujii, "Revised formula for the density of moist air (CIPM-2007)", *Metrologia*, vol. 45, pp. 149-1552, 2008.
- [3, 25] A. Herrero, M. Matilla, N. Cereceda, S. Ruiz and R. Bueno, "Uncertainty Analysis of the New Spanish National Pressure Standard", *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, Vol 51, pp 467-470, 2002.
- [3, 26] A. Herrero, M. A. Carrera, R. Calvo, M. C. Matilla, N. Medina, S. Ruiz "Cálculo de incertidumbres y diseño conceptual del nuevo Patrón Nacional de Presión", 3º Congreso español de metrología, 2005
- [3, 27] S. Ruiz, M. N. Medina, R. Calvo "The CEM Laser Interferometer Mercury Manobarometer" IMEKO XIX World Congress, 2009
- [3, 28] S. Ruiz, M. N. Medina, R. Calvo "La columna de mercurio del Centro Español de Metrología", 4º Congreso español de metrología, 2009

DISEMINACIÓN DE LA UNIDAD DESDE LA COLUMNA DE Hg A LAS BALANZAS DE PRESIÓN

4. DISEMINACIÓN DE LA UNIDAD DESDE LA COLUMNA DE Hg A LAS BALANZAS DE PRESIÓN

4.1. Balanzas de presión.⁹

El desarrollo de las balanzas de presión data de principios del siglo XIX y fue estimulado por el crecimiento de las aplicaciones industriales, por los motores de vapor y por la necesidad de conocer las propiedades termodinámicas de los gases a diferentes presiones y temperaturas. Los estudios de motores de vapor realizados por Huygens and Papin (1690), Newcomen (1700), Watt (1769 y 1780) y los de Lavoisier, Dalton, Gay-Lussac y Carnot que establecieron los principios de la termodinámica clásica, tuvieron una gran importancia en el desarrollo de las balanzas de presión.

Hacia 1832, Parrot realizó estudios sobre diferentes materiales sometidos a compresión a presiones hasta de 10 MPa. Para medir la presión utilizó un conjunto pistón cilindro de acero cargado con diferentes masas conectadas al brazo de una balanza analítica. La balanza de presión mide directamente la presión de una cámara de vapor a través de las masas utilizadas para alcanzar el equilibrio en la balanza analítica, Figura (4, 1).

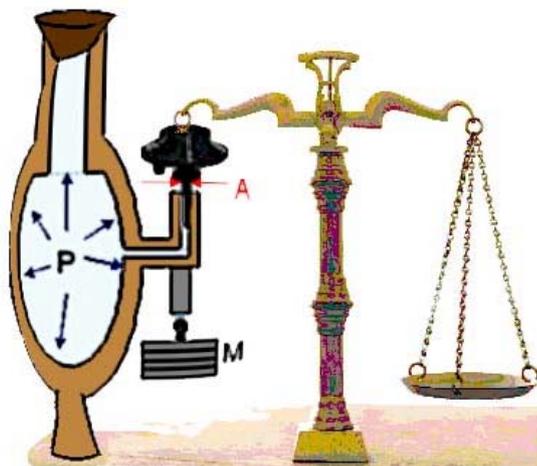


Figura (4, 1). Balanza de presión de Parrot, 1832.

Parrot menciona también un trabajo anterior de Perkins (UK) que realizó un experimento similar con un pequeño conjunto pistón cilindro midiendo presiones de hasta 600 MPa.

⁹ La información contenida en este apartado se basa principalmente en la referencias [4, 29] a [4, 41], especialmente en la referencia [4, 34].

En 1846 Galy-Casalat describe un aparato que combina una columna de mercurio con un multiplicador de pistón cilindro hidráulico usado para medir presiones diferenciales. La alta presión actúa en el pistón de menor área efectiva, la baja presión se aplica en el pistón de mayor área efectiva y se mide con la columna de mercurio. Un dispositivo similar también fue construido por Desgoffe para trabajar hasta 100 MPa.

Posteriormente en 1869, Sreyss describe una balanza de presión con dispositivo automático de carga de masas.

Pero fue en 1893 cuando Amagat diseño y construyo la primera balanza de presión usando un pistón rotante para disminuir su fricción contra las paredes del cilindro Y para mejorar la sensibilidad de la balanza. En 1883 Ruchholz describió una balanza de aspecto similar al de las balanzas modernas. Un dispositivo compacto específicamente diseñado para la calibración directa de manómetros tipo bourdon, Figura (4, 2).



Figura (4, 2). Balanza de presión compacta similar a la de Ruchholz, 1883.

En 1897, Stückrath en Alemania, realizó una balanza de presión hasta 50 MPa, equipada con un sistema de nivelación para la aplicación de fuerzas en el pistón. La exactitud estimada de la presión media era de 0,04 % a 25 MPa.

La necesidad de extender las medidas a altas presiones y reducir la incertidumbre estimada de la medida de la presión, trajo rápidamente notables progresos y nuevas ideas en la construcción de pistones cilindros y balanzas de presión para ser usados en modos absolutos, relativos y diferencial.

Los mayores ejemplos son los siguientes:

- Bridgman, (1909) realizó la primera balanza con presión controlada en el cilindro (“controlled clearance”) donde una presión independiente (normalmente llamada “*jacket pressure*”) se aplica en la superficie externa del cilindro para reducir el coeficiente de distorsión con la presión cuando la presión a medir se aplica en la parte inferior del pistón.
- Bridgman, (1911) realizó un pistón cilindro para una balanza del tipo reentrante donde la presión a medir se aplica también a la superficie externa del cilindro.
- Jonson and Newhall, (1953) y Newhall (1957) desarrollaron un gran numero de balanzas de presión tipo “*controlled clearance*” para medir presiones hasta 1,4 GPa.
- Hacia finales de la década de los 60 apareció la primera balanza comercial para la medida de presiones relativas y absolutas en medio gas, Figura (4, 3).



Figura (4, 3). Balanza de presión neumática.

- En 1981 Delajoud [4, 39] presentó la primera balanza de presión que sustituía el juego de masas por un dinamómetro electrónico.
- En 1994, en la segunda conferencia internacional de presión del comité consultivo de masa, Oiwa [4, 40] y Rendle [4, 41] introdujeron dos modelos de balanza de presión con pistones no rotativos para la medida de bajas presiones. En aquel entonces de funcionamiento relativo, pero que hoy han sido la base del desarrollo de otras de funcionamiento absoluto.

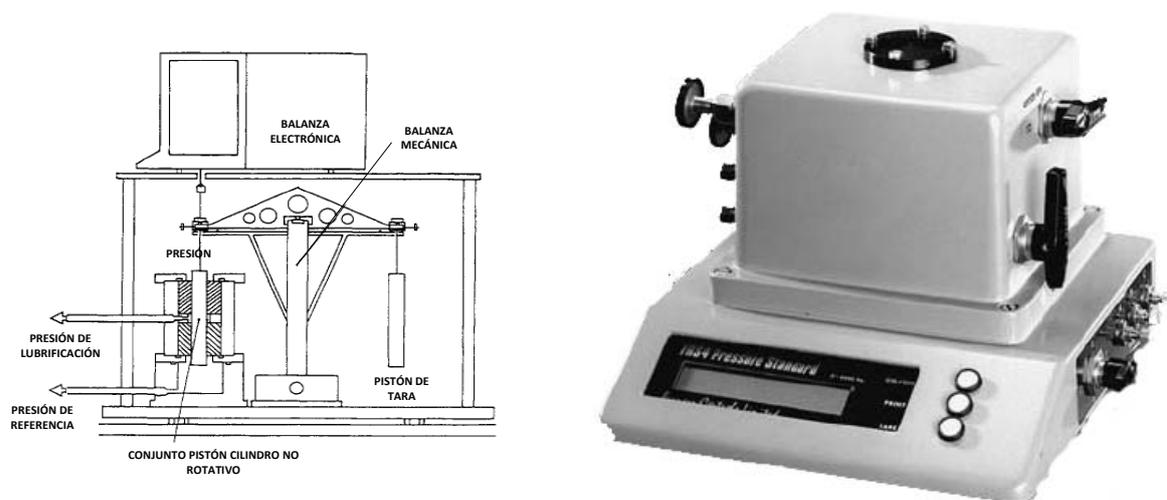


Figura (4, 4). Balanzas de presión con pistones no rotativos¹⁰

También ha habido mejoras sustanciales en modelos modernos de balanzas de presión en lo concerniente a:

- La selección de los materiales del pistón y del cilindro especialmente con alto módulo de Young.
- La mejora de la geometría de las superficies actuantes del pistón y el cilindro a nivel submicrométrico.
- El método de carga, en algún caso automático.

¹⁰ Izquierda, Oiwa [4, 40] y derecha, Rendle [4, 41].

- La mejora en la exactitud de la medida de las magnitudes asociadas como la temperatura, la posición del pistón, la velocidad de caída y de rotación.
- La posibilidad, en algunos casos, de realizar automáticamente calibraciones de presión incluso de dos balanzas de presión usando la técnica de flotación cruzada.

Muchos han sido los científicos que han discutido y descrito con detalle las balanzas de presión a lo largo de su historia. Como muestra, varios trabajos [4, 29] a [4, 34] sobre diferentes libros que contienen amplia información sobre conjuntos pistón cilindro; o las cuatro conferencias internacionales de presión del Comité consultivo de masa del BIPM, [4, 35] a [4, 38].

Los trabajos realizados en este capítulo están focalizados en caracterizar los conjuntos pistón cilindro de dos tipos de balanzas de presión, las tradicionales comúnmente denominadas de pesos muertos y las dinamométricas de presión, que son las que se van a utilizar para la caracterización del sistema de expansión estático que veremos en el capítulo 5. También se explica el funcionamiento y las diferentes características de las balanzas de presión.

4.1.1. La balanza de pesos muertos.

Este tipo de balanza ya ha sido tratada de forma resumida en el punto 1.3.2 del capítulo 1. La OIML en su recomendación internacional nº 110 [4, 42] definió la balanza de presión como un instrumento diseñado para la medida de la presión en un medio, basado en el principio de equilibrio de la fuerza producida por la acción de la presión sobre un conjunto pistón cilindro de área conocido, con la fuerza producida por la acción de la gravedad sobre unas masas que incluyen la del pistón.

Los principales componentes de una balanza de presión son:

- Un conjunto pistón – cilindro compuesto de un pistón de forma cilíndrica y de un cilindro hueco. Un dispositivo para facilitar la colocación de las masas suele estar fijado en la parte superior del pistón.

- Un juego de masas compuesto generalmente de varios valores para producir la variación de la fuerza sometida a la acción de la gravedad.
- Una base con una tubería vertical donde se localiza el conjunto pistón cilindro.
- Un sistema de generación y regulación de la presión del fluido.

Una balanza de presión consiste, generalmente, en un pistón vertical que gira libremente en el interior de un cilindro. Los dos elementos de buena calidad mecánica, definen una superficie llamada “área efectiva”. La presión a medir se aplica a la base del pistón, creando una fuerza vertical hacia arriba. Esta fuerza se equilibra por la fuerza, de sentido inverso, debida a las masas sometidas a la gravedad local y situadas en la parte superior del pistón.

Algunas veces y especialmente a bajas presiones, por razones prácticas, el cilindro gira en lugar del pistón. En este caso, el principio y los métodos de calibración son los mismos.

La presión se transmite al elemento móvil por un fluido, que puede ser un gas, usualmente nitrógeno o aire, o líquido, usualmente aceite o agua.

Cuando la balanza está en equilibrio, se considera que la parte inferior del pistón es el nivel de referencia de la balanza. A veces, la balanza esta ajustada por el fabricante para que el nivel de referencia sea la conexión de salida de la balanza.

Si las masas están encerradas en una cámara a la que se la hace el vacío, la balanza mide presión absoluta, si las masas están sometidas a la presión atmosférica la balanza mide presión relativa. Algunas balanzas constan de un brazo que sirve para invertir el pistón, en este caso la balanza mide presión relativa negativa. (Ver Figura (4, 5)).



Figura (4, 5). Distintas configuraciones de balanzas de presión

En algunos casos el elemento en flotación no es un conjunto pistón cilindro, tal es el caso de la balanza de flujo constante que combina, generalmente, una bola que recibe la carga y una base hemisférica que soporta la bola. En este tipo de balanza, un regulador controla el flujo de gas a través de la holgura del sistema manteniendo la bola en flotación. Solo se pueden utilizar para presiones relativas en las que el fluido transmisor de la presión es un gas.

La fórmula general para calcular la presión generada por una balanza de presión a un determinado nivel de referencia, se obtiene de (4, 1):

$$p = \frac{(M + \delta M)g_l \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_M}\right) - v g_l (\rho_f - \rho_a) + \sigma C}{(A_{(0,t_0)} + \delta A_{(0,t_0)})(1 + \lambda p_N)(1 + \alpha(t - t_0))} + (\rho_f - \rho_a)g_l \Delta h + p_r \quad (4, 1)$$

Donde la presión es igual a la fuerza aplicada dividida por el área más las correcciones por nivel de referencia y presión residual.

4.1.1.1. Incertidumbres.

El modelo matemático para el cálculo de la incertidumbre de la presión medida por una balanza de pesos muertos viene definido por la ecuación (4, 1), aplicando ciertas consideraciones según el modo.

Aplicando la ley de propagación de la incertidumbre al modelo matemático se obtienen las diferentes contribuciones a la incertidumbre de las magnitudes de entrada sobre la presión medida por una balanza de presión. La Tabla (4, 1) muestra de manera abreviada el cálculo de incertidumbres sobre la presión generada.

Tabla (4, 1). Balance de incertidumbres sobre la medida de la presión con una balanza de pesos muertos.

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Masa patrón	M	$u(M)$	normal	c_0	$c_0 u(M)$

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Deriva de la masa	δM	$u(\delta M)$	rectangular	c_0	$c_0 u(\delta M)$
Gravedad local	g_1	$u(g_1)$	Normal	c_1	$c_1 u(g_1)$
Densidad del aire	ρ_a	$u(\rho_a)$	Rectangular	c_2	$c_2 u(\rho_a)$
Densidad de las masas	ρ_M	$u(\rho_M)$	Rectangular	c_3	$c_3 u(\rho_M)$
Volumen del P/C sometido a empuje	v	$u(v)$	Rectangular	c_4	$c_4 u(v)$
Densidad del fluido de transmisión	ρ_f	$u(\rho_f)$	Rectangular	c_5	$c_5 u(\rho_f)$
Tensión superficial del fluido	σ	$u(\sigma)$	Rectangular	c_6	$c_6 u(\sigma)$
Longitud de la circunferencia del pistón	C	$u(C)$	Rectangular	c_7	$c_7 u(C)$
Área efectiva del P/C	$A_{(0,10)}$	$u(A_{(0,10)})$	Normal	c_8	$c_8 u(A_{(0,10)})$
Deriva del área efectiva del P/C	$\delta A_{(0,10)}$	$u(\delta A_{(0,10)})$	Rectangular	c_8	$c_8 u(\delta A_{(0,10)})$

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Coefficiente de deformación con la presión del P/C	λ	$u(\lambda)$	Normal	c_9	$c_9 u(\lambda)$
Presión nominal	P_N	$u(P_N)$	Rectangular	c_{10}	$c_{10} u(\lambda)$
Coefficiente de dilatación lineal del P/C	α	$u(\alpha)$	Rectangular	c_{11}	$c_{11} u(\alpha)$
Temperatura	t	$u(t)$	Rectangular	c_{12}	$c_{12} u(t)$
Presión residual	p_r	$u(p_r)$	Rectangular	c_{13}	$c_{13} u(p_r)$
Diferencia de alturas	Δh	$u(\Delta h)$	Rectangular	c_{14}	$c_{14} u(\Delta h)$

4.1.1.1.1. Coeficientes de sensibilidad

Los coeficientes de sensibilidad se obtienen de las derivadas parciales de la ecuación modelo respecto a cada una de las variables de entrada:

$$c_0 = \frac{\partial p}{\partial M} \approx \frac{p}{M} \quad (4, 2)$$

$$c_1 = \frac{\partial p}{\partial g_l} \approx \frac{p}{g_l} \quad (4, 3)$$

$$c_2 = \frac{\partial p}{\partial \rho_a} \approx -\frac{Mg_1 - v}{A_{(0,t_0)}} - g_1 \Delta h \quad (4, 4)$$

$$c_3 = \frac{\partial p}{\partial \rho_M} \approx \frac{Mg_1 \rho_a}{A_{(0,t_0)}} \frac{1}{\rho_M^2} \quad (4, 5)$$

$$c_4 = \frac{\partial p}{\partial v} \approx -\frac{g_1(\rho_f - \rho_a)}{A_{(0,t_0)}} \quad (4, 6)$$

$$c_5 = \frac{\partial p}{\partial \rho_f} = \frac{g_1 v}{A_{(0,t_0)}} + g_1 \Delta h \quad (4, 7)$$

$$c_6 = \frac{\partial p}{\partial \sigma} \approx \frac{C}{A_{(0,t_0)}} \quad (4, 8)$$

$$c_7 = \frac{\partial p}{\partial C} \approx \frac{\sigma}{A_{(0,t_0)}} \quad (4, 9)$$

$$c_8 = \frac{\partial p}{\partial A_{(0,t_0)}} \approx -\frac{p}{A_{(0,t_0)}} \quad (4, 10)$$

$$c_9 = \frac{\partial p}{\partial \lambda} \approx -\frac{p^2}{(1 + \lambda p_N)} \quad (4, 11)$$

$$c_{10} = \frac{\partial p}{\partial p_N} \approx -\frac{P \lambda}{(1 + \lambda p_N)} \quad (4, 12)$$

$$c_{11} = \frac{\partial p}{\partial \alpha} \approx -P(t - t_0) \quad (4, 13)$$

$$c_{12} = \frac{\partial p}{\partial t} \approx -P \alpha \quad (4, 14)$$

$$c_{13} = \frac{\partial p}{\partial p_r} = 1 \quad (4, 15)$$

$$c_{14} = \frac{\partial p}{\partial \Delta h} = (\rho_f - \rho_a) g_1 \quad (4, 16)$$

4.1.1.1.2. Magnitudes de entrada.

A continuación se desarrollan las diferentes magnitudes de entrada de la ecuación (4, 1) con excepción de la gravedad y la densidad del aire que han sido estudiadas en el apartado 3.

Masa.

El valor de masa y su incertidumbre expandida, normalmente para un factor de cobertura $k = 2$, se obtienen de su certificado de calibración. En nuestro caso una contribución típica a la incertidumbre es de $\pm 2 \cdot 10^{-6} \cdot M$, para $k = 2$. Por lo que se tratan como una distribución normal.

Deriva de la Masa.

El valor de la masa puede variar entre calibraciones, esto es lo que normalmente se conoce como deriva. Se considera que su valor es cero y se incluye como una contribución a la incertidumbre. Si el semintervalo de deriva es δm , la varianza es $u^2 = (\delta m)^2/3$, y la incertidumbre típica debida a la deriva es:

$$u(\delta M) = \frac{\delta m}{\sqrt{3}} \quad (4, 17)$$

δm es igual la diferencia máxima, en valor absoluto, entre los valores de masa obtenidos para una misma pesa en dos certificados de calibración consecutivos. Cuando sólo se tiene una calibración se pueden utilizar las especificaciones del fabricante del equipo o la experiencia.

Densidad de las masas.

El valor de la densidad de las masas y su incertidumbre expandida se obtienen del certificado de calibración de las masas en densidad, o en su defecto de las especificaciones del fabricante, en el caso más normal de usar las especificaciones del fabricante:

$$u(\rho_M) = \frac{\delta\rho_M}{2\sqrt{3}} \quad (4, 18)$$

$\delta\rho_M$ es la incertidumbre o límite de error máximo de la densidad de las masas correspondiente a la clase de exactitud declarada por el fabricante.

Volumen del pistón sometido a empuje.

Su valor y su incertidumbre se pueden obtener o bien de las especificaciones del fabricante, o bien mediante una sencilla determinación dimensional mediante el uso de un calibre.

$$v = \pi(R_3^2 h_1 - R_1^2 (h_1 + h_2) + R_2^2 h_2) \quad (4, 19)$$

$$u(V) = \frac{\delta V}{\sqrt{3}} \quad (4, 20)$$

δV es el semintervalo máximo de variación del volumen sometido a empuje declarado por el fabricante o la obtenida en la determinación dimensional. Normalmente en la calibración de conjuntos pistón cilindro de funcionamiento neumático este término es despreciable.

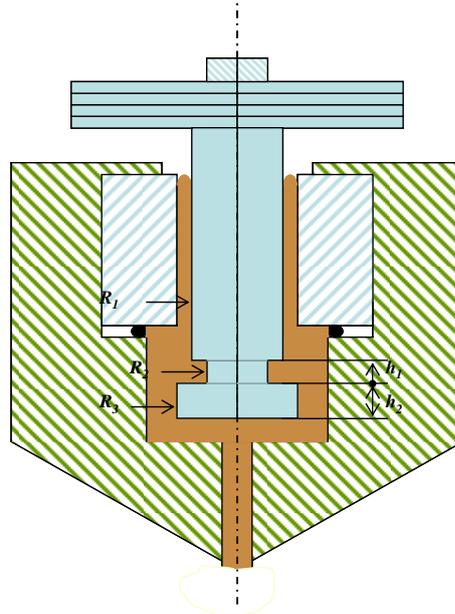


Figura (4, 6). Determinación dimensional del volumen sometido a empuje en un conjunto pistón - cilindro.

Densidad del fluido de transmisión de la presión.

La Densidad del fluido de se obtiene de diferentes ecuaciones en función de que el fluido sea un líquido o un gas.

- En el caso de líquidos el fluido comúnmente utilizado por los NMI's es el di-etil-hexil-sebacate y su densidad, para presiones inferiores a 500 MPa, se puede obtener de (4, 21) [4, 34] y [4, 45].

$$\rho_{\bar{r}(p,t)} = 912,7(1 - 7,8 \times 10^{-4}(t - t_o)) + (0,752 p_N - 1,7 \times 10^{-3} p_N^2 + 1,5 \times 10^{-6} p_N^3) \quad (4, 21)$$

- En el caso de un gas de la ecuación de los gases ideales.

En ambos casos su contribución a la incertidumbre se trata como una distribución rectangular:

$$u(\rho_f) = \frac{\delta\rho_f}{\sqrt{3}} \quad (4, 22)$$

$\delta\rho_f$ es el semintervalo máximo de variación de la densidad del fluido en el caso del di-etil-hexil-sebacate del orden del 10 kg/m³ [4, 34] y para el caso de que el fluido sea nitrógeno o aire se le asigna un valor de 0,050 kg/m³.

Coefficiente de Tensión superficial del fluido transmisor de la presión.

Este término solo es aplicable a conjuntos pistón cilindro de funcionamiento hidráulico, siendo una corrección relevante a bajas presiones (< 10 MPa). En el caso del di-etil-hexil-sebacate un valor típico es de 0,030 5 N/m, para 20 °C, ya que tiene dependencia de la temperatura. Su incertidumbre se trata como una distribución rectangular.

$$u(\sigma) = \frac{\delta\sigma}{\sqrt{3}} \quad (4, 23)$$

$\delta\sigma$ es el semintervalo máximo de variación del orden de 0,001 0 N/m [4, 34].

Longitud de la circunferencia del pistón.

El valor de la longitud de la Circunferencia del pistón a calibrar, se obtiene a partir del valor nominal de su área efectiva. Su incertidumbre se obtiene de las especificaciones del fabricante para el valor del área efectiva.

$$C = 2\sqrt{\pi A_N} \quad (4, 24)$$

Su incertidumbre se trata como una distribución rectangular:

$$u(C) = \frac{\sqrt{\frac{\pi}{A_N}} \delta A_N}{\sqrt{3}} \quad (4, 25)$$

δA_N es el semintervalo máximo de variación declarado por el fabricante para el valor del área efectiva.

Área efectiva del conjunto pistón cilindro.

El valor del Área efectiva del conjunto pistón cilindro y su incertidumbre expandida, normalmente para un factor de cobertura $k = 2$, se obtienen mediante calibración.

$$u(A_{(0,t_0)}) = \frac{U(A_{(0,t_0)})}{k(U(A_{(0,t_0)}))} \quad (4, 26)$$

Corrección debida a la deriva del área efectiva del conjunto pistón cilindro.

El valor del área efectiva puede variar entre calibraciones, esto es lo que normalmente se conoce como deriva. Se considera que su valor es cero y se incluye como una contribución a la incertidumbre. Si el semintervalo de deriva es $\delta A_{(0,t_0)}$, la varianza es $u^2 = (\delta A_{(0,t_0)})^2/3$, y la incertidumbre típica debida a la deriva es:

$$u(\delta A_{(0,t_0)}) = \frac{\delta A_{(0,t_0)}}{\sqrt{3}} \quad (4, 27)$$

$\delta A_{(0,t_0)}$, es igual a la diferencia máxima, en valor absoluto, entre el valor del área efectiva obtenido en dos certificados de calibración consecutivos. Cuando sólo se tiene una calibración se pueden utilizar las especificaciones del fabricante del equipo o la experiencia.

Coefficiente de deformación con la presión del conjunto pistón cilindro.

El valor del Coeficiente de deformación con la presión del conjunto pistón cilindro y su incertidumbre expandida, normalmente para un factor de cobertura $k = 2$, se obtienen del certificado de calibración del patrón.

$$u(\lambda) = \frac{U(\lambda)}{k(U(\lambda))} \quad (4, 28)$$

Presión nominal.

Se obtiene de corregir el valor nominal de la presión a gravedad normal a gravedad local.

$$p_N = p_{N(g_N)} \frac{g_1}{g_N} \quad (4, 29)$$

Su incertidumbre se obtiene de las especificaciones del fabricante para la presión generada por la balanza patrón en las condiciones de utilización y se trata como una distribución rectangular, de manera que:

$$u(p_N) = \frac{\delta p_N}{2\sqrt{3}} \quad (4, 30)$$

δp_N es el intervalo máximo de variación declarado por el fabricante para el valor nominal de la presión generada en las condiciones de utilización.

Coefficiente de dilatación térmica del pistón cilindro.

Su valor se obtiene de las especificaciones del fabricante o de las características del material con el que esta construido y se asume que su valor puede variar en un $\pm 10\%$. Si el intervalo de variación es $\delta\alpha$, la varianza es $u^2 = (\delta\alpha)^2/12$, y la incertidumbre típica es:

$$u(\alpha) = \frac{\delta\alpha}{2\sqrt{3}} \quad (4, 31)$$

Temperatura del conjunto pistón cilindro.

La temperatura del conjunto pistón cilindro se mide a través de una sonda de temperatura. La incertidumbre expandida, normalmente para un factor de cobertura $k = 2$, se obtienen a partir de la del certificado de calibración de la sonda, de la deriva de la sonda y del método de medida de la temperatura del conjunto pistón cilindro. Se asume que su valor puede variar en $\pm 0,5$ °C. Si el semintervalo de variación es δt , la varianza es $u^2 = (\delta t)^2/3$, y la incertidumbre típica es:

$$u(t) = \frac{\delta t}{\sqrt{3}} \quad (4, 32)$$

Presión residual.

Solo es aplicable para medida de presión absoluta. Su valor se obtiene de la indicación del medidor de presión residual (normalmente un medidor de vacío del tipo pirani). Su contribución a la incertidumbre está compuesta por la de calibración, la deriva y la resolución. Se asume que su valor puede variar en un $\pm 10\%$. Si el intervalo de variación es δp_r , la varianza es $u^2 = (\delta p_r)^2/12$, y la incertidumbre típica es:

$$u(\alpha) = \frac{\delta p_r}{2\sqrt{3}} \quad (4, 33)$$

Diferencia de altura entre los niveles de referencia.

La Diferencia de altura se mide a través de una regla. La incertidumbre expandida, normalmente para un factor de cobertura $k = 2$, se obtienen a partir de la del certificado de calibración de la regla, de la deriva de la regla y del método de medida de la diferencia de alturas. Si el semintervalo de variación es δh , la varianza es $u^2 = \delta h^2/3$, y la incertidumbre típica es:

$$u(\Delta h) = \frac{\delta h}{\sqrt{3}} \quad (4, 34)$$

4.1.2. La balanza dinamométrica de presión.

Una balanza de presión electrónica es un sistema que permite medir una presión ejercida sobre un conjunto pistón - cilindro, a partir de la fuerza que ejerce éste sobre un dinamómetro electrónico [4, 43].

La presión ejercida " p " se transforma en una fuerza " F " en el bloque de medida siguiendo la relación: $F = P \cdot S$, siendo S la superficie.

El dinamómetro electrónico mide y transmite el valor de la fuerza " F ", o bien el de la presión correspondiente a dicha fuerza.

La construcción de una balanza electrónica de presión considera:

- Un conjunto pistón - cilindro de construcción adecuada que permite la definición de un área efectiva A_0 y de un coeficiente de conversión K_N .
- Un bloque de medida donde se aloja el conjunto pistón - cilindro, y que transforma la presión en fuerza.
- Un dinamómetro electrónico que será el que mide la fuerza y la traduce en unidades de presión.

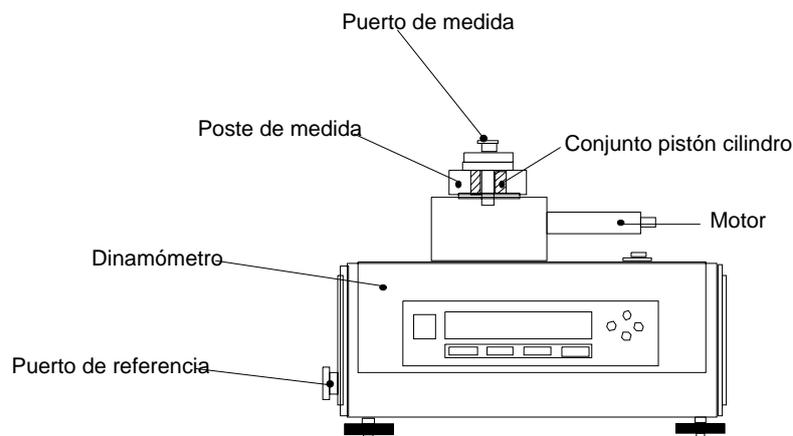


Figura (4, 7). Balanza dinamométrica de presión.

Normalmente tanto el pistón como el cilindro utilizados en este tipo de balanza son de forma cilíndrica y el pistón gira para minimizar los rozamientos, pero también se puede encontrar alguna balanza de presión, como es el caso de la balanza de DHi modelo FPG8601, donde el cilindro tiene forma bicónica y además es estático. En este caso para minimizar los efectos debido al rozamiento se inyecta gas a presión entre el pistón y el cilindro, por lo que la regulación de los valores de presión se realiza de forma dinámica, este gas normalmente se denomina gas de lubricación. Una balanza de este tipo la que ha sido utilizada para la caracterización de las relaciones de expansión del sistema de expansión estático de esta tesis.

Partiendo de un conjunto pistón - cilindro completamente caracterizado, desde el punto de vista del área efectiva, y conociendo tanto la indicación del dinamómetro como el factor de conversión de éste, se puede obtener en primera aproximación la presión generada:

$$p = \frac{F}{A_o} = \frac{N/N_K g_1}{A_o} \quad (4, 35)$$

En la práctica, el uso de tal fórmula simplificada, proporciona un valor de la presión con un error no aceptable para los valores de incertidumbre con los que operan las balanzas de presión electrónicas. La formula exacta es:

$$p = (K_{N(P,20)} + \delta K_{N(P,20)}) \frac{g_1 (N + \Delta N_1 + \Delta N_2 + \Delta N_3)}{g_N N_K} \frac{\rho_M - \rho_a}{\rho_M - \rho_o} [1 + \alpha(t - t_o)]^{-1} + p_r + (\rho_M - \rho_a) g_1 \Delta h \quad (4, 36)$$

donde:

$$K_{N(P,20)} = K_{N(0,20)} (1 + \lambda P_N) \quad (4, 37)$$

y la constante de calibración del dinamómetro se obtiene de la calibración de este previo a su uso mediante la utilización de masas patrón que pueden ser externas o internas como es el caso de la balanza FPG 8601, ver Figura (4, 8).

$$N_K = \frac{N}{M} \quad (4, 38)$$

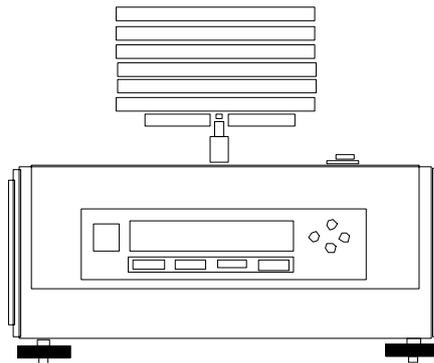


Figura (4, 8). Ajuste del dinamómetro con masas externas.

La densidad del aire es la que hay en el momento de la calibración del dinamómetro y en el caso de balanzas lubricadas es la del fluido de lubricación.

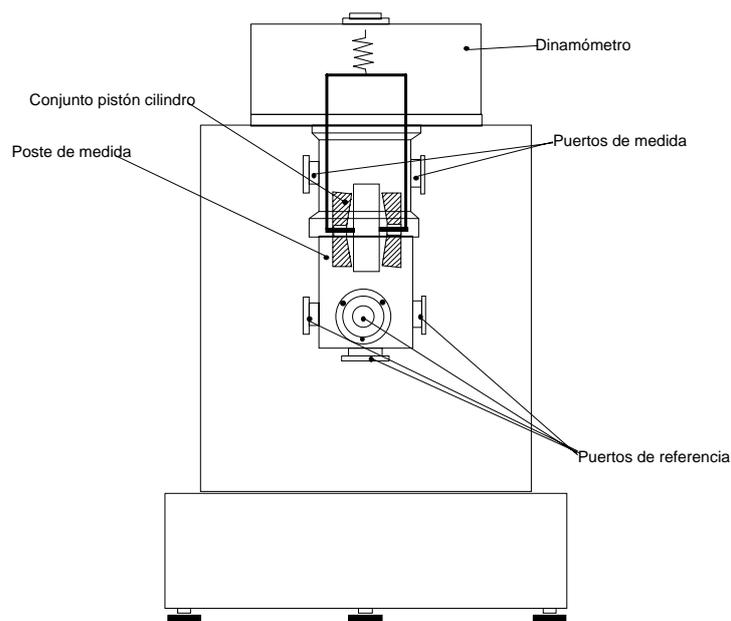


Figura (4, 9). Balanza dinamo-métrica de presión con pistón no rotativo.

4.1.2.1. Incertidumbres.

El modelo matemático para el cálculo de la incertidumbre de la presión medida por una balanza electrónica de presión viene definido por la ecuación (4, 36), aplicando ciertas consideraciones según el modo.

Aplicando la ley de propagación de la incertidumbre al modelo matemático se obtienen las diferentes contribuciones a la incertidumbre de las magnitudes de entrada sobre la presión medida por una balanza de presión electrónica. La muestra de manera abreviada el cálculo de incertidumbres sobre la presión generada.

Tabla (4, 2). Balance de incertidumbres sobre la medida de la presión con una balanza de presión electrónica.

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Coefficiente de conversión del conjunto P/C	$K_{N(0,10)}$	$u(K_{N(0,10)})$	normal	c_0	$c_0 u(K_{N(0,10)})$

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Deriva del coeficiente de conversión.	$\delta K_{N(0,t_0)}$	$u(\delta K_{N(0,t_0)})$	rectangular	c_0	$c_0 u(\delta K_{N(0,t_0)})$
Coeficiente de deformación con la presión del P/C	λ	$u(\lambda)$	normal	c_1	$c_1 u(\lambda)$
Presión nominal	p_N	$u(p_N)$	rectangular	c_2	$c_2 u(p_N)$
Coeficiente de dilatación lineal del P/C	α	$u(\alpha)$	rectangular	c_3	$c_3 u(\alpha)$
Temperatura	t	$u(t)$	rectangular	c_4	$c_4 u(t)$
Gravedad Local	g_1	$u(g_1)$	rectangular	c_5	$c_5 u(g_1)$
Indicación del dinamómetro	N	$u(N)$	rectangular	c_6	$c_6 u(N)$
Variación de la fuerza por empuje de la presión de lubricación.	ΔN_1	$u(\Delta N_1)$	rectangular	c_6	$c_6 u(\Delta N_1)$

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Variación de la fuerza por diferencias entre la presión de lubricación y la presión de referencia	ΔN_2	$u(\Delta N_2)$	rectangular	c_6	$c_6 u(\Delta N_2)$
Variación de la fuerza por variación de la presión de referencia.	ΔN_3	$u(\Delta N_3)$	rectangular	c_6	$c_6 u(\Delta N_3)$
Coefficiente de conversión del dinamómetro.	N_K	$u(N_K)$	rectangular	c_7	$c_7 u(N_K)$
Densidad del aire	ρ_a	$u(\rho_a)$	rectangular	c_8	$c_8 u(\rho_a)$
Densidad de las masas	ρ_M	$u(\rho_M)$	rectangular	c_9	$c_9 u(\rho_M)$
Presión residual	p_r	$u(p_r)$	rectangular	c_{10}	$c_{10} u(p_r)$
Densidad del fluido de transmisión	ρ_F	$u(\rho_F)$	rectangular	c_{11}	$c_{11} u(\rho_F)$

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Diferencia de alturas	Δh	$u(\Delta h)$	rectangular	c_{12}	$c_{12} u(\Delta h)$

4.1.2.1.1. Coeficientes de sensibilidad

Los coeficientes de sensibilidad se obtienen de las derivadas parciales de la ecuación modelo respecto a cada una de las variables de entrada:

$$c_0 = \frac{\partial p}{\partial K_{N(p,t_0)}} \approx \frac{p}{K_{N(p,t_0)}} \quad (4, 39)$$

$$c_1 = \frac{\partial p}{\partial \lambda} \approx \frac{p^2}{(1 + \lambda p_N)} \quad (4, 40)$$

$$c_2 = \frac{\partial p}{\partial p_N} \approx \frac{p \lambda}{(1 + \lambda p_N)} \quad (4, 41)$$

$$c_3 = \frac{\partial p}{\partial \alpha} \approx -p(t - t_0) \quad (4, 42)$$

$$c_4 = \frac{\partial p}{\partial t} \approx -p \alpha \quad (4, 43)$$

$$c_5 = \frac{\partial p}{\partial g_1} \approx \frac{p}{g_1} \quad (4, 44)$$

$$c_6 = \frac{\partial p}{\partial N} \approx \frac{p}{N} \quad (4, 45)$$

$$c_7 = \frac{\partial p}{\partial N_K} \approx -\frac{p}{N_K} \quad (4, 46)$$

$$c_8 = \frac{\partial p}{\partial \rho_a} \approx -\frac{p}{(\rho_M - \rho_a)} - g_1 \Delta h \quad (4, 47)$$

$$c_9 = \frac{\partial p}{\partial \rho_M} \approx \frac{p}{(\rho_M - \rho_a)} - \frac{p}{(\rho_M - \rho_0)} \quad (4, 48)$$

$$c_{10} = \frac{\partial p}{\partial p_f} = 1 \quad (4, 49)$$

$$c_{11} = \frac{\partial p}{\partial \rho_f} = g_1 \Delta h \quad (4, 50)$$

$$c_{12} = \frac{\partial p}{\partial \Delta h} = (\rho_M - \rho_a) g_1 \quad (4, 51)$$

4.1.2.1.2. Magnitudes de entrada.

A continuación se desarrollan las diferentes magnitudes de entrada de la ecuación (4, 36), que no han sido tratadas previamente. Las magnitudes previamente tratadas son: la aceleración de la gravedad local, la densidad de las masas, la densidad del aire; el coeficiente de dilatación del conjunto pistón cilindro, la temperatura, la presión residual y la diferencia de altura.

Coefficiente de conversión del conjunto pistón - cilindro.

Su valor y su incertidumbre expandida, normalmente para un factor de cobertura $k = 2$, se obtienen de su certificado de calibración.

Deriva del coeficiente de conversión del conjunto pistón - cilindro.

Se estima una deriva del coeficiente de conversión de $\pm 20 \times 10^{-6} K_{N(0,t_0)}$, tratada como una distribución rectangular.

Coefficiente de deformación con la presión del conjunto pistón cilindro.

Este valor también se obtiene mediante calibración. Su incertidumbre para $k = 2$, es del orden del $0,1 \times \lambda$ al $0,2 \times \lambda$ [4, 30], [4, 32],[4, 34] y [4, 45]. Por lo que se asigna por defecto una incertidumbre de $0,2 \times \lambda$, para $k = 2$.

Indicación del dinamómetro en cuentas.

Su contribución a la incertidumbre es debida a su resolución, por lo que se trata como una distribución rectangular. Resoluciones típicas para dinamómetros de alta exactitud son de una cuenta para un fondo de escala comprendido entre 500 000 cuentas y .800 000 cuentas que se corresponden generalmente con valores de masa entre 5 kg y 8 kg. En el caso de la balanza dinamométrica DHi FPG8601 la resolución es de 1 cuenta para un fondo de escala de 1 500 000 de cuentas correspondiente a 1,5 kg.

Variación de la fuerza por empuje de la presión de lubricación.

Para pistones no rotativos, centrados mediante presión, si la presión de lubricación que rodea la célula de carga, el soporte del pistón y el pistón cambia desde el momento de ejecución de la tara de la balanza, se produce una fuerza ascendente que se manifiesta sobre la célula de carga. Este cambio en la fuerza se cuantifica por ΔN_1 . Siendo función del coeficiente de empuje de la fuerza K_b , que se determinan experimentalmente variando la presión de lubricación mediante el manorreductor que la regula. Su influencia en los resultados finales es pequeña, por lo que se le asigna una incertidumbre de $\pm 0,1 \times \Delta N_1$ tratada como una distribución rectangular. Su valor se obtiene de (4, 52):

$$\Delta N_1 = -K_b(p_{lub} - p_{lub,0}) \quad (4, 52)$$

Variación de la fuerza por diferencias entre la presión de lubricación y la presión de referencia.

Como el anterior, para pistones no rotativos lubricados, debido pequeñas asimetrías del conjunto pistón cilindro, la diferencia entre la presión lubricación y la presión de referencia alrededor del pistón, crea una fuerza de arrastre que actúa en el pistón. Cuando se producen cambios desde el momento en que se realizó la tara de la balanza esta fuerza afecta a la célula de carga. Se cuantifica por ΔN_2 . Siendo función del coeficiente K_d , que se determina experimentalmente variando la presión de referencia mientras se mantiene constante la presión de lubricación. Su influencia en los resultados finales es pequeña, por lo que se le asigna una incertidumbre de $\pm 0,1 \times \Delta N_2$ tratada como una distribución rectangular. Su valor se obtiene de (4, 53):

$$\Delta N_2 = K_d [(p_{lub} - p_{ref}) - (p_{lub,0} - p_{ref,0})] \quad (4, 53)$$

Variación de la fuerza por variación de la presión de referencia.

Este es el último factor para pistones cilindro no rotativos lubricados. Se corresponde con la fuerza que actúa sobre el pistón debida a la presión de referencia que rodea al pistón. Si esta presión cambia desde el momento en que se taro la balanza, este cambio se manifiesta sobre la

célula de carga. Cuando la balanza trabaja en modo absoluto se puede considerar despreciable, ya que el valor de la presión de referencia está en el entorno del pascal. Sin embargo en los modos relativo y diferencial si hay que tener en cuenta su efecto. Se cuantifica por ΔN_3 . Se puede comprobar su efecto cambiando de modo de funcionamiento la balanza (relativo/absoluto), en ese momento y previo a la tara su manifestación es máxima. Su influencia en los resultados finales es pequeña, por lo que se le asigna una incertidumbre de $\pm 0,1 \times \Delta N_3$ tratada como una distribución rectangular. Su valor se obtiene de (4, 54):

$$\Delta N_3 = V_{lub} g_l \left[\left(\frac{p_{ref}}{T_{ref}} \right) - (p_{ref,0} - T_{ref,0}) \right] \frac{M_g}{K_{N(0,20)}} Z_{g(p_{ref,0}, T_{ref,0})} R \quad (4, 54)$$

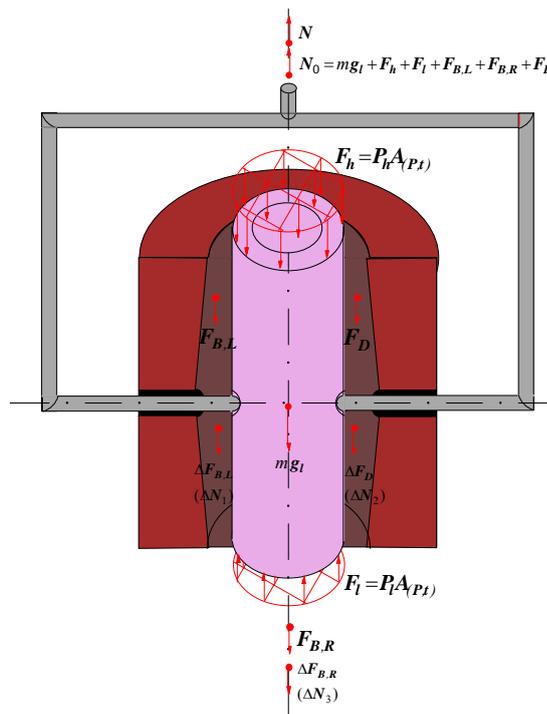


Figura (4, 10). Fuerza específicas de pistones no rotativos lubricados.

Los valores K_b , K_d y V_{lub} son característicos de cada conjunto pistón cilindro. Los valores M_g , Z_g son característicos del gas de lubricación y las temperaturas y presiones normalmente son medidas por la propia balanza de presión.

Coefficiente de conversión del dinamómetro.

El coeficiente de conversión del dinamómetro es la relación entre la indicación del mismo y el valor de masa que hay que aplicar para obtener dicha indicación:

$$N_K = \frac{\sum_{i=1}^n \frac{N_i}{M_i}}{n} \quad (4, 55)$$

Este valor puede obtenerse de un certificado de calibración, en cuyo caso la incertidumbre se tratará como una distribución normal, o puede obtenerse previo al uso de la balanza dinamométrica, haciendo un ensayo de linealidad mediante la aplicación de diferentes valores de masa. En este caso se calcula el cociente entre cada una de las indicaciones del dinamómetro y el valor de masa aplicado para dicha indicación. Siendo el valor del coeficiente de conversión la media de los valores obtenidos. En este último caso la incertidumbre se tratara como una distribución rectangular y tiene que tener en cuenta no solo la incertidumbre de calibración de las masas, sino también la de su deriva en el tiempo.

4.2. Método de calibración.

La calibración de un conjunto pistón - cilindro comprende la determinación de su masa; la determinación de su área efectiva y su coeficiente de deformación con la presión. Todos ellos con sus incertidumbres asociadas.

La determinación de la masa se hace en un laboratorio de masas por comparación con masas patrón de exactitud adecuada.

Para la determinación del área efectiva se pueden utilizar:

- Métodos de calibración en presión usando como patrón una columna de mercurio u otros conjuntos pistón cilindro, previamente calibrados.
- Métodos dimensionales.

Y para la determinación del coeficiente de deformación con la presión se pueden utilizar o modelos experimentales o modelos teóricos.

En nuestro caso, la calibración de los conjuntos pistón cilindro la hacemos utilizando métodos de presión y la determinación del coeficiente de deformación con la presión mediante modelos teóricos.

El método dimensional lo utilizamos para comparar los valores obtenidos como medida de aseguramiento de la calidad de las calibraciones realizadas con la columna de mercurio.

4.2.1. Métodos de calibración en presión. Generalidades.

La calibración en presión se puede realizar utilizando diferentes métodos:

- Método de flotación cruzada (crossfloting). Es la técnica más común. La calibración se realiza por comparación directa con otro conjunto pistón cilindro, Figura (4, 11). Que consiste en al determinación de la posición de equilibrio añadiendo pequeños valores de masas hasta que los dos conjuntos pistones cilindro se encuentran en equilibrio. El equilibrio se alcanza cuando los dos pistones se encuentran flotando o cuando ambos descienden a su velocidad de caída. La masa más pequeña utilizada para determinar el equilibrio es la que se denomina masa de sensibilidad.

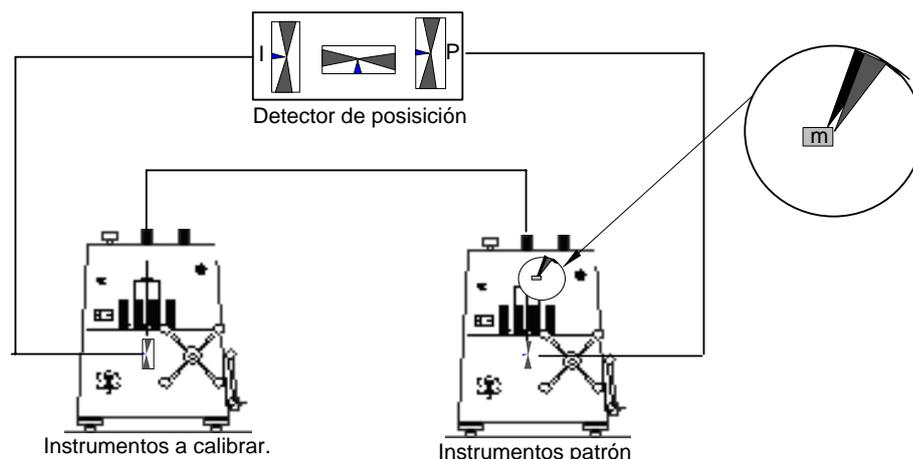


Figura (4, 11). Método de flotación cruzada.

- Método detector de nulo. Es una variación de la técnica de flotación cruzada, en la que en lugar de utilizar amplificadores de posición para determinar la posición de

equilibrio se utiliza un detector de nulo para determinar la igualdad de presiones entre las dos balanzas, Figura (4, 12). En esta técnica para determinar el equilibrio también hay que utilizar pequeños valores de masa.

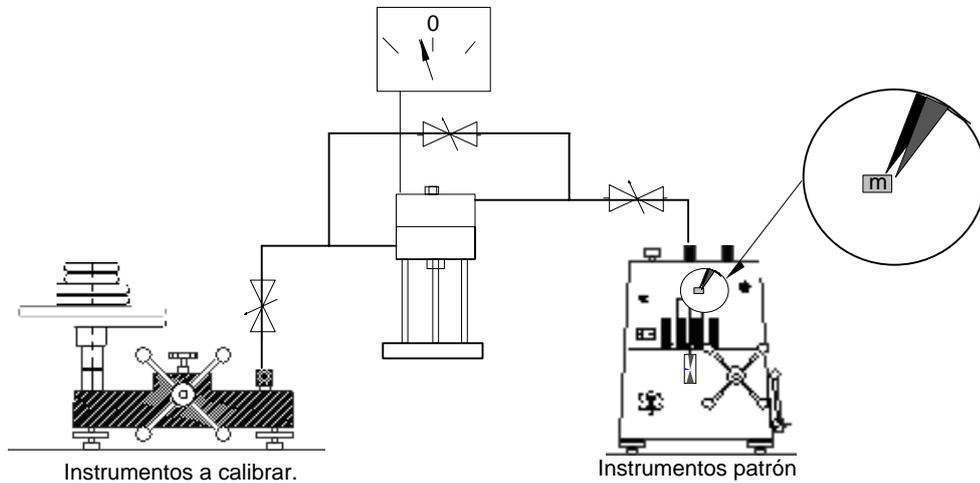


Figura (4, 12). Método de detector de nulo.

- Método del indicador. Consiste en utilizar un manómetro como patrón de transferencia. Para determinar la presión, se comparan las indicaciones del manómetro cuando se aplica presión con cada una de las dos balanzas, la de referencia y la que se quiere calibrar, Figura (4, 13).

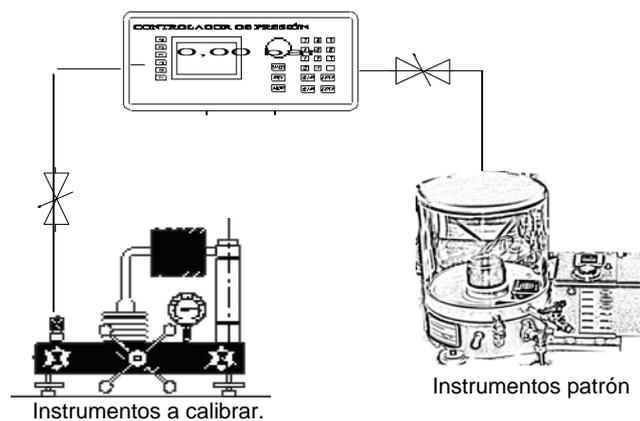


Figura (4, 13). Método del indicador.

- Método del medidor de presión diferencial. Similar al anterior, consiste en utilizar un manómetro diferencial, para determinar la diferencia de presión aplicada con cada una de las dos balanzas, Figura (4, 14).

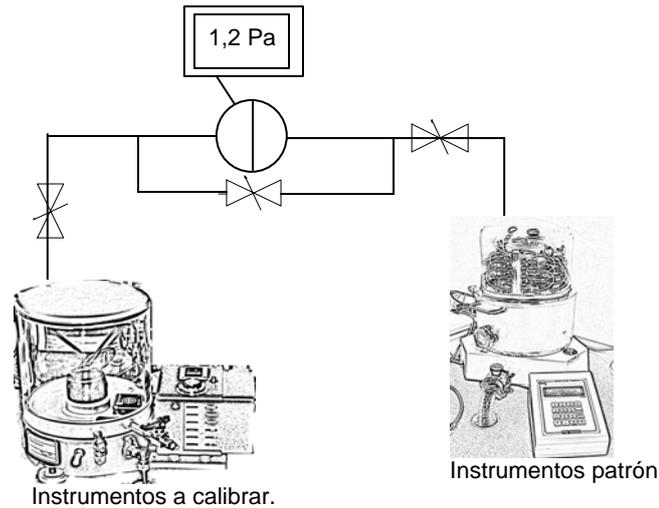


Figura (4, 14). Método del medidor de presión diferencial.

- Método de indicación directa. En este método no es necesario alcanzar un equilibrio del patrón y de la balanza a calibrar. Aplica cuando el patrón utilizado nos facilita una indicación directa, es decir cuando no es otra balanza de presión, Figura (4, 15).

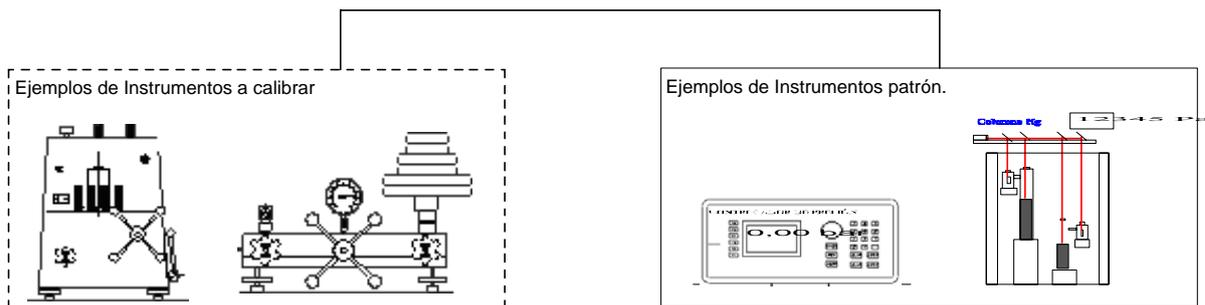


Figura (4, 15). Indicación directa.

4.2.1.1. Métodos de calibración en presión. Balanzas de pesos muertos.

En nuestro caso, de las técnicas anteriores, utilizamos la técnica de la indicación directa, ya que la comparación se va a realizar utilizando como patrón la columna de mercurio, por lo que la determinación de la posición de equilibrio se simplifica, ya que la columna de Hg nos facilita una indicación directa, Figura (4, 16). En este caso la sensibilidad de la flotación se corresponde con la resolución estable de la indicación de la columna.

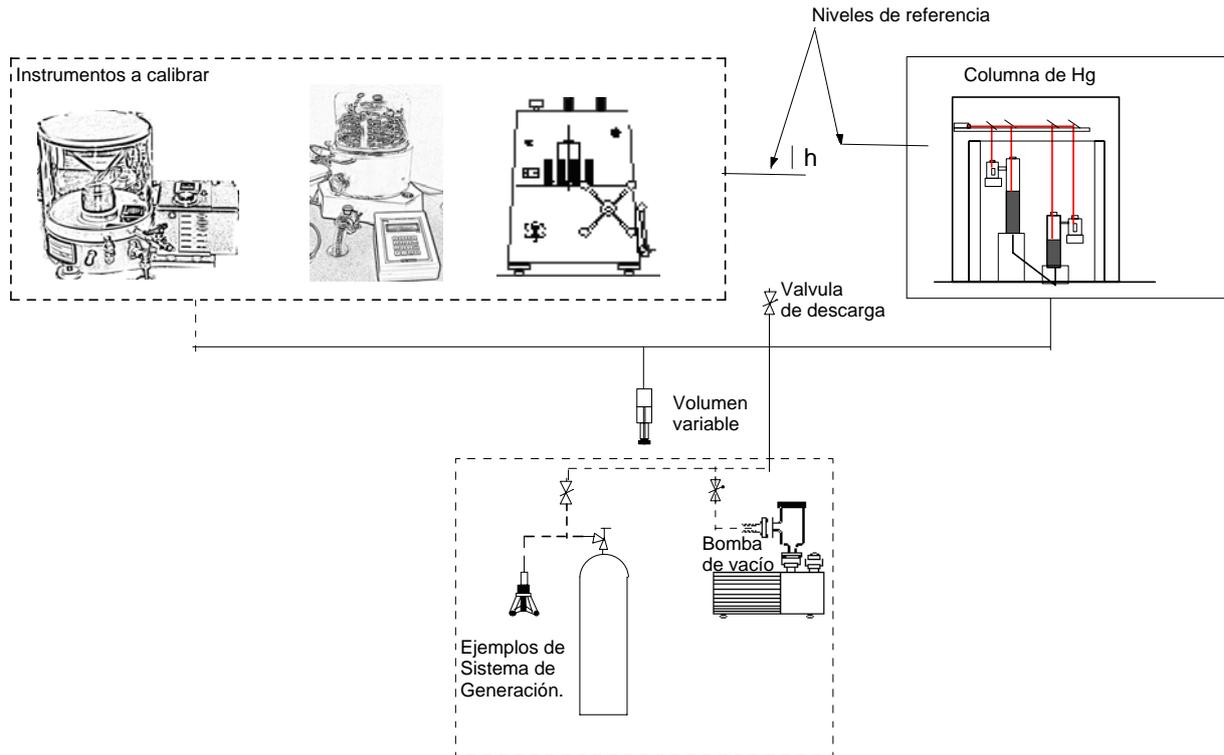


Figura (4, 16). Método de calibración con columna de mercurio.

Conocida la presión de referencia, a partir de la ecuación (4, 1) se puede despejar el valor del área efectiva a presión p' y temperatura de referencia t_0 :

$$A_{(p', t_0)'} = A_{(0, t_0)'} (1 + \lambda' p_N) = \frac{(M' + \delta M' + \delta sen) g_1 \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_M'} \right) - v' g_1 (\rho_f - \rho_a) + \sigma C'}{p' (1 + \alpha' (t' - t_0))} + \delta LSL \quad (4, 56)$$

4.2.1.1.1. Incertidumbres.

El modelo matemático para el cálculo de la incertidumbre de la presión medida por una balanza de pesos muertos viene definido por la ecuación (4, 56), aplicando ciertas consideraciones según el modo.

Aplicando la ley de propagación de la incertidumbre al modelo matemático se obtienen las diferentes contribuciones a la incertidumbre de las magnitudes de entrada sobre el área efectiva. La Tabla (4, 3) muestra de manera abreviada el cálculo de incertidumbres sobre la presión generada.

Tabla (4, 3). Balance de incertidumbres en la determinación del área efectiva.

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Masa	M'	$u(M')$	normal	c_0	$c_0 u(M')$
Deriva de la masa	M'	$u(\delta M')$	rectangular	c_0	$c_0 u(\delta M')$
Sensibilidad	δsen	$u(\delta sen)$	rectangular	c_0	$c_0 u(\delta sen)$
Gravedad local	g_1	$u(g_1)$	rectangular	c_1	$c_1 u(g_1)$
Densidad del aire	ρ_a	$u(\rho_a)$	rectangular	c_2	$c_2 u(\rho_a)$
Densidad de las masas	$\rho_{M'}$	$u(\rho_{M'})$	rectangular	c_3	$c_3 u(\rho_{M'})$
Volumen del P/C sometido a empuje	v'	$u(v')$	rectangular	c_4	$c_4 u(v')$
Densidad del fluido	ρ_f	$u(\rho_f)$	rectangular	c_5	$c_5 u(\rho_f)$
Tensión superficial	σ	$u(\sigma)$	rectangular	c_6	$c_6 u(\sigma)$
Circunferencia del pistón	C'	$u(C')$	rectangular	c_7	$c_7 u(C')$
Presión	p'	$u(p')$	normal	c_8	$c_8 u(P')$

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Coeficiente de dilatación térmica del P/C	α'	$u(\alpha')$	rectangular	c_9	$c_9 u(\alpha')$
Temperatura del P/C	t'	$u(t')$	rectangular	c_{10}	$c_{10} u(t')$
Presión residual	p_r'	$u(p_r')$	normal	c_{11}	$c_{11} u(p_r')$
Ajuste de mínimos cuadrados	δLSL	$u(\delta LSL)$	rectangular	c_{12}	$c_{12} u(\delta LSL)$

Coeficientes de sensibilidad

Los coeficientes de sensibilidad se obtienen de las derivadas parciales de la ecuación modelo respecto a cada una de las variables de entrada:

$$c_0 = \frac{\delta A_{(P',t_0)'}}{\delta M'} \approx \frac{A_{(P',t_0)'}}{M'} \quad (4, 57)$$

$$c_1 = \frac{\delta A_{(P',t_0)'}}{\delta g_1} \approx \frac{A_{(P',t_0)'}}{g_1} \quad (4, 58)$$

$$c_2 = \frac{\delta A_{(P',t_0)'}}{\delta \rho_a} \approx -\frac{M' g_1}{p' \rho_M} + \frac{v g_1}{p'} \quad (4, 59)$$

$$c_3 = \frac{\delta A_{(P',t_0)}'}{\delta \rho_M} \approx - \frac{M' g_1 \rho_a}{p' \rho_M^2} \quad (4, 60)$$

$$c_4 = \frac{\delta A_{(P',t_0)}'}{\delta v'} \approx - \frac{g_1 (\rho_f - \rho_a)}{p'} \quad (4, 61)$$

$$c_5 = \frac{\delta A_{(P',t_0)}'}{\delta \rho_f} \approx - \frac{v g_1}{p'} \quad (4, 62)$$

$$c_6 = \frac{\delta A_{(P',t_0)}'}{\delta \sigma} \approx \frac{C'}{p'} \quad (4, 63)$$

$$c_7 = \frac{\delta A_{(P',t_0)}'}{\delta C'} \approx \frac{\sigma}{p'} \quad (4, 64)$$

$$c_8 = \frac{\delta A_{(P',t_0)}'}{\delta p'} \approx - \frac{A_{(P',t_0)'}}{p'} \quad (4, 65)$$

$$c_9 = \frac{\delta A_{(P',t_0)}'}{\delta \alpha'} \approx - A_{(P',t_0)'} (t' - t_0) \quad (4, 66)$$

$$c_{10} = \frac{\delta A_{(P',t_0)}'}{\delta t'} \approx - A_{(P',t_0)'} \alpha' \quad (4, 67)$$

$$c_{11} = \frac{\delta A_{(P', J_0)'}'}{\delta p_r'} = 1 \quad (4, 68)$$

$$c_{12} = \frac{\delta A_{(P', J_0)'}'}{\delta LSL} = 1 \quad (4, 69)$$

Magnitudes de entrada.

A continuación se desarrollan las diferentes magnitudes de entrada de la ecuación (4, 56) que no han sido tratadas anteriormente. Las magnitudes previamente tratadas son: la masa, la deriva de la masa, la aceleración de la gravedad local, la densidad de las masas, la densidad del aire; el volumen sometido a empuje, la densidad del fluido, la longitud de la circunferencia, el coeficiente de dilatación del conjunto pistón cilindro, la temperatura y la presión residual.

- **Sensibilidad de la flotación.**

La sensibilidad de la flotación se corresponde con el mínimo incremento de masa que produce un cambio en el equilibrio en caso de aplicar el método de flotación cruzada o el método del detector de nulo o con la resolución de la indicación convertida a unidades de masa cuando se utilizan cualquiera de los otros métodos. Su contribución al calculo del valor del área efectiva es nula, pero no su contribución a la incertidumbre. Si la masa de sensibilidad es “sen”, la varianza es $u^2 = (\text{sen})^2/3$, y la incertidumbre típica debida a la deriva es:

$$u(\delta \text{sen}) = \frac{\text{sen}}{\sqrt{3}} \quad (4, 70)$$

- **Presión de referencia.**

El valor de la presión de referencia y su incertidumbre es el correspondiente a los valores calculados para la columna de mercurio y se ha desarrollado ampliamente en el capítulo anterior.

- **Ajuste por mínimos cuadrados.**

La determinación del valor del área efectiva, a partir de los valores experimentales de presión obtenidos en la calibración, se puede realizar por dos métodos:

- Método de regresión lineal. Con este método se obtiene tanto el valor del área efectiva como el del coeficiente de deformación con la presión. Así como sus incertidumbres asociadas. El valor del área efectiva se obtiene aplicando (4, 71):

$$A_{(0,t_0)}' = \frac{(\sum A_{(P',t_0)'} p_i')(\sum P_i'^2) - (\sum A_{(P',t_0)'} P_i')(\sum P_i')}{n \sum P_i'^2 - (\sum P_i')^2} \quad (4, 71)$$

El coeficiente de deformación aplicando (4, 72):

$$\lambda' = \frac{n(\sum A_{(P',t_0)'} p_i') - (\sum A_{(P',t_0)'})(\sum p_i')}{n \sum p_i'^2 - (\sum p_i')^2} / A_{(0,t_0)}' \quad (4, 72)$$

Y la incertidumbre de la regresión aplicando (4, 73):

$$\delta LSL = s = \sqrt{\frac{\sum [(A_{(P',t_0)'} p_i') - (A_{(P',t_0)'})(p_i')]^2}{n-2}} \quad (4, 73)$$

- Método del coeficiente de deformación teórico. En este método se determina el valor del área efectiva a presión nula y temperatura de referencia de la aplicación del coeficiente de deformación teórico a los valores obtenidos para cada punto de calibración. El valor final se obtiene como la media de todos los valores obtenidos y en lugar de introducir en el balance de incertidumbres la contribución a la incertidumbre debida a la regresión lineal se introduce la desviación típica de los diferentes valores obtenidos para el área efectiva a presión nula (4, 74).

$$\delta LSL = s = \frac{1}{\sqrt{n}} \sqrt{\frac{\sum [(A_{(0,t_0)'} p_i') - (\bar{A}_{(0,t_0)'})]^2}{n-1}} \quad (4, 74)$$

4.2.1.2. Métodos de calibración en presión. Balanza dinamométrica de presión.

La calibración de una balanza dinamométrica de presión se hace mediante la técnica de indicación directa, ya que este tipo de balanzas nos facilita, por si misma, una indicación directa. Sin embargo la calibración de una balanza con pistón no rotativo lubricado, presenta algunas particularidades que dificultan su calibración. La primera particularidad es su propio rango de funcionamiento, en el caso de la FPG8601 de 1 Pa a 15 000 Pa. La segunda es que estas balanzas son instrumentos de medida de presión activos, ya que la presión de lubricación produce un incremento continuo del valor de la presión que tienen que ser contrarrestado. La FPG8601 lo hace a través de un controlador de bajas presiones. Todas estas particularidades han sido tratadas en el proyecto nº 803 de Euramet [4, 46], además de generarse un ejercicio de comparación [4, 47].

Para calibrar la FPG8601 existen dos posibles alternativas. La primera sugerida por el fabricante consiste en desactivar el controlador de bajas presiones y contrarrestar la fuga mediante una válvula de ajuste fino y conectar directamente al patrón de referencia, Figura (4, 17). La segunda consiste en usar el controlador de bajas presiones y un medidor de presión diferencial entre la FPG8601 y el patrón de referencia, (Figura (4, 14)).

Ambos métodos han sido utilizados por MIKES [4, 48] y el propuesto por el fabricante por el LNE [4, 49] y por el CMI [4, 50]. En nuestro caso, después de probar ambas técnicas, hemos utilizado la técnica propuesta por el fabricante.

Finalmente, una vez conocida la presión de referencia, a partir de la ecuación (4, 36) se puede despejar el valor del coeficiente de conversión a presión p' y temperatura de referencia t_0 :

$$K'_{N(p',20)} = (p' - p_r') \frac{g_N}{g_1} \frac{N_K'}{(N' + \Delta N'_1 + \Delta N'_2 + \Delta N'_3)} \frac{\rho_M' - \rho_0}{\rho_M' - \rho_a} (1 + \alpha'(t' - t_0)) + \delta LSL \quad (4, 75)$$

Y a partir de él, determinar el área efectiva mediante la ecuación (4, 76):

$$A_{(p',20)}' = A_{(0,20)}'(1 + \lambda' p_N) + \delta LSL = \frac{g_N \left(1 - \frac{\rho_0}{\rho_M'}\right)}{K'_{N(0,20)} (1 + \lambda(K_N)' p_N)} \quad (4, 76)$$

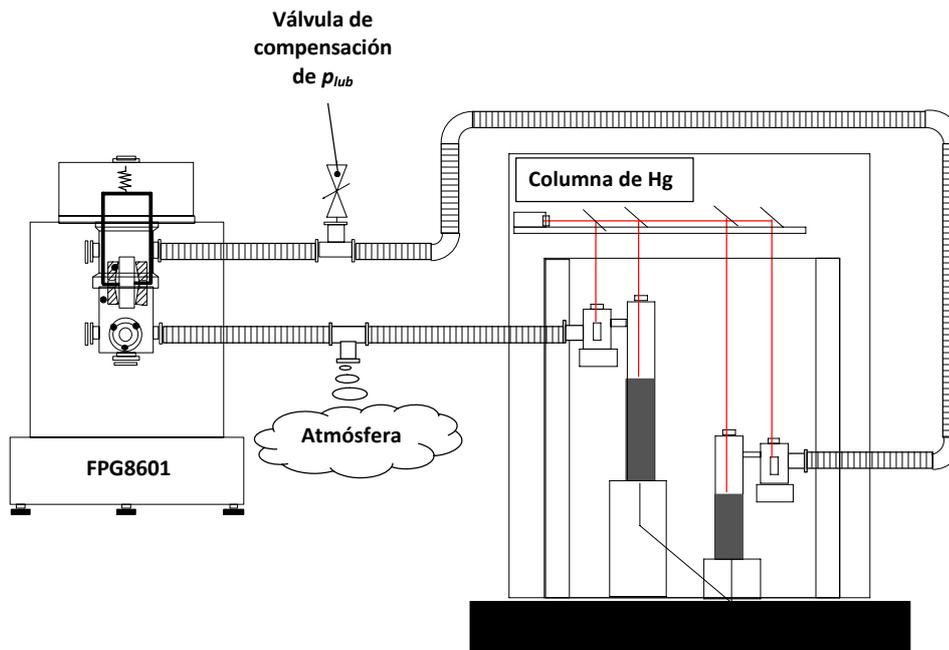


Figura (4, 17). Calibración de balanza dinamo-métrica, con pistón no rotativo lubricado.

4.2.1.2.1. Incertidumbres.

El modelo matemático para la realización de los cálculos de calibración de un conjunto pistón cilindro de una balanza dinamo-métrica de presión viene definido por la ecuación (4, 75), aplicando ciertas consideraciones según el modo.

Aplicando la ley de propagación de la incertidumbre al modelo matemático se obtienen las diferentes contribuciones a la incertidumbre de las magnitudes de entrada sobre el coeficiente de conversión del conjunto pistón cilindro. La Tabla (4, 4) muestra de manera abreviada el cálculo de incertidumbres.

Nótese que el valor relativo de la incertidumbre expandida sobre el coeficiente de conversión del conjunto pistón cilindro es igual al valor relativo de la incertidumbre expandida sobre el área efectiva del conjunto pistón cilindro.

Tabla (4, 4). Balance de incertidumbres en la determinación del coeficiente de conversión de un conjunto pistón cilindro de balanza de presión electrónica.

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Presión	p'	$u(p')$	normal	c_0	$c_0 u(P')$
Presión residual	p_r'	$u(p_r')$	normal	c_0	$c_0 u(p_r')$
Gravedad local	g_1	$u(g_1)$	rectangular	c_1	$c_1 u(g_1)$
Coficiente de sensibilidad del dinamómetro	N_K'	$u(N_K')$	rectangular	c_2	$c_2 u(N_K')$
Indicación del dinamómetro	N'	$u(N')$	rectangular	c_3	$c_3 u(N')$
Indicación del dinamómetro	$\Delta N_1'$	$u(\Delta N_1')$	rectangular	c_3	$c_3 u(\Delta N_1')$
Indicación del dinamómetro	$\Delta N_2'$	$u(\Delta N_2')$	rectangular	c_3	$c_3 u(\Delta N_2')$
Indicación del dinamómetro	$\Delta N_3'$	$u(\Delta N_3')$	rectangular	c_3	$c_3 u(\Delta N_3')$
Densidad de las masas	ρ_M'	$u(\rho_M')$	rectangular	c_4	$c_4 u(\rho_M')$
Densidad del aire	ρ_a	$u(\rho_a)$	rectangular	c_5	$c_5 u(\rho_a)$

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Coefficiente de dilatación térmica del P/C	α'	$u(\alpha')$	rectangular	c_6	$c_6 u(\alpha')$
Temperatura del P/C	t'	$u(t')$	rectangular	c_7	$c_7 u(t')$
Ajuste por mínimos cuadrados	δLSL	$u(\delta LSL)$	normal	c_8	$c_8 u(\delta LSL)$

Coefficientes de sensibilidad

Los coeficientes de sensibilidad se obtienen de las derivadas parciales de la ecuación modelo respecto a cada una de las variables de entrada:

$$c_0 = \frac{\delta K_{N(P',20)}'}{\delta p'} \approx \frac{K_{N(P',20)}'}{p'} \quad (4, 77)$$

$$c_1 = \frac{\delta K_{N(P',20)}'}{\delta g_1} \approx -\frac{K_{N(P',20)}'}{g_1} \quad (4, 78)$$

$$c_2 = \frac{\delta K_{N(P',20)}'}{\delta N_K'} \approx \frac{K_{N(P',20)}'}{N_K'} \quad (4, 79)$$

$$c_3 = \frac{\delta K_{N(P',20)}'}{\delta N} \approx \frac{K_{N(P',20)}'}{N'} \quad (4, 80)$$

$$c_4 = \frac{\delta K_{N(P',20)}'}{\delta \rho_M'} \approx \frac{K_{N(P',20)}'}{(\rho_M' - \rho_0)} - \frac{K_{N(P',20)}'}{(\rho_M' - \rho_a)} \quad (4, 81)$$

$$c_5 = \frac{\delta K_{N(P',20)}'}{\delta \rho_a'} \approx \frac{K_{N(P',20)}'}{(\rho_M' - \rho_a)} \quad (4, 82)$$

$$c_6 = \frac{\delta K_{N(P',20)}'}{\delta \alpha'} \approx \frac{K_{N(P',20)}'}{1 + \alpha'(t' - t_0)} (t' - t_0) \quad (4, 83)$$

$$c_7 = \frac{\delta K_{N(P',20)}'}{\delta t'} \approx \frac{K_{N(P',20)}'}{1 + \alpha'(t' - t_0)} \alpha' \quad (4, 84)$$

$$c_8 = \frac{\delta K_{N(P',20)}'}{\delta LSL} = 1 \quad (4, 85)$$

Magnitudes de entrada.

En este caso no se presenta ninguna magnitud de entrada ya que, de alguna forma, todas han sido tratadas previamente.

4.2.2. Método dimensional.

El método dimensional sólo puede ser aplicado a conjuntos pistón cilindro de gran área efectiva, como es nuestro caso. Este consiste en medir diversos diámetros del pistón y del cilindro a diferentes alturas y en distintas generatrices, para determinar sus valores medios. Además hay que cuantificar los defectos de forma de ambos, en cuanto a redondez y paralelismo. Con todos estos valores se puede calcular el valor del área efectiva mediante diferentes modelos matemáticos. Los hay muy complejos a través de la aplicación de elementos

finitos para su calculo o sencillos como la determinación del área efectiva como la media entre el área de pistón y el área del cilindro determinados a partir de sus diámetros medios.

La realidad es que para conjuntos pistón cilindro de alta calidad, no hay mucha influencia del método escogido, [4, 51] por lo que en nuestro caso, para calcular las áreas efectivas a partir de las medidas dimensionales vamos a utilizar un modelo sencillo introduciendo los defectos de forma en el cálculo de incertidumbres.

Nuestra ecuación modelo responde a (4, 86) obtenida de [4, 30].

$$A_e = \pi \left[\left(R_p + \delta R_{p,r} + \delta R_{p,c} + \delta R_{p,p} \right) \left(1 + \frac{(r_c + \delta r_{c,r} + \delta r_{c,c} + \delta r_{c,p}) - R_p}{2R_p} + \frac{1}{6} \left(\frac{r_c - R_p}{R_p} \right)^2 \right) \right]^2 \quad (4, 86)$$

Aplicando la ley de propagación de la incertidumbre a (4, 86):

Tabla (4, 5). Balance de incertidumbres en al determinación del área efectiva dimensionalmente.

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Radio exterior del pistón	R_p	$u(R_p)$	normal	c_0	$c_0 u(R_p)$
Repetibilidad de las medidas del pistón	$\delta R_{p,r}$	$u(\delta R_{p,r})$	rectangular	c_0	$c_0 u(\delta R_{p,r})$
Defecto de redondez del pistón	$\delta R_{p,c}$	$u(\delta R_{p,c})$	rectangular	c_0	$c_0 u(\delta R_{p,c})$
Defecto de cilindridad del pistón	$\delta R_{p,p}$	$u(\delta R_{p,p})$	rectangular	c_0	$c_0 u(\delta R_{p,p})$

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Radio interior del cilindro	r_c	$u(r_c)$	normal	c_1	$c_1 u(r_c)$
Repetibilidad de las medidas del cilindro	$\delta r_{c,r}$	$u(\delta r_{c,r})$	rectangular	c_1	$c_1 u(\delta r_{c,r})$
Defecto de redondez del cilindro	$\delta r_{c,c}$	$u(\delta r_{c,c})$	rectangular	c_1	$c_1 u(\delta r_{c,c})$
Defecto de cilindricidad del cilindro	$\delta r_{c,p}$	$u(\delta r_{c,p})$	rectangular	c_1	$c_1 u(\delta r_{c,p})$

Donde los coeficientes de sensibilidad son:

$$c_0 = \frac{\partial A_e}{\partial R_p} \approx 4\pi R_p^3 \quad (4, 87)$$

$$c_1 = \frac{\partial A_e}{\partial r_c} = \pi R_p^2 \left[\frac{1}{9} \frac{(r_c - R_p)^3}{R_p^4} + \frac{1}{2} \frac{(r_c - R_p)^2}{R_p^3} + \frac{7}{6} \frac{(r_c - R_p)}{R_p^2} + \frac{1}{R_p} \right] \quad (4, 88)$$

4.2.3. Determinación del coeficiente de deformación con la presión.

El coeficiente de deformación con la presión, como ya se ha dicho, se puede calcular de forma experimental, a partir de los valores obtenidos de la calibración mediante el método desarrollado en el punto 4.2.1, o mediante modelos teóricos.

Normalmente el coeficiente teórico se usa o como valor de referencia para comparar el obtenido de forma experimental, o cuando la influencia de su valor sobre el valor del área efectiva es del orden de la repetibilidad de los valores muestrales. Es decir cuando la variación del valor del área efectiva a lo largo del rango de utilización del conjunto pistón cilindro, es del orden de la repetibilidad de las mismas. Este es nuestro caso.

Obviamente el coeficiente experimental aplica cuando la variación del área en función de la presión aplicada es mayor que la repetibilidad de las medidas.

Para poder calcular el coeficiente de deformación con la presión de forma teórica hay que distinguir el tipo de pistón. Estos pueden ser de los tipos:

- Libre deformación, en donde la presión se aplica exclusivamente al pistón.
- Contrapresión, en donde la presión aplicada al pistón también se aplica a la parte inferior exterior del cilindro.
- Presión lateral controlada comúnmente conocido como “control clearance” en los que se aplica dos fuentes de presión un al pistón y otra lateralmente a la parte inferior lateral del cilindro. Está última puede ser controlada.

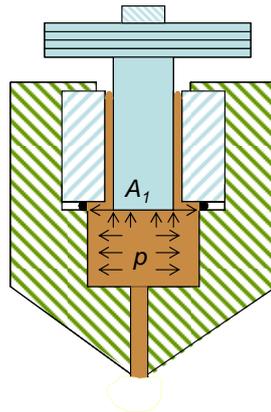


Figura (4, 18). Conjunto pistón cilindro del tipo libre deformación.

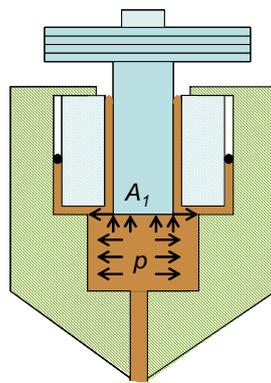


Figura (4, 19). Conjunto pistón cilindro del tipo contrapresión.

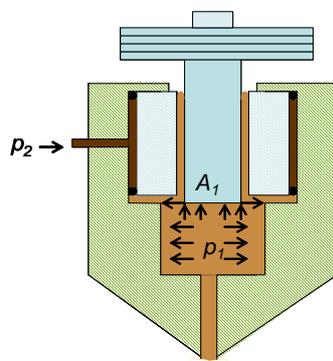


Figura (4, 20). Conjunto pistón cilindro del tipo presión lateral controlada.

Las ecuaciones para el cálculo del coeficiente de deformación se pueden encontrar en las referencias [4, 30], [4, 32],[4, 34] y [4, 45]. Las más extendidas están basadas en la ecuación de Lamé y son validas para presiones moderadas, sin carga en el cilindro y asumiendo una distribución de la presión lineal entre el pistón y el cilindro. Siendo estas:

- Para libre deformación con pistón y cilindro de diferentes materiales y con el pistón macizo:

$$\lambda = \frac{3\mu_p - 1}{2E_p} + \frac{1}{2E_c} \left(\frac{R_c^2 + r_c^2}{R_c^2 - r_c^2} + \mu_c \right) \quad (4, 89)$$

- Para libre deformación con pistón y cilindro del mismo material y con el pistón macizo:

$$\lambda = \frac{1}{2E} \left(2\mu - 1 + \frac{R_c^2 + r_c^2}{R_c^2 - r_c^2} \right) \quad (4, 90)$$

- Para libre deformación con pistón y cilindro de diferentes materiales y con el pistón hueco:

$$\lambda = \frac{1}{2E_p} \left(3\mu_p - 2 + \frac{R_p^2 + r_p^2}{R_p^2 - r_p^2} \right) - \frac{1}{2E_c} \left(\frac{R_c^2 + r_c^2}{R_c^2 - r_c^2} + \mu_c \right) \quad (4, 91)$$

- Para libre deformación con pistón y cilindro del mismo material y con el pistón hueco:

$$\lambda = \frac{1}{E} \left(3\mu + \frac{R_p^2 + R_c^2}{2[R_c^2 - R_p^2]} - \frac{R_p^2 - 3r_p^2}{2[R_p^2 - r_p^2]} \right) \quad (4, 92)$$

- Para contrapresión con pistón macizo:

$$\lambda = \frac{3\mu_p - 1}{E_p} - \frac{1}{r_p} \left(k_1 - \frac{k_2}{2} \right) \quad (4, 93)$$

donde:

$$k_1 = \frac{r_c}{E_c} \left(\frac{2R_c}{R_c^2 - r_c^2} - \mu_c \right) + r_p \left(\frac{\mu_p}{E_p} \right) \quad (4, 94)$$

y:

$$k_2 = \frac{r_c}{E_c} \left(\frac{R_c^2 + r_c^2}{R_c^2 - r_c^2} - \mu_c \right) + r_p \left(\frac{1 - \mu_p}{E_p} \right) \quad (4, 95)$$

- Para presión lateral controlada pueden encontrarse en la referencia [4, 34].

Se acepta, que mediante la aplicación de las ecuaciones anteriores se obtienen valores del coeficiente de deformación con la presión para un conjunto pistón cilindro con incertidumbres, para $k = 2$, del orden del $0,1 \times \lambda$ al $0,2 \times \lambda$ [4, 30], [4, 32],[4, 34] y [4, 45]. Por lo que se asigna por defecto una incertidumbre de $0,2 \times \lambda$, para $k = 2$.

4.3. Resultados.

4.3.1. De la columna de mercurio a las balanzas de presión.

La diseminación de la unidad de presión desde la columna de mercurio se realiza a través de los conjunto pistón cilindro de mayor área efectiva. El CEM cuenta con cuatro conjuntos pistón cilindro que tienen un área de 980 mm² y dos con área efectiva de 335 mm². De los de 980 mm², tres son de la firma Degranges et Huot y el otro de DH instruments. Los de 335 mm² son de la firma Ruska. Los de la firma Desgranges et Huot sólo pueden funcionar en presiones relativa, por las características de las balanzas en que son utilizados. Los otros pueden funcionar también en presión absoluta.

La calibración de los pistones cilindro de Desgranges et Huot se realiza para validar los resultados obtenidos en la calibración de conjuntos pistón-cilindro con la columna de mercurio ya que estos se han utilizado en varias comparaciones internacionales [4, 52], [4, 53], y [4, 54] con resultados satisfactorios. Además disponen de trazabilidad a otros NMI's, tanto directamente a patrones de presión, como a medidas dimensionales, lo que permite comparar los resultados obtenidos mediante la calibración de los conjuntos pistón cilindro con la columna de Hg, con los resultados históricos.

Son los resultados de calibración de los pistones de 335 mm², los que luego van a servir para dar trazabilidad al sistema de expansión estático (SEE). Se han elegido estos por ser la balanza en la que van montados menos voluminosa, lo que la hace que su localización a lado del SEE sea más sencilla.

Por otro lado se va a calibrar una balanza dinamométrica con conjunto pistón-cilindro no rotativo de la firma DH instruments. Está balanza, conectada a los volúmenes grandes del sistema de expansión estática a través de un medidor de presión diferencial, servirá para medir

las presiones finales, después de la realización de las expansiones del SEE y por lo tanto para determinar las relaciones de expansión necesarias para caracterizar el SEE.

4.3.1.1. Balanzas de pesos muertos

La calibración de conjuntos pistón cilindro utilizando como patrón la columna de mercurio, finalmente tienen que ser realizada en modo relativo y en el rango de 800 hPa a 1100 hPa que es donde se consiguen resultados con incertidumbres óptimas. El cálculo del coeficiente de deformación con la presión del conjunto pistón cilindro se hace mediante modelos teóricos (4, 91) y (4, 92).

La columna de mercurio da indicaciones directas, por lo que no es necesario determinar la posición de equilibrio de la flotación, basta simplemente con generar presión hasta que con la balanza en flotación las indicaciones de la columna son estables. La Figura (4, 21) muestra los diferentes modelos de balanza de presión calibrados.

Las calibraciones se realizaron entre los meses de marzo y abril de 2010. La

Tabla (4, 6) muestra una relación de los conjuntos pistón-cilindro calibrados y los resultados obtenidos:

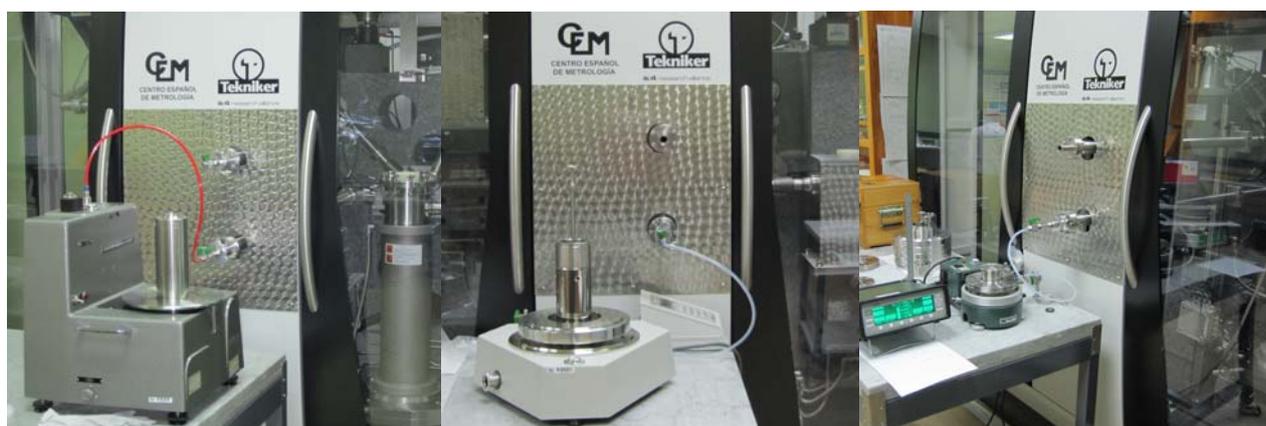


Figura (4, 21). Calibración de conjuntos pistón cilindro con columna de mercurio.

(Izquierda - balanza de presión Desgranges et Huot; centro – balanza de presión DH Instruments y derecha – balanza de presión Ruska)

Tabla (4, 6). Identificación de conjuntos pistón cilindro calibrados.

Marca	Modelo	Nº de serie	$A_{(0,t_0)}$ mm	$U(A_{(0,t_0)})$ $k = 2$ mm	$W(A_{(0,t_0)})$ $k = 2$ $\times 10^{-6}$	Fecha	Informe
Desgranges et Huot	0,01 MPa/kg	4654	980,518 0	0,011 8	12	06/04/2010	101079001
Desgranges et Huot	0,01 MPa/kg	4656	980,479 5	0,009 8	10	26/03/2010	101079002
Desgranges et Huot	0,01 MPa/kg	6040	980,484 3	0,011 8	12	06/04/2010	101079003
DH Instruments	0,01 MPa/kg	801	980,492 6	0,011 8	12	19/04/2010	101079006
Desgranges et Huot	0,02 MPa/kg	5849	490,249 0	0,005 9	12	12/04/2010	101079004
Desgranges et Huot	0,02 MPa/kg	5850	490,257 2	0,005 9	12	14/04/2010	101079005
Ruska	TL	1376	335,632 0	0,005 4	16	22/04/2010	101079007
Ruska	TL	1298	335,717 0	0,005 4	16	27/04/2010	101079008

4.3.1.1.1. Resultados. Incertidumbres (Propagación)

A continuación se muestra el balance de incertidumbres para el conjunto pistón cilindro nº TL1298, que es el que va a ser utilizado para la caracterización del SEE. Los resultados son similares para el resto. El modelo matemático expresado por (4, 56) se ha simplificado eliminado las correcciones por empuje de fluido, por tensión superficial y por presión residual, que no aplican a este tipo de conjuntos pistón cilindro. También se ha modificado la manera de introducir la sensibilidad, ya que la columna de mercurio nos da indicaciones directamente en unidades de presión. Finalmente el modelo queda definido por la ecuación (4, 96).

$$A_{(p',t_0)}' = A_{(0,t_0)}'(1 + \lambda' p_N) = \frac{(M' + \delta M')g_1 \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_M'}\right)}{(p' + \delta sen)(1 + \alpha'(t' - t_0))} + \delta LSL \quad (4, 96)$$

Tabla (4, 7). Balance de incertidumbres en la determinación del área efectiva del conjunto pistón cilindro nº TL1298.

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Masa	2,747284	6,96E-06	kg	normal	1,22E-04	8,51E-10 m ²
Deriva de la masa	0	7,93E-06	kg	rectangular	1,22E-04	9,69E-10 m ²
Sensibilidad	0,01	2,89E-03	Pa	rectangular	0	-1,21E-11 m ²

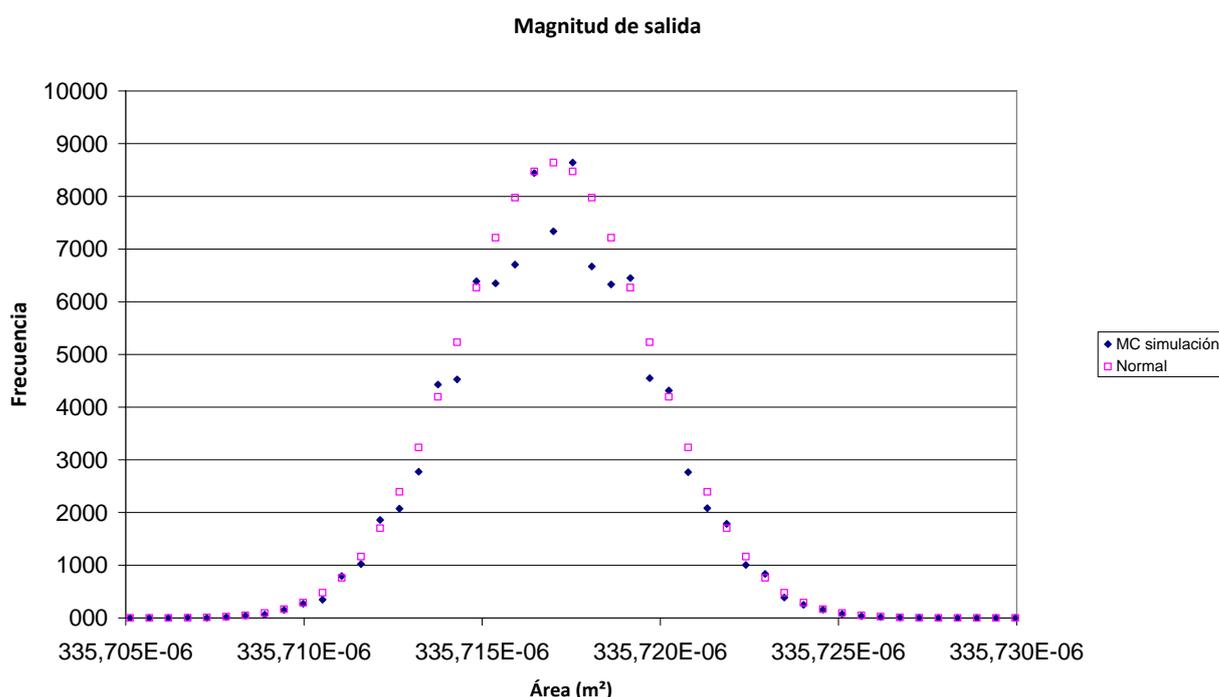
Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			C_i	$u_i(y)$
Gravedad local	9,79949842	5,77E-07	m/s ²	rectangular	3,43E-05	1,98E-11 m ²
Densidad del aire	1,1083	2,89E-03	kg/m ³	rectangular	-4,28E-08	-1,24E-10 m ²
Densidad de las masas	7846	78	kg/m ³	rectangular	-6,05E-12	-4,71E-10 m ²
Presión	80181,22	0,42	Pa	normal	-4,19E-09	-1,76E-09 m ²
Coficiente de dilatación térmica del P/C	1,5E-05	8,7E-07	1/°C	rectangular	-1,68E-04	-1,45E-10 m ²
Temperatura del P/C	20	0,29	°C	rectangular	-5,04E-09	-1,45E-09 m ²
Ajuste de mínimos cuadrados	0	3,90E-10	m ²	rectangular	1	3,90E-10 m ²
$A_{(0,20)}$	3,357 17E-04 m ²			$u(A_{(0,20)})$	2,70E-09 m ²	
				v_{eff}	340	
				k	2,01	
				$U(A_{(0,20)})$	5,4E-09 m ²	
				$W(A_{(0,20)})$	1,6 E-05 m ² /m ²	

4.3.1.1.2. Balanzas de pesos muertos. Incertidumbres (Monte Carlo)

De la misma forma que para la columna de mercurio, aplicando el método de Monte Carlo se calcula la función de distribución del área efectiva para una muestra de 100 000 valores y se comprueba mediante el test Chi-cuadrado la normalidad de dicha función.

El cálculo se lleva a cabo para el conjunto pistón cilindro TL1298, considerando como valores de entrada los que figuran en la Tabla (4, 7).

Al realizar la prueba χ^2 se obtiene el cumplimiento de normalidad, quedando caracterizada la función en el intervalo $[335,722 \text{ mm}^2, 335,712 \text{ mm}^2]$ con un valor central de $335,717 \text{ mm}^2$, para el intervalo de confianza del 95,45%. Los resultados, Gráfica (4, 1), son coincidentes con los obtenidos mediante el método de propagación de incertidumbres.



Gráfica (4, 1). FPD del área efectiva del pistón cilindro nº TL1298.

4.3.1.2. Balanza dinamométrica de presión (FPG8601)

Para su calibración se utiliza como patrón la columna de mercurio, en el rango de 50 hPa a 140 hPa que es donde se consiguen resultados con incertidumbres optimas. En este caso se considera que el coeficiente de deformación con la presión no es significativo frente al rango de medida, por lo que se le asigna valor nulo. Figura (4, 22) muestra la conexión de la balanza a la columna de mercurio.

La calibración se realizó entre los meses de mayo y junio de 2010. La Tabla (4, 8) muestra los resultados obtenidos de la aplicación de las ecuaciones (4, 75) y (4, 76).

Tabla (4, 8). Resultados de calibración conjunto pistón cilindro DHi nº 128 de balanza FPG8601.

Marca	Modelo	Nº de serie	$A_{(0,t_0)}$ mm	$U(A_{(0,t_0)})$ $k = 2$ mm	$W(A_{(0,t_0)})$ $k = 2$ $\times 10^{-6}$	Fecha	Informe
DH Instruments	0,01 MPa/kg	128	980,458	0,040	41	27/04/2010	101418001



Figura (4, 22). Calibración de balanza FPG8601.

4.3.1.2.1. Balanza dinamométrica de presión. Incertidumbres (Propagación)

A continuación se muestra el balance de incertidumbres para la determinación del coeficiente de conversión del conjunto pistón cilindro DHi nº 128. En este caso también se ha simplificado el modelo matemático expresado por (4, 75) eliminado el término de presión residual. Finalmente el modelo queda definido por la ecuación (4, 97).

$$K'_{N(p',20)} = p' \frac{g_N}{g_1} \frac{N_K'}{(N' + \Delta N'_1 + \Delta N'_2 + \Delta N'_3)} \frac{\rho_M' - \rho_0}{\rho_M' - \rho_a} (1 + \alpha'(t' - t_0)) + \delta LSL \quad (4, 97)$$

Tabla (4, 9). Balance de incertidumbres en la determinación del coeficiente de conversión del conjunto pistón cilindro nº 128.

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Presión	3509,834	0,070	Pa	normal	2,849303849	1,99E-01
Gravedad local	9,79949842	5,77E-06	m/s ²	rectangular	-1020,519939	-5,89E-03
Coefficiente de sensibilidad del dinamómetro	1000420	2	ctas/kg	rectangular	1,00E-02	2,00E-02
Indicación del dinamómetro ¹¹	351387,6	2,89E-01	ctas	rectangular	2,85E-02	8,22E-03
Densidad de las masas	7900	58	kg/m ³	rectangular	-5,88E-05	-3,40E-03
Densidad del aire	1,567	2,89E-03	kg/m ³	rectangular	1,27E+00	3,66E-03
Coefficiente de dilatación térmica del P/C	9,00E-06	5,20E-07	1/°C	rectangular	1,49E+04	7,74E-03
Temperatura del P/C	21,49	2,89E-01	°C	rectangular	9,00E-02	2,60E-02
Ajuste por mínimos cuadrados	0	1,00E-07	Pa/kg	normal	1	1,00E-07
$K_{N(0,20)}$	1 0000,58 Pa/kg			$u(K_{N(0,20)})$	0,20 Pa/kg	
				ν_{eff}	106	

¹¹ Se han agrupado en una sola contribución las debidas a las magnitudes de entrada N , ΔN_1 , ΔN_2 y ΔN_3 .

		k	2,02
		$U(K_{N(0,20)})$	0,41 Pa/kg
		$W(K_{N(0,20)})$	4,1E-05
$A_{(0,20)}$	9,804 59E-04 m ²	$U(A_{(0,20)})$	4,0E-08 m ²
		$W(A_{(0,20)})$	4,10E-05

La obtención de la incertidumbre sobre el área efectiva es inmediata, ya que:

$$U(A'_{(p',20)}) = \frac{U(K'_{N(p',20)})}{K'_{N(p',20)}} A'_{(p',20)} \quad (4, 98)$$

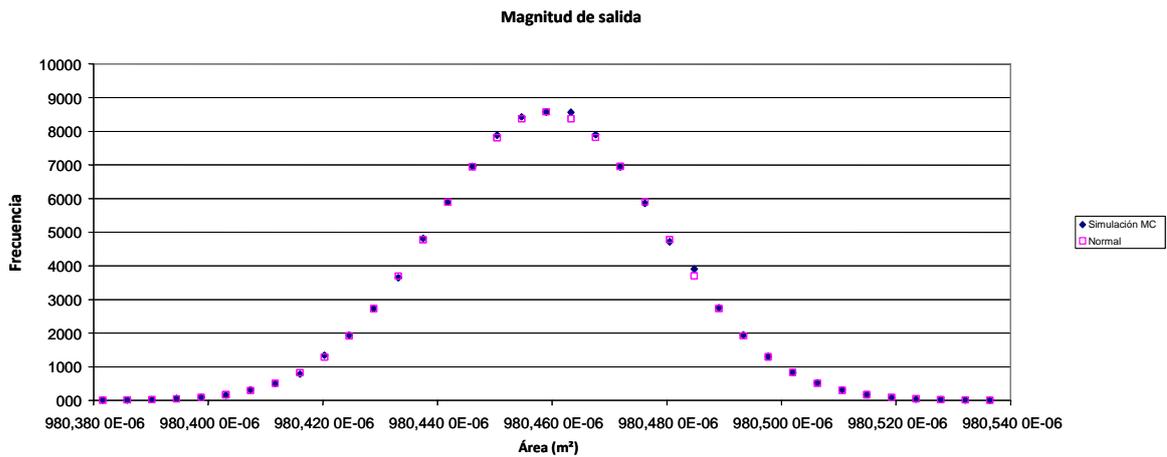
De manera que:

$$U(A'_{(p',20)}) = \frac{U(K'_{N(p',20)})}{K'_{N(p',20)}} A'_{(p',20)} \quad (4, 99)$$

4.3.1.2.2. Balanza dinamométrica de presión. Incertidumbres (Monte Carlo)

Igualmente aplicamos el método de Monte Carlo para calcular la función de distribución del área efectiva del conjunto pistón cilindro DHi nº 128.

El cálculo se lleva a cabo una muestra de 100 000 valores, considerando como valores de entrada los que figuran en la Tabla (4, 9).



Gráfica (4, 2). FPD del área efectiva del pistón cilindro nº 128.

La prueba χ^2 arroja como resultado el cumplimiento de normalidad, quedando caracterizada la función en el intervalo $[980,420 \text{ mm}^2, 980,493 \text{ mm}^2]$ con un valor central de $980,456 \text{ mm}^2$, para un intervalo de confianza del 95,45%.

Los resultados obtenidos mediante propagación concuerdan con los obtenidos mediante la aplicación de Monte Carlo.

4.3.1.3. Resultados dimensionales

Actualmente la medida de conjuntos pistón cilindro de 35 mm es realizada por el laboratorio de longitud del CEM con una incertidumbre de: $0,18 \mu\text{m}$ en la medida de diámetros; $0,04 \mu\text{m}$ en la medida de los defectos de redondez y de $0,09 \mu\text{m}$ en la medida de los defectos de cilindridad, todas ellas para $k = 2$.

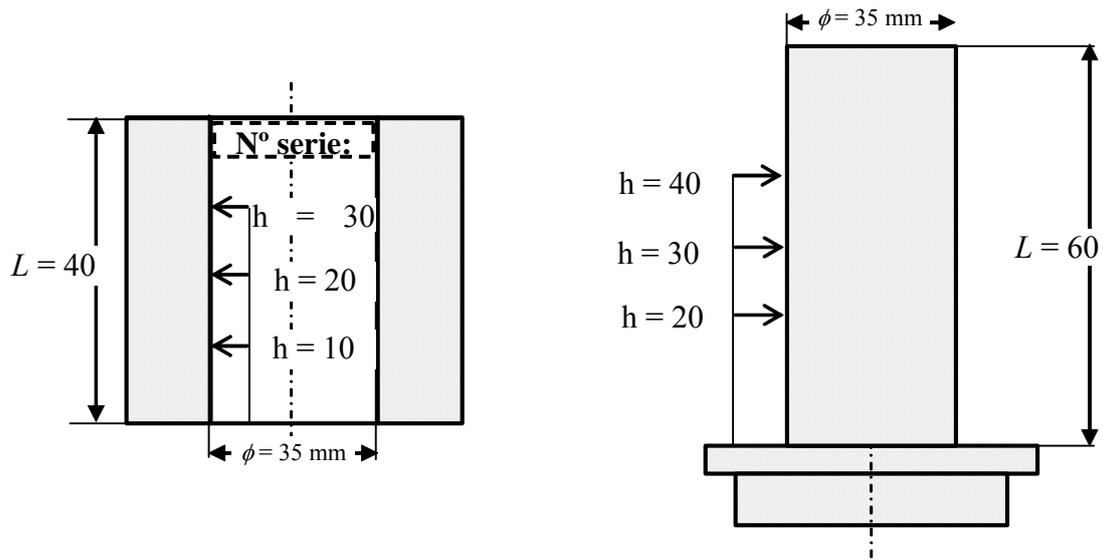


Figura (4, 23). Medida de conjuntos pistón – cilindro por método dimensional.

Los resultados obtenidos en la medida dimensional para el conjunto pistón cilindro DH 6040 se muestran en la Tabla (4, 10) y la Tabla (4, 11) para el Dhi nº 801 en la Tabla (4, 12) y la Tabla (4, 13).

Tabla (4, 10). Medida dimensional del pistón DH nº 6040.

	<i>H = 20 mm</i>	<i>h = 30 mm</i>	<i>h = 40 mm</i>	<i>U(k=2) [μm]</i>
Diámetro [mm]	35,332 33	35,332 29	35,332 29	0,16
Redondez (Gauss 50% 50 UPR) [μm]	0,08	0,06	0,06	0,04
Cilindricidad (Gauss 50% 50 UPR) [μm]	0,17			0,08

Tabla (4, 11). Medida dimensional del cilindro DH nº 6040.

	<i>h = 10 mm</i>	<i>h = 20 mm</i>	<i>h = 30 mm</i>	<i>U(k=2) [μm]</i>
Diámetro [mm]	35,332 33	35,332 29	35,332 29	0,16
Redondez (Gauss 50% 50 UPR) [μm]	0,04	0,05	0,05	0,04
Cilindricidad (Gauss 50% 50 UPR) [μm]	0,17			0,09

Tabla (4, 12). Medida dimensional del pistón Dhi nº 801.

	<i>H = 20 mm</i>	<i>h = 30 mm</i>	<i>h = 40 mm</i>	<i>U(k=2) [μm]</i>
Diámetro [mm]	35,332 37	35,332 47	35,332 38	0,17
Redondez (Gauss 50% 50 UPR) [μm]	0,09	0,11	0,09	0,04
Cilindricidad (Gauss 50% 50 UPR) [μm]	0,17			0,09

Tabla (4, 13). Medida dimensional del cilindro Dhi nº 801.

	$h = 10 \text{ mm}$	$h = 20 \text{ mm}$	$h = 30 \text{ mm}$	$U(k=2) [\mu\text{m}]$
Diámetro [mm]	35,333 67	35,333 49	35,333 62	0,18
Redondez (Gauss 50% 50 UPR) [μm]	0,04	0,05	0,05	0,04
Cilindricidad (Gauss 50% 50 UPR) [μm]	0,18			0,08

Aplicando (4, 86) y el balance de incertidumbres de la Tabla (4, 5) las medidas dimensionales se obtiene los siguientes resultados:

Tabla (4, 14). Resultados calibración dimensional de los P/C por el CEM.

Identificación	Área A_0 mm	U $k = 2$ $\times 10^{-6} A_0$
P/C DH nº 6040	980,488 1	15
P/C DHi nº 801	980,507 5	17

Estos resultados se utilizan en el apartado 4.4, para comparar los resultados obtenidos en la calibración con la columna de mercurio como medida de aseguramiento de los resultados de calibración.

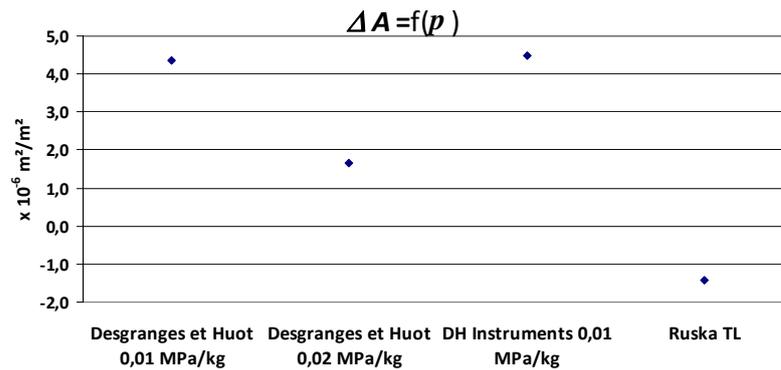
4.3.1.4. Resultados coeficiente de deformación con la presión (teórico)

Aplicando la ecuación (4, 92) se calcula el coeficiente de deformación de la presión de los conjuntos pistón cilindro de Desgranges et Huot y DH Instruments de 0,01 MPa/kg; con la ecuación (4, 90) para los conjuntos pistón cilindro de Desgranges et Huot y DH Instruments de 0,02 MPa/kg y con la ecuación (4, 91) para los conjuntos pistón cilindro de Ruska. La Tabla (4, 15) muestra los resultados obtenidos.

Tabla (4, 15). Coeficientes de deformación teóricos de los conjuntos pistón cilindro.

Tipo Conjunto P/C		Desgranges et Huot 0,01 MPa/kg	Desgranges et Huot 0,02 MPa/kg	DH Instruments 0,01 MPa/kg	Ruska TL
Material pistón		C. Wolframio	C. Wolframio	Acero	Acero
R_p	m^2	0,017 7	0,012 5	0,017 7	0,010 3
r_p	m^2	0,013 0	0,000 0	0,013 0	0,076 0
E_p	N/m^2	6,2E+11	6,2E+11	6,0E+11	2,0E+11
ν_p		0,218	0,218	0,220	0,300
Material cilindro		C. Wolframio	C. Wolframio	C. Wolframio	C. Wolframio
R_c	m^2	0,026 0	0,026 0	0,026 0	0,014 3
r_c	m^2	0,017 7	0,012 5	0,017 7	0,010 3
E_c	N/m^2	6,2E+11	6,2E+11	6E+11	5,6E+11
ν_c		0,218	0,218	0,220	0,218
λ_t	Pa^{-1}	4,34E-12	8,36E-13	4,50E-12	-8,39E-12
$U(\lambda_t)$	Pa^{-1}	8,7E-13	1,7E-13	9,0E-13	-1,7E-12

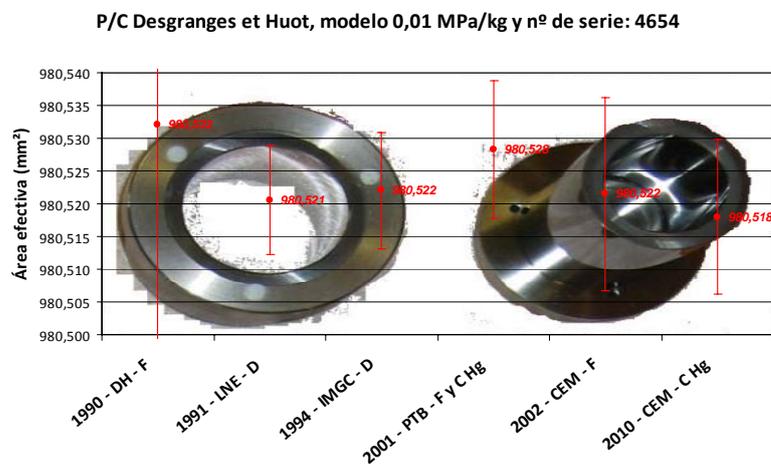
La Gráfica (4, 3) muestra la variación del área efectiva en función de la presión. La mayor influencia se presenta para los pistones cilindro de 0,01 MPa/kg, siendo está en valor relativo de $4,3 \times 10^{-6} m^2/m^2$ para un rango de 1 MPa. Para los pistones Ruska del tipo TL es de $-1,4 \times 10^{-6} m^2/m^2$ para un rango de 0,17 MPa. La influencia de este valor se considera despreciable para caracterizar el SEE.



Gráfica (4, 3). Variación del área efectiva en función de la presión.

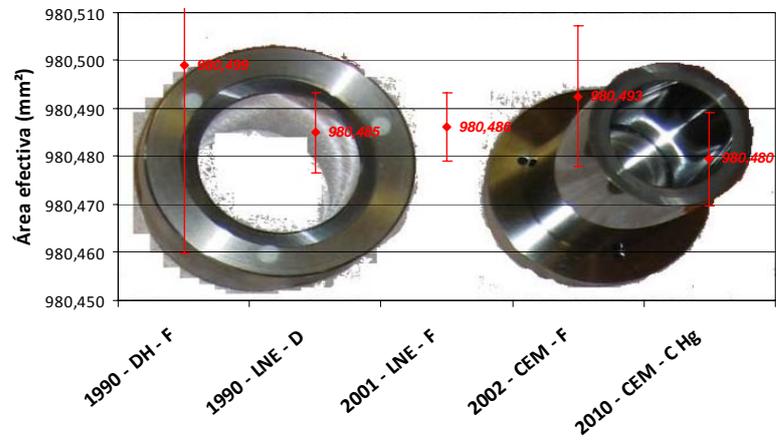
4.4. Comparación de los valores obtenidos con los valores históricos.

Desde la Gráfica (4, 4) a la Gráfica (4, 11) se muestra el histórico de resultados de los diferentes conjunto pistón - cilindro calibrados. La última parte de la notación del eje de ordenadas indica el tipo de calibración, donde: “D” es dimensional, “F” es flotación cruzada, “C Hg” es calibración con columna de mercurio y “F y C Hg” es calibración con columna y con flotación.



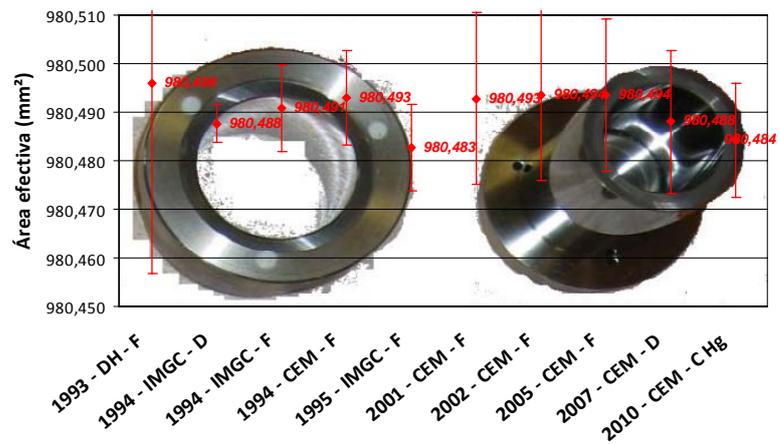
Gráfica (4, 4). Histórico del Conjunto pistón cilindro nº 4654.

P/C Desgranges et Huot, modelo 0,01 MPa/kg y nº de serie:
4656



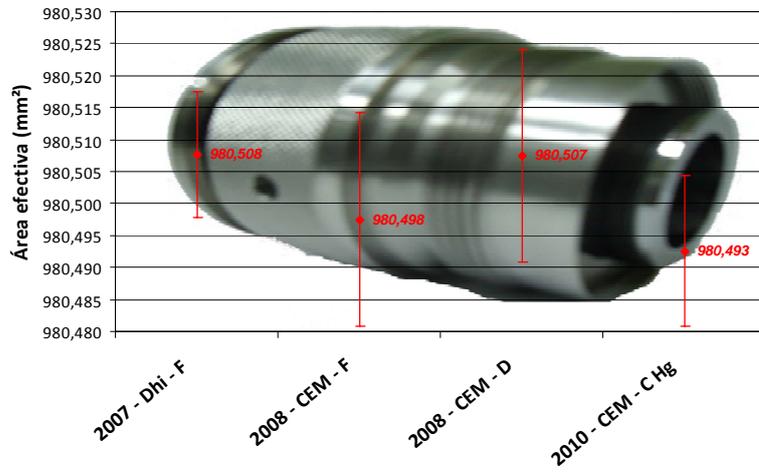
Gráfica (4, 5). Histórico del Conjunto pistón cilindro nº 4656.

P/C Desgranges et Huot, modelo 0,01 MPa/kg y nº de serie:
6040



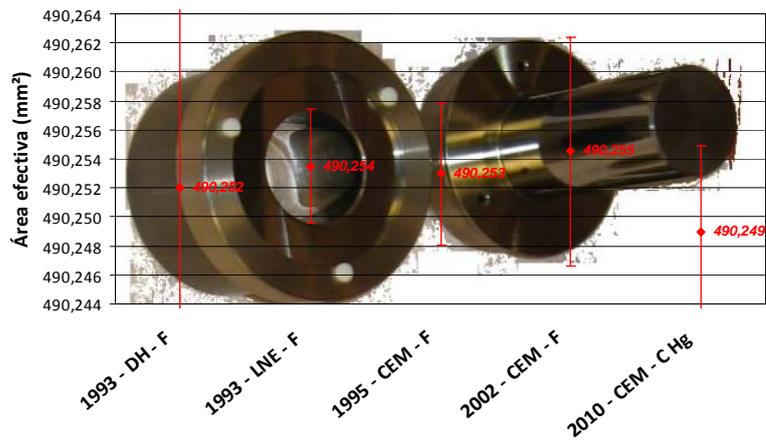
Gráfica (4, 6). Histórico del Conjunto pistón cilindro nº 6040.

P/C DH Instruments, modelo 0,01 MPa/kg y nº de serie: 801



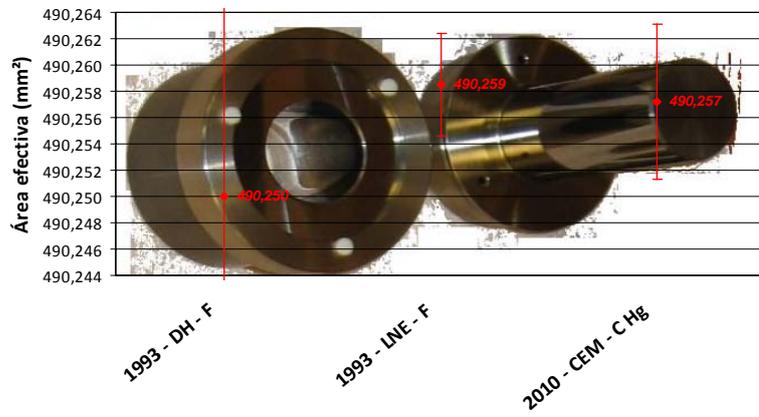
Gráfica (4, 7). Histórico del Conjunto pistón cilindro nº 801.

P/C Desgranges et Huot, modelo 0,02 MPa/kg y nº de serie: 5849



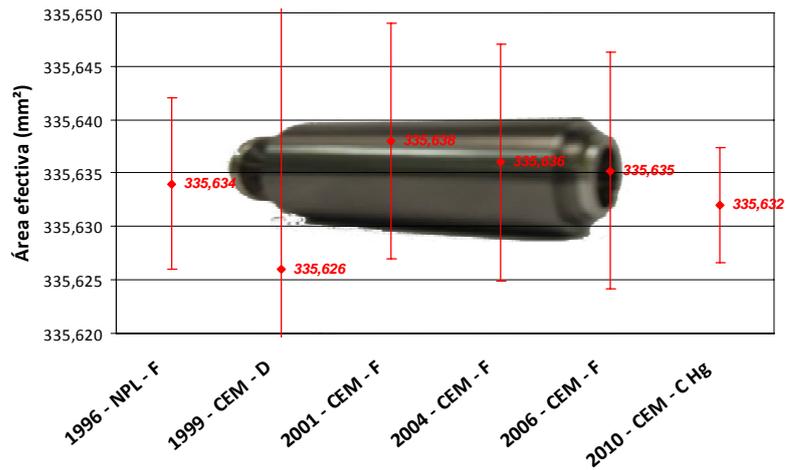
Gráfica (4, 8). Histórico del conjunto pistón cilindro nº 5849.

P/C Desgranges et Huot, modelo 0,02 MPa/kg y nº de serie:
5850

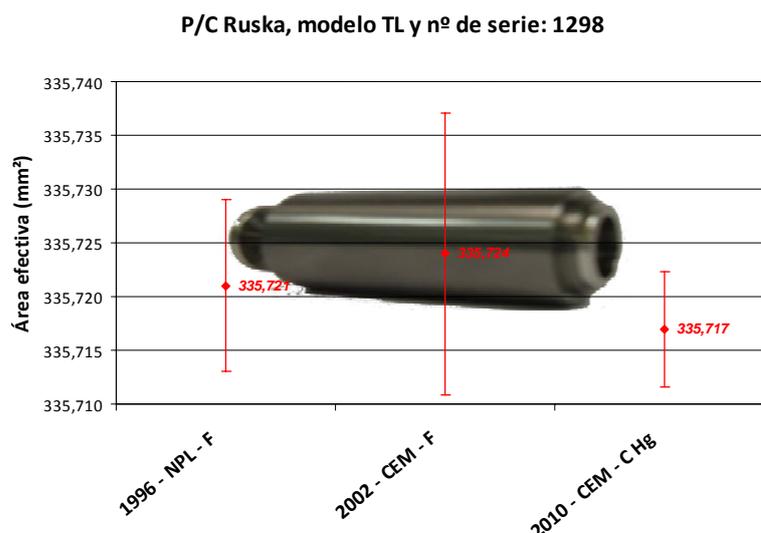


Gráfica (4, 9). Histórico del conjunto pistón cilindro nº 5850.

P/C Ruska, modelo TL y nº de serie: 1376



Gráfica (4, 10). Histórico del conjunto pistón cilindro nº TL1378.



Gráfica (4, 11). Histórico del conjunto pistón cilindro nº TL1298.

Aunque a simple vista se observa que los resultados obtenidos son compatibles con los valores históricos, se usa el índice de compatibilidad (4, 100), para cuantificar su grado de compatibilidad. Un valor menor que uno indica que los resultados son compatibles para un intervalo de confianza de aproximadamente el 95,45 %.

$$C = \frac{|A_{his} - A_{CEM_CHg}|}{\sqrt{U(A_{his})^2 - U(A_{CEM_CHg})^2}} \leq 1 \quad (4, 100)$$

Desde la Tabla (4, 16) a la Tabla (4, 21) figuran los resultados obtenidos, se han marcado en amarillo los que se consideran más relevantes, ya que su fuente de trazabilidad es otro INM con trazabilidad primaria o el laboratorio de longitud del CEM.

Tabla (4, 16). Comparación de resultados del conjunto pistón cilindro nº 4654

Año/ Organismo/ Tipo	$A_{(0,to)}$ mm	$U(A_{(0,to)})$ $k = 2$ mm	$W(A_{(0,to)})$ $k = 2$ $\times 10^{-6}$	C
1990 - DH - F	980,532 0	0,039 2	40	0,34
1991 - LNE - D	980,520 6	0,008 3	9	0,18
1994 - IMG C - D	980,522 0	0,008 8	9	0,27
2001 - PTB - F y C Hg	980,528 3	0,010 5	11	0,65
2002 - CEM - F	980,521 5	0,014 7	15	0,19
2010 - CEM - C Hg	980,518 0	0,011 8	12	--

Tabla (4, 17). Comparación de resultados del conjunto pistón cilindro nº 4656

Año/ Organismo/ Tipo	$A_{(0, to)}$ mm	$U(A_{(0, to)})$ $k = 2$ mm	$W(A_{(0, to)})$ $k = 2$ $\times 10^{-6}$	C
1990 - DH - F	980,499 0	0,039 2	40	0,48
1990 - LNE - D	980,485 0	0,008 3	9	0,43
2001 - LNE - F	980,486 1	0,007 2	7	0,54
2002 - CEM - F	980,492 6	0,014 7	15	0,74
2010 - CEM - C Hg	980,479 5	0,009 8	10	--

Tabla (4, 18). Comparación de resultados del conjunto pistón cilindro nº 6040

Año/ Organismo/ Tipo	$A_{(0, to)}$ mm	$U(A_{(0, to)})$ $k = 2$ mm	$W(A_{(0, to)})$ $k = 2$ $\times 10^{-6}$	C
1993 - DH - F	980,496 0	0,039 2	40	0,29
1994 - IMG C - D	980,487 6	0,003 9	4	0,27
1994 - IMG C - F	980,490 7	0,008 9	9	0,43
1994 - CEM - F	980,493 0	0,009 8	10	0,57
1995 - IMG C - F	980,482 8	0,008 9	9	0,10
2001 - CEM - F	980,492 8	0,017 6	18	0,40
2002 - CEM - F	980,493 6	0,017 6	18	0,44
2005 - CEM - F	980,493 5	0,015 7	16	0,47
2007 - CEM - D	980,488 1	0,014 7	15	0,20
2010 - CEM - C Hg	980,484 3	0,011 8	12	--

Tabla (4, 19). Comparación de resultados del conjunto pistón cilindro nº 801

Año/ Organismo/ Tipo	$A_{(0, to)}$ mm	$U(A_{(0, to)})$ $k = 2$ mm	$W(A_{(0, to)})$ $k = 2$ $\times 10^{-6}$	C
2007 - Dhi - F	980,507 7	0,009 8	10	0,98
2008 - CEM - F	980,497 5	0,016 7	17	0,24
2008 - CEM - D	980,507 5	0,016 7	17	0,73
2010 - CEM - C Hg	980,492 6	0,011 8	12	--

Tabla (4, 20). Comparación de resultados del conjunto pistón cilindro nº 5849

Año/ Organismo/ Tipo	$A_{(0, to)}$ mm	$U(A_{(0, to)})$ $k = 2$ mm	$W(A_{(0, to)})$ $k = 2$ $\times 10^{-6}$	C
1993 - DH - F	490,252 0	0,019 6	40	0,15
1993 - LNE - F	490,253 5	0,003 9	8	0,64
1995 - CEM - F	490,253 0	0,004 9	10	0,52
2002 - CEM - F	490,254 5	0,007 8	16	0,56
2010 - CEM - C Hg	490,249 0	0,005 9	12	--

Tabla (4, 21). Comparación de resultados del conjunto pistón cilindro nº 5850

Año/ Organismo/ Tipo	$A_{(0,t_0)}$ mm	$U(A_{(0,t_0)})$ $k = 2$ mm	$W(A_{(0,t_0)})$ $k = 2$ $\times 10^{-6}$	C
1993 - DH - F	490,250 0	0,019 6	40	0,35
1993 - LNE - F	490,258 5	0,003 9	8	0,18
2010 - CEM - C Hg	490,257 2	0,005 9	12	--

Tabla (4, 22). Comparación de resultados del conjunto pistón cilindro nº TL1376

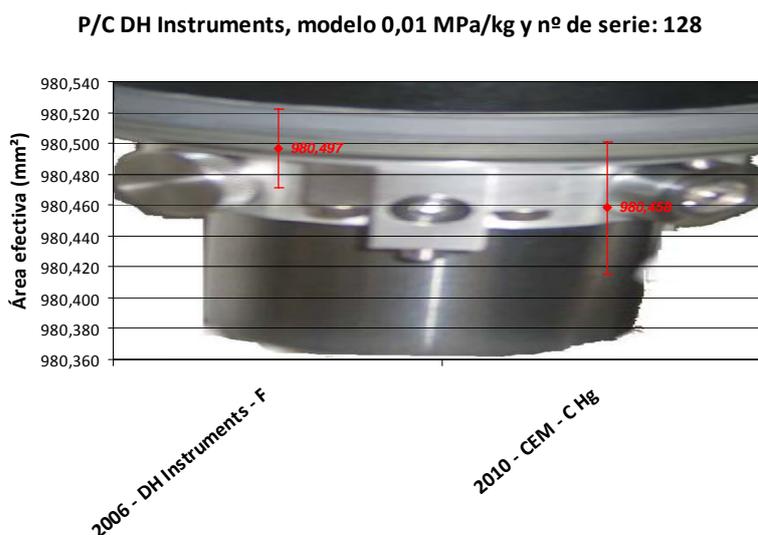
Año/ Organismo/ Tipo	$A_{(0,t_0)}$ mm	$U(A_{(0,t_0)})$ $k = 2$ mm	$W(A_{(0,t_0)})$ $k = 2$ $\times 10^{-6}$	C
1996 - NPL - F	335,634 0	0,008 0	24	0,21
1999 - CEM - D	335,626 0	0,032 9	98	0,18
2001 - CEM - F	335,638 0	0,011 1	33	0,49
2004 - CEM - F	335,636 0	0,011 1	33	0,32
2006 - CEM - F	335,635 2	0,011 1	33	0,26
2010 - CEM - C Hg	335,632 0	0,005 4	16	--

Tabla (4, 23). Comparación de resultados del conjunto pistón cilindro nº TL1298

Año/ Organismo/ Tipo	$A_{(0,t_0)}$ mm	$U(A_{(0,t_0)})$ $k = 2$ mm	$W(A_{(0,t_0)})$ $k = 2$ $\times 10^{-6}$	C
1996 - NPL - F	335,721 0	0,008 0	24	0,42
2002 - CEM - F	335,724 0	0,013 1	39	0,49
2010 - CEM - C Hg	335,717 0	0,005 4	16	--

De los nueve valores que se han considerado relevantes, todos tienen un índice de compatibilidad por debajo de uno, y en la mayoría de los casos presentan un valor menor de 0,5, excepto un índice con el PTB (0,65) y otro con el LNE (0,64). Habiendo comparado con cuatro de los principales NMI del mundo se puede concluir que los resultados obtenidos son buenos y que la diseminación de la unidad desde la columna de mercurio a los conjunto pistones cilindro es adecuada.

En cuanto a la balanza de presión dinamométrica FPG8601, de calibraciones exteriores solo se dispone de la del fabricante. Pero en 2008 se realizó una comparación con el CENAM de México [4, 55] con resultados satisfactorios, lo cual da robustez a los resultados.



Gráfica (4, 12). Histórico del conjunto pistón cilindro nº 128.

Una vez más los resultados son compatibles, Tabla (4, 24). Con un índice de compatibilidad de 0,78 para una incertidumbre expandida relativa cuatro veces menor que la reconocida en las CMC's del CEM, lo cual supone una mejora sustancial de las capacidades de medida en este rango ($44 \times 10^{-6} p$ sobre $200 \times 10^{-6} p$ reconocida).

Tabla (4, 24). Comparación de resultados del conjunto pistón cilindro nº 128

Año/ Organismo/ Tipo	$A_{(0,t_0)}$ mm	$U(A_{(0,t_0)})$ mm	$W(A_{(0,t_0)})$ $k = 2$ $x 10^{-6}$	C
2006 - DH Instruments - F	980,497 1	0,025	26	0,78
2010 - CEM - C Hg	980,458 2	0,043	44	--

4.5. Conclusiones.

Los resultados obtenidos en la caracterización de los diferentes conjuntos pistones cilindro son compatibles con los resultados históricos. Por lo que la diseminación de la unidad desde la columna de mercurio a las balanzas de presión se considera adecuada.

Las incertidumbres obtenidas son suficientes, no solo para mantener las CMC's del CEM, sino que en el caso del conjunto pistón cilindro de la balanza DHi FPG8601 demuestran que se pueden mejorar sustancialmente.

A la vista de los resultados obtenidos en los análisis de incertidumbre por el método de propagación y por el método de Monte Carlo, se puede asegurar que la distribución de salida es normal en los dos tipos de calibraciones y que los resultados obtenidos por ambos métodos coinciden.

Por lo tanto se está en disposición de transferir los valores desde las balanzas de presión al sistema de expansión estática (SEE).

4.6. Símbolos.

A_e	Área efectiva del conjunto pistón cilindro.
A_N	Valor nominal del área efectiva del conjunto pistón cilindro.
A_o	Área efectiva del conjunto pistón cilindro a presión nula y temperatura de referencia.
$A_{(p',t_0)'}'$	Área efectiva a presión p' y temperatura de referencia del pistón cilindro a calibrar.
$A_{(0,t_0)}$	Área efectiva a presión nula y temperatura de referencia del pistón cilindro.
$A_{(0,t_0)'}'$	Área efectiva a presión nula y temperatura de referencia del pistón cilindro a calibrar.
$C:$	Longitud de la circunferencia.
C'	Longitud de la circunferencia del pistón a calibrar.
c_i	Coefficientes de sensibilidad.
E	Modulo de Young.
E_c	Modulo de Young del cilindro.
E_p	Modulo de Young del pistón.

g_l	Valor de la aceleración de la gravedad local.
g_N	Valor de la gravedad normal (9,806 65 m/s ²).
h_i	Altura.
k	Factor de cobertura.
K_b	Coefficiente de variación de la fuerza por empuje de la presión de lubricación.
K_d	Coefficiente de variación de la fuerza por diferencia entre la presión de lubricación y la presión residual.
$K_{N(0,20)}$	Coefficiente de conversión del conjunto pistón -cilindro, a presión nula y temperatura 20 °C.
$K_{N(p,20)}$	Coefficiente de conversión del conjunto pistón -cilindro, a presión p y temperatura 20 °C.
M	Valor certificado de la masa de las pesas colocadas sobre el pistón utilizado en una balanza. Esta masa incluye la del propio pistón.
M'	Masa de las pesas colocadas sobre el pistón a calibrar. Esta masa incluye la del propio pistón.
n	Número de medidas.
N	Indicación en puntos del dinamómetro.
N_K	Coefficiente de conversión del dinamómetro.
p	Presión.
p'	Presión al nivel de referencia del instrumento a calibrar.
p_{lub}	Presión de lubricación.
$p_{lub,0}$	Presión de lubricación en el momento del ajuste del dinamómetro.

p_N	Valor nominal de la presión.
p_r	Presión residual en el interior de la campana. Solo aplica a balanzas de presión absoluta.
p_{res}	Presión de referencia.
$p_{res,0}$	Presión de referencia en el momento del ajuste del dinamómetro.
R	Constante de los gases (8,314 472 15 J/molK).
R_c	Radio exterior del cilindro.
r_c	Radio interior del cilindro.
$r_{c,r}$	Variación del radio interior del cilindro por repetibilidad.
$r_{c,c}$	Variación del radio interior del cilindro por redondez.
$r_{c,p}$	Variación del radio interior del cilindro por paralelismo.
R_i	Radio exterior.
r_i	Radio interior.
R_p	Radio exterior del pistón.
$R_{p,r}$	Variación del radio exterior del pistón por repetibilidad.
$R_{p,c}$	Variación del radio exterior del pistón por redondez.
$R_{p,p}$	Variación del radio exterior del pistón por paralelismo.
r_p	Radio interior del pistón.
T_{ref}	Temperatura de referencia en kelvin.
$T_{ref,0}$	Temperatura de referencia en kelvin en el momento del ajuste del dinamómetro.

t	Temperatura del conjunto pistón cilindro en °C.
t'	Temperatura en °C del conjunto pistón cilindro a calibrar.
t_0	Temperatura de referencia del conjunto pistón cilindro en °C.
$u(x_i)$	Incertidumbre típica de la magnitud de entrada.
$U(y)$	Incertidumbre expandida.
$u(y)$	Incertidumbre típica combinada.
$u_i(y)$	Contribuciones a la incertidumbre típica combinada.
v	Volumen del pistón sometido al empuje del fluido de transmisión de la presión.
v'	Volumen del pistón a calibrar sometido al empuje del fluido de transmisión de la presión.
V_{lub}	Volumen interno del pistón.
$W(y)$	Incertidumbre expandida relativa.
X_i	Magnitud de entrada.
x_i	Estimación de la magnitud de entrada.
Z_g	Factor de compresibilidad del gas de lubricación.
α	Coefficiente de dilatación térmica del conjunto pistón cilindro.
α'	Coefficiente de dilatación térmica del conjunto pistón cilindro a calibrar.
$\delta A_{(0,t_0)}$	Deriva área efectiva a presión nula y temperatura de referencia del pistón cilindro.

Δh	Diferencia de altura entre los niveles de referencia del conjuntos pistón cilindro y de otro instrumento.
$\delta K_{N(P,20)}$	Deriva del coeficiente de conversión del conjunto pistón -cilindro, a presión p y temperatura 20 °C.
δLSL	Incertidumbre debida a la regresión lineal o al método numérico de ajuste.
δM	Deriva de la masa de las pesas colocadas sobre el pistón utilizado como el patrón. Esta deriva de la masa incluye la del propio pistón.
$\delta M'$	Deriva de la masa de las pesas colocadas sobre el pistón a calibrar.
ΔN_1	Variación de la fuerza producida por la presión de lubricación entre el momento en que se realizó la tara de la balanza y el momento de medida. Sólo aplicable a conjuntos pistón cilindro estáticos lubricados.
ΔN_2	Variación de la fuerza producida como consecuencia de la variación de la diferencia entre la presión de lubricación y la presión de referencia entre el momento en que se realizó la tara de la balanza y el momento de medida. Sólo aplicable a conjuntos pistón cilindro estáticos lubricados.
ΔN_3	Variación de la fuerza producida por empuje del aire como consecuencia de la variación de la presión de referencia entre el momento en que se realizó la tara de la balanza y el momento de medida. Sólo aplicable a conjuntos pistón cilindro estáticos lubricados.
δsen	Sensibilidad de la flotación.
λ	Coeficiente de deformación con la presión del conjunto pistón cilindro.
λ'	Coeficiente de deformación con la presión del conjunto pistón cilindro a calibrar.

$\lambda(K_N)'$	Coeficiente de deformación con la presión del conjunto pistón cilindro referido al coeficiente de conversión.
μ	Coeficiente de Poisson.
μ_c	Coeficiente de Poisson del cilindro.
μ_p	Coeficiente de Poisson del pistón.
ρ_a	Densidad del aire.
ρ_f	Densidad del fluido de transmisión de la presión.
$\rho_{f(p,t)}$	Densidad del fluido de transmisión a presión p_N y temperatura t .
ρ_M	Densidad de las pesas utilizadas con la balanza de presión.
ρ_M'	Densidad de las pesas utilizadas con el pistón cilindro a calibrar.
σ	Tensión superficial del fluido de transmisión de la presión.
v_{eff}	Grados de libertad efectivos.
v_i	Grados de libertad efectivos para cada contribución.

4.7. Referencias.

[4, 29] Heydemann P.L.M. and Welch B.E, "NBS Monograph, Part. 3, Piston Gages"; International Union of Pure and Applied Chemistry, (1975).

[4, 30] Dadson R.S., Lewis S. and Peggs G.N., "The pressure balance", NPL (1982).

[4, 31] Peggs G.N., "High pressure measurement techniques" Applied science publishersL (1983).

[4, 32] Legras J.C., "La mesure des pressions statiques"; BNM 12, Editions Chiron, (1986).

[4, 33] Pavese F. and Molinar G., “Modern Gas-Based temperature and pressure measurements”; Plenum, (1992).

[4, 34] Buonanno G., Ficco G., Giovinco G and Molinar G, “Ten years of experience in modelling pressure balances in liquid media up to few GPa”; Edizioni universita degli studi di Cassino (2007).

[4, 35] 1º CCM Conferencia Internacional en Metrología de Presión, Paris, Francia, (1988).

[4, 36] 2º CCM Conferencia Internacional en Metrología de Presión, Paris, Francia, (1993).

[4, 37] 3º CCM Conferencia Internacional en Metrología de Presión, Torino, Italia, (1999).

[4, 38] 4º CCM Conferencia Internacional en Metrología de Presión, Londres, Reino Unido, (2005).

[4, 39] Delajoud P.R., Girard M. B., “The development of a digital read-out primary pressure standard”, Instrument society of America, N.C.30, 1981.

[4, 40] Ooiwa A., “Novel Nonrotational Piston Gauge with weight balance mechanism for the measurement of small differential pressures”, *Metrologia*, vol. 30, pp. 607-610, 1993/94.

[4, 41] Rendle C.G., “A large area piston gauge for differential and gauge pressure from zero to 3,2 kPa”, *Metrologia*, vol. 30, pp. 611-613, 1993/94.

[4, 42] “Pressure balance” OIML R 110 (1994).

[4, 43] “Recommended procedure for the calculation and expression of uncertainty of mesasuring results obtained with a digital piston manometer”; EUROMET PROJECT 291; 1995.

[4, 44] A. Picard, R.S. Davis, M. Gläser and K. Fujii, “Revised formula for the density of moist air (CIPM-2007)”, *Metrologia*, vol. 45, pp. 149-1552, 2008.

[4, 45] Brito L.H., Legras J.C., Palomino S. & Salcedo S. Project WP 1.12: Intercomparison of pressure standards in the range of 0,2-10 MPa and 10-100 MPa: Final report. Madrid. 1996.

[4, 46] “FPG-type digital piston manometer – exchange of experiences”, Euramet project nº 803.

[4, 47] “Comparison in the range (0.5 Pa - 15 kPa), gauge and absolute”, Euramet project nº 1047.

[4, 48] Rantanen M., Semenoja S., “Results on the effective area of the FPG-type digital piston manometer of MIKES”, *Metrologia*, vol. 42, pp. S165-S168, 2005.

[4, 49] Otal P., Legras J C., “Metrological characterization of a new standard, in absolute and gauges pressure mode, in the range 1 Pa to 15 000 Pa”, *Metrologia*, vol. 42, pp. S216-S219, 2005.

[4, 50] Tesar J., Repa P., Prazak D., Krajicek Z., Peksa L., “The new method of traceability of a force-balanced piston gauge used as primary vacuum standard”, *Vacuum*, vol. 76, pp. 491-499, 2004.

[4, 51] Molinar G., Magiera A., Rebaglia B. and Sacconi A., “Dimensional characterization and calculations of the effective area of a piston-cylinder unit (number 6040) of CEM-Spain to be used in a EEC intercomparison of pressure measurement in gas up 1 MPa”; *Rapporto Tecnico interno R383, IMG C (1994)*.

[4, 52] Brito L. Maghenzani R., Martínez U., Molinar G., Palomino S., Rebaglia B., Reilly E., Ruiz S. and Sacconi A., “Project WP 1.13: Intercomparison of pressure standards in the range of 0,1 – 1 MPa (Gauge mode)”; *CEM (1995)*.

[4, 53] Otal P., Verbeek J., Steindl D., Tesar J., Gorobei V, Matilla C. and Spohr I., “Final report on key comparison EUROMET.M.P-K3.a in the gauge pressure range 50 kPa to 1000 kPa”; *Metrologia*, vol 44, 07010, 2007.

[4, 54] Rantanen M., “Comparison in the pressure range 50 kPa to 350 kPa” Final report on EUROMET Project 455., MIKES Publication J7/2001.

[4, 55] Torres-Guzmán J., Ruiz S.; Olvera P. and Medina N., “Differential pressure comparison from 20 Pa to 3500 Pa between CEM-Spain and CENAM-Mexico” IMEKO XIX World Congress, 2009.

**DISEMINACIÓN DE LA UNIDAD DESDE LAS BALANZAS DE PRESIÓN AL SISTEMA DE EXPANSIÓN
ESTÁTICA (SEE)**

5. DISEMINACIÓN DE LA UNIDAD DESDE LAS BALANZAS DE PRESIÓN AL SISTEMA DE EXPANSIÓN ESTÁTICA (SEE)

5.1. Generalidades.

Los sistemas de expansión estática o sistemas de expansión en serie son usados como patrones primarios para generar presiones en el rango del alto, medio y bajo vacío. Un sistema de expansión estático consta, principalmente de una serie de volúmenes de diferentes tamaños unidos entre si mediante válvulas y conectados a un sistema de generación de presión y vacío, Figura (5, 1).

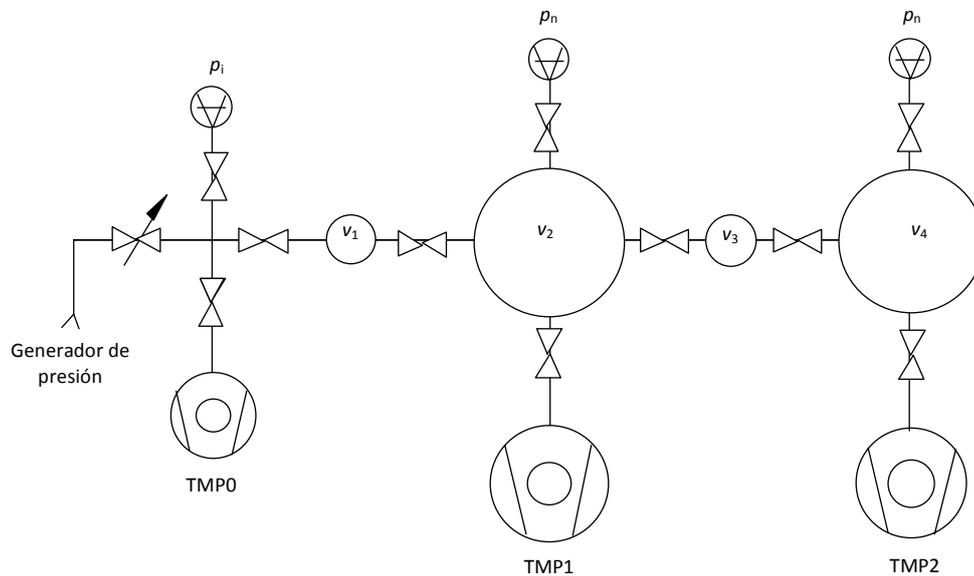


Figura (5, 1). Sistema de expansión estático.

El procedimiento de generación de presión, basado en la ley de Boyle, consiste en expandir una cantidad de gas encerrada en uno de los volúmenes pequeños a presión conocida a uno o varios volúmenes grandes previamente evacuados. El resultado es una reducción de la presión proporcional a la relación entre los volúmenes. El procedimiento se puede repetir varias veces de manera que la reducción de presión se incrementa.

Normalmente la presión inicial en el volumen pequeño es lo suficientemente grande para que sea medida por una balanza de presión o con un manómetro con exactitud diez veces inferior a la de la incertidumbre final de la presión generada.

En el esquema de la Figura (5, 1), inicialmente el gas es inyectado en un volumen v_1 y el valor de la presión p_1 es medido mediante una balanza de presión o con un manómetro. Una vez conocido el valor de la presión, el gas es expandido a los volúmenes v_2 y v_3 previamente evacuados. La capacidad de v_2 es bastante mayor que la capacidad de v_1 y v_3 . Así el valor de la presión decrece en la misma proporción que la relación de volúmenes entre v_1 y v_2 más v_3 . De la misma manera aislando los volúmenes v_2 y v_3 , podemos expandir el gas desde v_3 a v_4 consiguiendo una nueva reducción de la presión proporcional a la relación entre los volúmenes v_3 y v_4 . La presión final es función de la relación de volúmenes y del número de expansiones, (5,1).

$$p_{G,f} = p_{p,0} \left(\frac{v_p}{v_p + v_G} \right) \frac{T_{G,f}}{T_{p,0}} + p_{G,0} \left(\frac{v_G}{v_p + v_G} \right) \frac{T_{G,f}}{T_{G,0}} \quad (5,1)$$

Donde el subíndice “G” se refiere al volumen grande y el subíndice “p” al pequeño. Los subíndices “f” y “0” indican situación inicial y final.

La primera referencia a un sistema de expansión estática fue propuesta por Knudsen en 1910 [5, 1], más tarde en 1965 Barton [5, 2], nos muestra un sistema de expansión estático fabricado en cristal, ver Figura (5, 2), dotado de tres volúmenes grandes de 10 L y tres pequeños de 0,05 L. Poco después en 1967 Elliott [5, 3], realiza un sistema similar al de Barton, pero fabricado mayoritariamente en acero con volúmenes de 6 L y 0,025 L, ver Figura (5, 3).

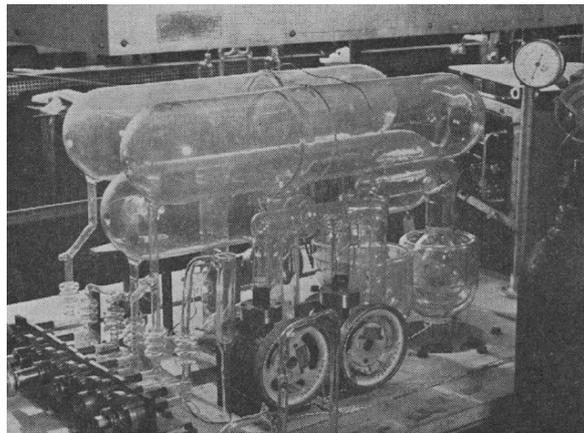


Figura (5, 2). Sistema de expansión estático mostrado por Barton en 1965, [5, 2].

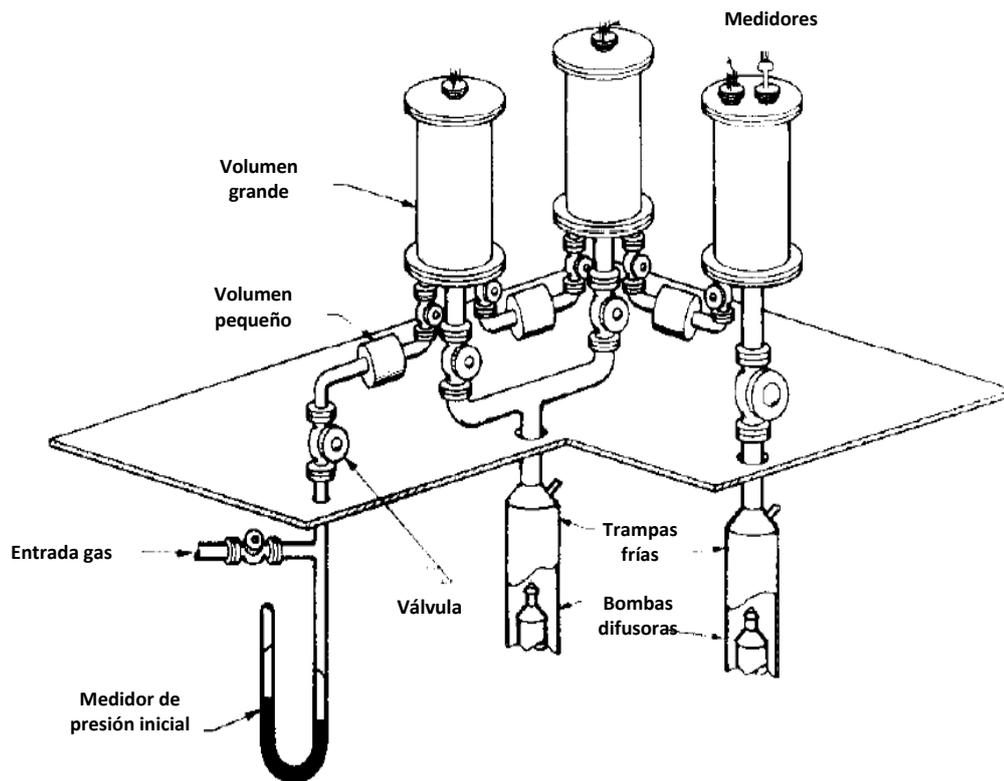


Figura (5, 3). Sistema de expansión estático mostrado por Elliott en 1967, [5, 3].

Desde estos primitivos SEE hasta el sistema desarrollado por el CEM se han desarrollado diferentes modelos por distintos NMI's. Todos ellos se pueden clasificar en dos, el método de expansión simple y el método de expansión multivolumen.

El método de expansión simple generalmente consta de dos volúmenes grandes separados por un número variables de volúmenes pequeños de diferente capacidad. En una secuencia típica de trabajo, los volúmenes son evacuados a una presión al menos cien veces inferior a la presión a generar en ellos y hasta que la tasa de desgasificación de los mismos es aceptable. En ese momento se aíslan de los sistemas de bombeo. A continuación uno de los volúmenes pequeños se llena con una presión conocida y se expande a uno de los volúmenes grandes. Volviendo a aislar la presión generada en el volumen pequeño se puede volver a expandir al otro volumen grande o al mismo, previamente reevacuado. De esta manera se consigue reducir el valor de la presión inicial en varios ordenes de magnitud.

El método de expansión multivolumen consta de al menos tres volúmenes grandes. Estos se unen uno a otro a través de volúmenes pequeños aislados mediante válvulas. Cada volumen

grande está conectado también con una bomba de vacío a través de una válvula. La forma de trabajar es la siguiente. Los volúmenes se evacuan a una presión al menos cien veces inferior a la presión a alcanzar en cada volumen y hasta que la tasa de desgasificación no sea significativa. En ese momento el primer volumen pequeño se llena con una presión conocida y se expande al primer volumen grande y segundo pequeño. Se aísla el segundo volumen pequeño del primero grande y se expande al segundo volumen grande y así sucesivamente se va reduciendo la presión hasta alcanzar el último volumen. En este método el número de volúmenes grandes determina el número de etapas del sistema.

De ellos los más significativos son:

- El del PTB, como método de expansión simple, desarrollado por el Dr G. Messer [5, 4] en 1977. Dicho sistema consta, ver Figura (5, 4), de dos volúmenes grandes de 100 L, dos volúmenes de 1L y un volumen de 0,1 L. La generación de la presión inicial se puede realizar o mediante un balanza de presión absoluta de Bell and Howell en el rango de 30 hPa a 0,3 MPa, o con una balanza de presión Furness del tipo FRS5 o mediante un controlador de presión. Este sistema ha sido descrito ampliamente en las referencias [5, 5] y [5, 6].

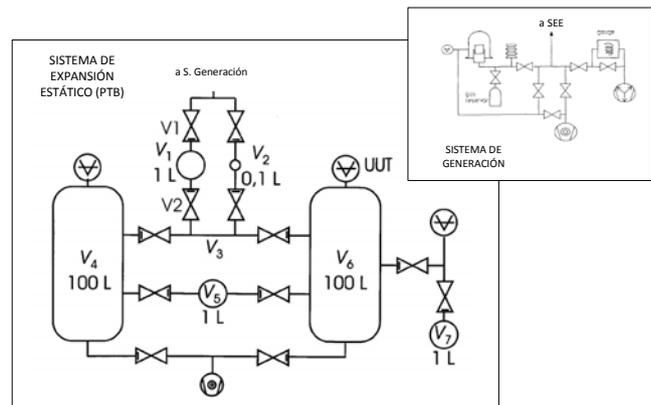


Figura (5, 4). Sistema de expansión estático del PTB.

- El del NPL, como método de expansión multivolumen de cinco etapas, ver Figura (5, 5) permite alcanzar una presión de 10^{-6} Pa en el volumen 5.

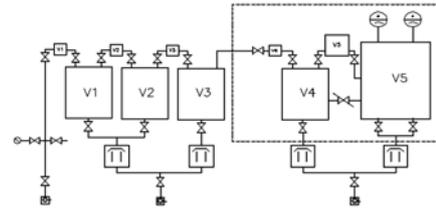


Figura (5, 5). Sistema de expansión estático desarrollado por el NPL.

La principal ventaja del método de expansión multivolumen frente al método de expansión simple es que al no tener que realizar evacuaciones intermedias de los volúmenes grandes durante la generación de un valor de presión se consigue calibrar valores de presión más pequeños. Sin embargo presenta un claro inconveniente, el costo. Para intentar obtener valores de presión más bajos con el método de expansión simple, similares a los alcanzados con el método de expansión multivolumen, el PTB ha desarrollado un nuevo sistema, ver Figura (5, 6).



Figura (5, 6). Sistema de expansión estático del PTB para bajas presiones.

Con posterioridad a estos, varios sistemas similares han sido desarrollados en diferentes NMI's. Como muestra: El de UME (Turquía), multivolumen de tres etapas [5, 7]; el del CENAM (México), expansión simple [5, 8], ver Figura (5, 7) o el de KRIS (Corea).



Figura (5, 7). Sistema de expansión estático del CENAM.

5.2. El sistema de expansión estática del CEM.

5.2.1. Descripción.

De los dos posibles diseños el CEM eligió el diseño del PTB por dos motivos:

1. Por coste. Un sistema expansión multivolumen necesita más volúmenes, más sistemas de bombeo, más medidores de vacío, más válvulas y más sondas de temperatura.
2. Porque ya se disponía de un sistema de expansión dinámico (SED) para la generación de presiones primarias inferiores a 10^{-2} Pa.

Por lo anterior, el objetivo final fue diseñar y construir un sistema de expansión estático que cubriera el rango de 0,000 5 Pa a 1000 Pa para la calibración de medidores de viscosidad moléculas (SRG's) y medidores capacitivos (CDG's).

La Figura (5, 8) muestra el sistema de expansión estática del CEM que está dotado de cinco cámaras, dos de 100 L, dos de 1 L y una de 0,5 L de capacidad nominal, conectadas entre sí a través de un conducto común, denominado volumen central. Todos los volúmenes están conectados mediante dos válvulas cada uno, de alto vacío tipo todo metal, al volumen central y a la línea de generación de presión, ver Figura (5, 9).

Con esta configuración se pueden definir doce posibles rutas de expansión desde los volúmenes pequeño al volumen central y uno de los volúmenes grandes o desde los volúmenes pequeños más el central a un volumen grande. La Tabla (5, 1) muestra las posibles rutas de expansión.

Tabla (5, 1). Posibles rutas de expansión del SEE.

Rutas de expansión	
Volumen inicial DE	Volumen final A
$v1$	$v1+vc+v5$
$v1$	$v1+vc+v4$
$v1+vc$	$v1+vc+v5$
$v1+vc$	$v1+vc+v4$
$v2$	$v2+vc+v5$
$v2$	$v2+vc+v4$
$v2+vc$	$v2+vc+v5$
$v2+vc$	$v2+vc+v4$
$v3$	$v3+vc+v5$
$v3$	$v3+vc+v4$
$v3+vc$	$v3+vc+v5$
$v3+vc$	$v3+vc+v4$



Figura (5, 8). Sistema de expansión estático del CEM.

Para minimizar las variaciones las posibles variaciones de volumen del sistema solo se han utilizado tubos flexibles en las líneas de generación de la presión, pero no en los volúmenes de calibración, incluyendo al volumen central.

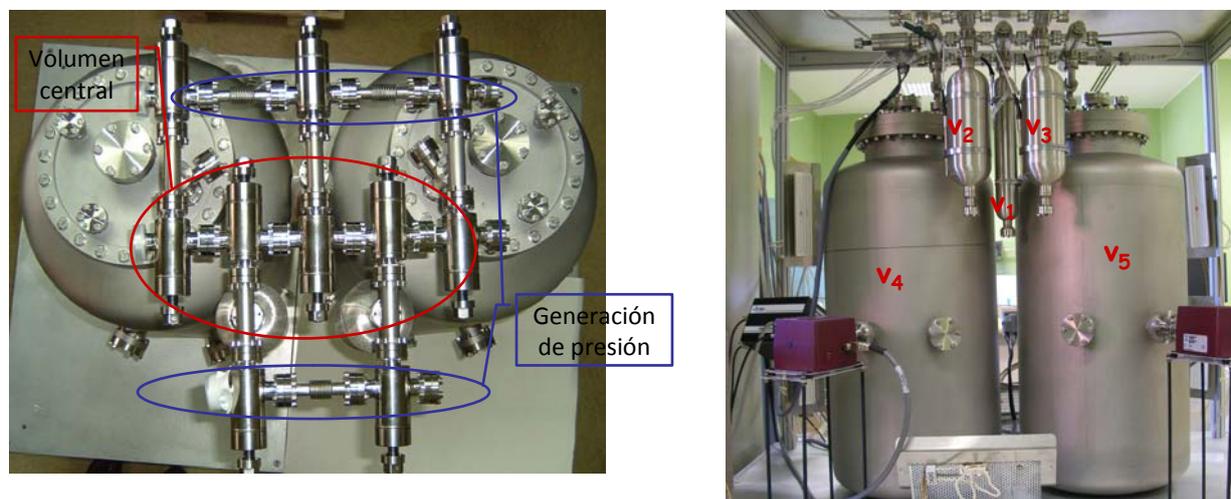


Figura (5, 9) a y b. Distribución de volúmenes.

Además se han distribuido una serie de medidores a lo largo de todo el sistema que facilitan su uso ya que proporcionan una indicación directa de la presión en todo momento, ver Figura (5, 10). De esta manera se cuenta con dos medidores de ionización (IG) situados cada uno de ellos en los volúmenes grandes, dos medidores de viscosidad molecular (SRG) situados uno en el volumen central y otro en el volumen cinco conectados a través de válvulas todo metal. Dos medidores capacitivos de fondos de escala 10 Torr¹² y 1 Torr, respectivamente. Además, se dispone de un medidor de presiones parciales en el volumen cuatro.

Los medidores de ionización se utilizan para determinar la presión de base antes de empezar a realizar expansiones. El medidor de presiones parciales se utiliza como detector de fugas para garantizar la estanqueidad del sistema siempre que se produce una nueva conexión al sistema. Esto se hace seleccionando la medida de la presión parcial del Helio (masa 4) y comprobando que está no varía al soplar con una fuente de Helio a las juntas de la racorería de conexión.

¹² 1 Torr equivale a 133,322 Pa. Esta unidad no forma parte del SI pero su uso en vacío está ampliamente extendido, siendo muy común que los rangos de los medidores capacitivos sean valores enteros de esta unidad.

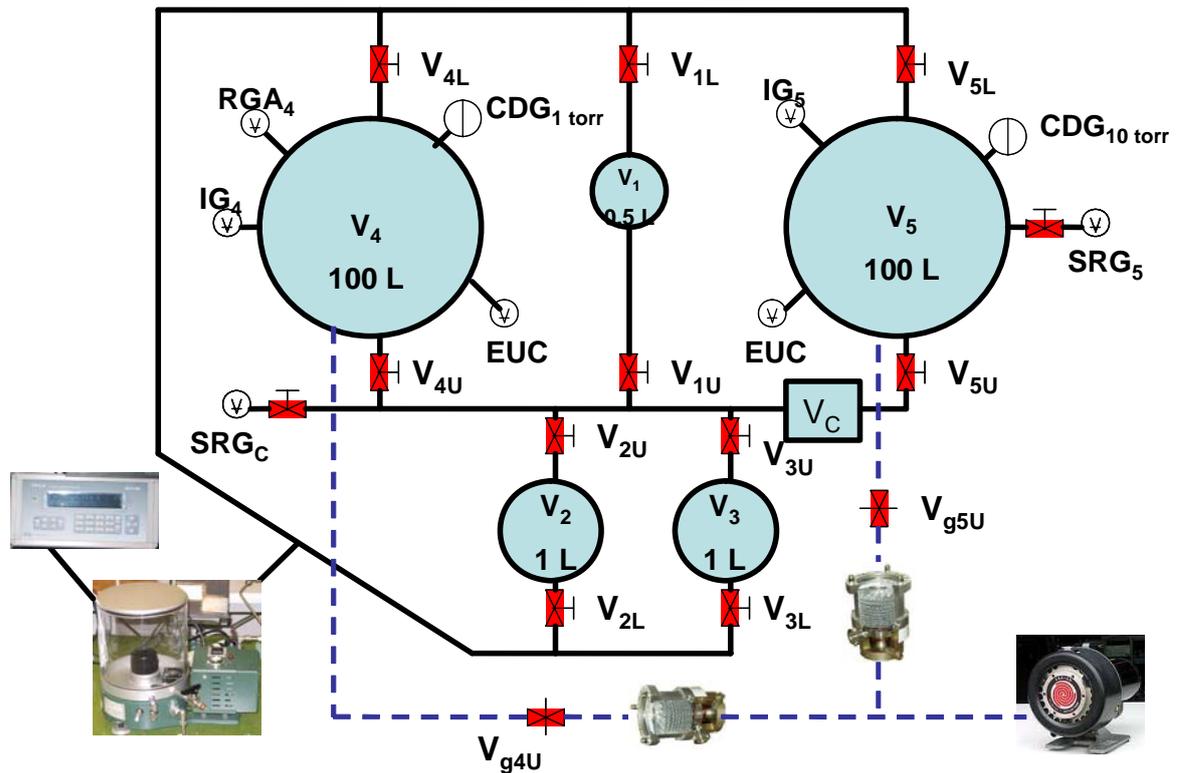


Figura (5, 10). Esquema del sistema del SED del CEM.

El sistema de bombeo, ver Figura (5, 11), está compuesto por dos bombas turbomoleculares de 300 L/s conectadas a través de válvulas de guillotina a los volúmenes cuatro y cinco. Como bomba primaria se ha dispuesto una bomba seca de tipo scroll de 210 L/min. Con ellas se consigue un vacío final del orden de 10^{-6} Pa.

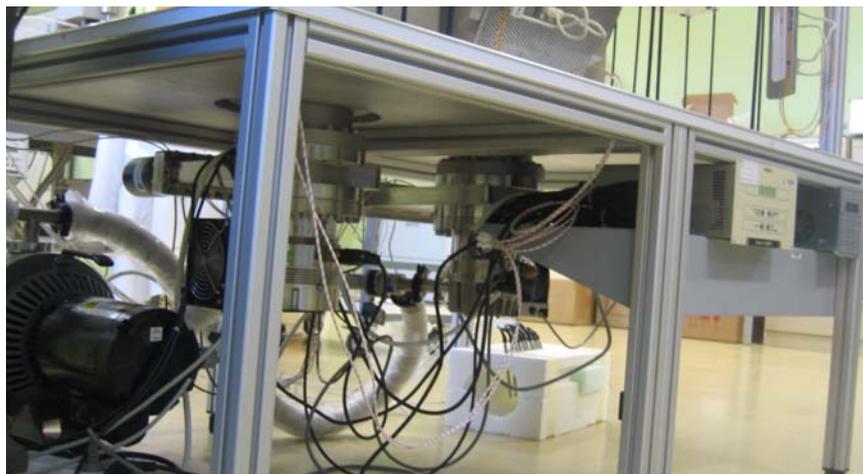


Figura (5, 11). Sistema de bombeo.

La generación de la presión inicial se puede hacer mediante una balanza de presión absoluta o mediante un controlador de presión.

La balanza de presión es de la marca Ruska, modelo 2465, ver Figura (5, 12). Dotada de dos conjuntos pistón cilindro intercambiables que cubren el rango de 42 hPa a 1 700 hPa y de 100 hPa a 7 000 hPa, con una incertidumbre de uso, para $k = 2$, de $35 \times 10^{-6} \times p$ Pa. Ambos tienen trazabilidad a la columna de mercurio. La presión residual en la campana se genera con una bomba rotatoria de doble etapa y se mide con un medidor de conductividad térmica del tipo pirani con incertidumbre de uso menor de 0,10 Pa.



Figura (5, 12). Balanza de presión para la medida de la presión inicial.

El controlador de presión es de la firma DH instruments, modelo PPC4 y tiene un fondo de escala 1 100 hPa. Su incertidumbre de uso es de 15 Pa.

El rango de medida del sistema en su parte inferior viene delimitado por el vacío final alcanzado y por la tasa de desgasificación de las paredes de la cámara. Para conseguir un vacío final más bajo y una tasa de desgasificación menor se ha dotado al sistema de una serie de resistencias de calefacción y una cubierta que permiten hornear hasta 150 °C, Figura (5, 13). En la práctica, se hornea a 150 °C para la calibración de SRG's y a 45 °C para la calibración de CDG's.

Para poder evaluar la homogeneidad térmica del sistema se han dispuesto 16 sondas termométricas de platino del tipo Pt100 distribuidas de la siguiente manera:

- Dos en cada uno de los volúmenes uno dos y tres.
- Cinco en cada uno de los volúmenes cuatro y cinco.



Figura (5, 13).Resistencias de calefactado.

5.3. Método de calibración.

La calibración de un sistema de expansión estático consiste en la determinación de las relaciones de expansión, o lo que es lo mismo las relaciones entre volúmenes. Las técnicas o métodos comúnmente más utilizados para su determinación se pueden agrupar en dos:

- Técnica o método gravimétrico.
- Técnicas o métodos de expansión.

La primera técnica consiste en determinar los volúmenes de cada cámara por separado mediante pesada, utilizando un líquido de densidad conocida, normalmente agua. Este método ha sido utilizado por varios NMI's como PTB [5, 5] o CENAM [5, 8]. Se suele aplicar cuando los volúmenes son grandes, aunque es un método muy difícil de aplicar y que a la larga presenta algunas desventajas:

- Dificultad para eliminar las burbujas de aire cuando se llenan los volúmenes para su pesada, debido principalmente a los recovecos formados en los mismos por los puertos de conexión.
- Dificultad para determinar los volúmenes intermedios formados por la racorería de interconexión entre volúmenes.

- Dificultad para determinar la variación de volumen que provoca la activación de las válvulas.
- Imposibilidad de determinar la relación de volúmenes con los medidores conectados.
- Por último una vez ensamblados los volúmenes es imposible volver a realizar la determinación de las relaciones de expansión si no se desmonta el sistema.

La incertidumbre que se consigue con este método en la calibración de los volúmenes es del orden de $2 \times 10^{-4} \times v$, para $k = 2$.

El segundo grupo de técnicas consiste básicamente en medir la presión antes y después de cada expansión. Este método fue descrito por Elliot (NPL) en 1967 [5, 3], y posteriormente aplicado para otros sistemas de expansión estáticos de otros NMI's como PTB [5, 5], CENAM [5, 8] o NPL [5, 9]. Tradicionalmente el método se aplica de tres maneras [5, 5]:

1. Mediante la utilización de dos patrones de presión calibrados.
2. Mediante un medidor sin calibrar en su rango lineal.
3. Mediante acumulaciones sucesivas de gas.

El primero de ellos, denominado método de expansión única, consiste en realizar expansiones utilizando dos patrones calibrados. Los patrones suelen ser una balanza de presión para medir la presión inicial en el volumen pequeño y un manómetro calibrado. El problema es que las expansiones se realizan a presiones muy superiores a las que luego va a trabajar el sistema. Las incertidumbres que se obtienen son del orden de $8 \times 10^{-4} \times f$, para $k = 2$, donde f es la relación entre volúmenes. El modelo matemático utilizado en este método queda definido por (5,2).

$$f = \left(\frac{v_p}{v_p + v_G} \right) = \frac{P_{G,f} T_{p,0}}{P_{p,0} T_{G,f}} \quad (5,2)$$

En el segundo método normalmente se utiliza como patón un medidor de viscosidad molecular (SRG), por lo que también se le conoce como el método del SRG. Consiste en medir la

presión antes y después de cada expansión con un único manómetro estrictamente lineal. Las principales ventajas de este método son: Que no es necesario que el instrumento este calibrado ya que al determinar un cociente entre presiones, todos los factores de calibración del patrón se anulan si se trabaja en su zona de comportamiento lineal; y que el rango en que se determinan las relaciones de expansión está dentro del margen de uso del SEE. El principal inconveniente es que solo se puede trabajar en la zona lineal del SRG, es decir a presiones inferiores a 0,1 Pa. Lo anterior unido a que la incertidumbre del SRG por debajo de 0,001 Pa es alta debido a principalmente a la influencia de su offset, hace que el método sea idóneo para determinar relaciones de volúmenes inferiores a 100, aunque algunos autores como Berman a Fremery [5, 10] han solucionado este problema mediante la caracterización del SRG. Con este método, al igual que con el método gravimétrico, se consiguen incertidumbres del orden de $2 \times 10^{-4} \times f$, para $k = 2$. La ecuación (5,3) representa el modelo matemático utilizado, a partir de las tasas de desaceleración del SRG.

$$f = \left(\frac{v_p}{v_p + v_G} \right) = \frac{DCR_{G,f} - DCR_0 \frac{T_{p,0}}{T_{G,f}}}{DCR_{p,0} - DCR_0 \frac{T_{p,0}}{T_{G,f}}} \quad (5,3)$$

Finalmente el tercer método consiste en acumular gas en un volumen grande mediante la realización de expansiones sucesivas sin bombeos intermedios del volumen grande, hasta alcanzar un valor de presión medible, con incertidumbre adecuada [5, 5]. Para ello, normalmente, se empieza con los volúmenes a presión de base. En ese momento se genera un valor de presión medible con una balanza de presión en uno de los volúmenes pequeños y se expande al volumen grande. El paso siguiente consiste en aislar ese valor de presión en el volumen grande y volver a generar la presión inicial en el volumen pequeño, para volver a expandir al volumen grande. El procedimiento se repite hasta que el volumen grande alcanza un valor de presión que pueda ser medido con incertidumbre adecuada. Se alcanzan incertidumbres del orden de $5,3 \times 10^{-4} \times f$, para $k = 2$, [5, 6]. En este caso el modelo matemático responde a la ecuación (5,4) y es un poco más complejo que los anteriores, por lo que se explica en profundidad en el punto 5.3.3.

$$f = 1 - \left(1 + f\alpha - \frac{(p_G)_n}{p_p} \right)^{\frac{1}{n}} \quad (5,4)$$

5.3.1. Nueva variedad del método de caracterización de SEE.

De las técnicas anteriores para caracterizar las relaciones de expansión del SEE estático del CEM se ha utilizado la primera y la tercera [5, 11] [5, 12]. Como aspecto novedoso, como ya se ha explicado anteriormente, se ha introducido la utilización de dos balanzas de presión en lugar de una sola. Estas balanzas previamente calibradas con la columna de mercurio dan al SEE trazabilidad a la columna de mercurio. La presión inicial en los volúmenes pequeños se genera con una balanza de presión absoluta de las tradicionalmente conocidas como de pesos muertos. La presión final se mide con una balanza dinamométrica conectada con el sistema a través de un medidor capacitivo de 133 Pa (1Torr) de fondo de escala, como muestra la Figura (5, 14).

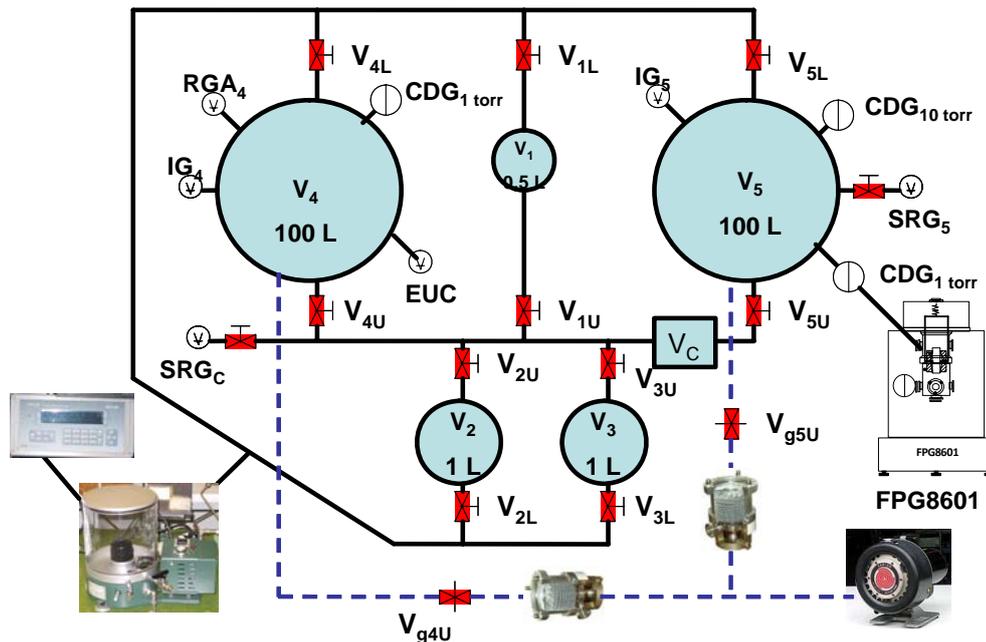


Figura (5, 14). Esquema de calibración del SEE del CEM.

Las principales ventajas del uso de la balanza DHi FPG8601 son:

- Da trazabilidad a la columna de mercurio.

- Permite la caracterización del SEE mediante una sola expansión en el rango de utilización del SEE.

5.3.2. Determinación de la razón de expansión “ f ” mediante el método de expansión única.

En este método se parte de una valor de presión de 97 420 Pa en el volumen central y uno de los pequeños para obtener un valor final de presión de aproximadamente 1 289 Pa cuando el volumen pequeño es de 1 L y de 758 Pa cuando el volumen pequeño es de 0,5 L. La Figura (5, 15) muestra la conexión de la balanza dinamométrica al SEE a través de un CDG.



Figura (5, 15).Calibración del SEE del CEM.

El modelo matemático completo para el cálculo de las razones de expansión con este método responde a la ecuación (5,5):

$$f = \left(\frac{v_p}{v_p + v_G} \right) = \frac{p_{G,f} + \delta p_{G,r}}{p_{p,0} + \delta p_{p,r}} \frac{T_{p,0} + \delta T_{p,0}}{T_{G,f} + \delta T_{G,f}} g + \delta \theta + \delta r \quad (5,5)$$

5.3.2.1. Incertidumbres.

Aplicando la ley de propagación de la incertidumbre al modelo matemático se obtienen las diferentes contribuciones a la incertidumbre de las magnitudes de entrada sobre relación de expansión. La Tabla (5, 2) muestra de manera abreviada el cálculo de incertidumbres sobre la relación de expansión.

Tabla (5, 2). Balance de incertidumbres sobre la relación de expansión del SEE.

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Presión inicial volumen pequeño	$p_{p,0}$	$u(p_{p,0})$	Normal	c_0	$c_0 u(p_{p,0})$
Resolución presión inicial	$\delta p_{p,r}$	$u(\delta p_{p,r})$	Rectangular	c_0	$c_0 u(\delta p_{p,r})$
Presión final volumen grande	$p_{G,f}$	$u(p_{G,f})$	Normal	c_1	$c_1 u(p_{G,f})$
Resolución presión final	$\delta p_{G,r}$	$u(\delta p_{G,r})$	Rectangular	c_1	$c_1 u(\delta p_{G,r})$
Temperatura inicial volumen pequeño	$T_{p,0}$	$u(T_{p,0})$	Rectangular	c_2	$c_2 u(T_{p,0})$
Uniformidad térmica volumen pequeño	$\delta T_{p,0}$	$u(\delta T_{p,0})$	Rectangular	c_2	$c_2 u(\delta T_{p,0})$

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Temperatura final volumen grande	$T_{G,f}$	$u(T_{G,f})$	Rectangular	c_3	$c_3 u(T_{G,f})$
Uniformidad térmica volumen grande	$\delta T_{G,f}$	$u(\delta T_{G,f})$	Rectangular	c_3	$c_3 u(\delta T_{G,f})$
Corrección por no idealidad del fluido	g	$u(g)$	Rectangular	c_4	$c_4 u(g)$
Corrección por desgasificación del sistema	δo	$u(\delta o)$	Rectangular	c_5	$c_5 u(\delta o)$
Repetibilidad	δr	$u(\delta r)$	Normal	c_6	$c_6 u(\delta r)$

5.3.2.1.1. Coeficientes de sensibilidad

Los coeficientes de sensibilidad se obtienen de las derivadas parciales de la ecuación modelo (5,5) respecto a cada una de las variables de entrada:

$$c_0 = \frac{\partial f}{\partial p_{p,0}} = \frac{\partial f}{\partial \delta p_{p,r}} = -\frac{f}{p_{p,0}} \quad (5,6)$$

$$c_1 = \frac{\partial f}{\partial p_{G,f}} = \frac{\partial f}{\partial \delta p_{G,f}} = \frac{f}{p_{G,f}} \quad (5,7)$$

$$c_2 = \frac{\partial f}{\partial T_{p,0}} = \frac{\partial f}{\partial \delta T_{p,0}} = \frac{f}{T_{p,0}} \quad (5,8)$$

$$c_3 = \frac{\partial f}{\partial T_{G,f}} = \frac{\partial f}{\partial \delta T_{G,f}} = -\frac{f}{T_{G,f}} \quad (5,9)$$

$$c_4 = \frac{\partial f}{\partial g} \approx f \quad (5,10)$$

$$c_5 = \frac{\partial f}{\partial \delta \theta} = 1 \quad (5,11)$$

$$c_6 = \frac{\partial f}{\partial \delta r} = 1 \quad (5,12)$$

5.3.2.1.2. Magnitudes de entrada.

A continuación se desarrollan las diferentes magnitudes de entrada de la ecuación (5,5):

Presión inicial en el volumen pequeño.

El valor de la presión inicial en el volumen pequeño se determina mediante la balanza de presión Ruska 2465 con el conjunto pistón cilindro TL1298 y mediante un medidor de conductividad térmica (Pirani), que mide la presión residual en el interior de la campana. La calibración del conjunto pistón cilindro se ha tratado en el Capítulo 4. Finalmente al valor de la presión se le asigna una incertidumbre de uso de $30 \times 10^{-6} \times p + 0,1 \text{ Pa}$, tratada como una distribución normal para $k=2$.

Resolución de la medida de la presión inicial en el volumen pequeño.

La resolución de la medida de la presión en el volumen pequeño viene determinada por la resolución de la balanza de presión y del medidor de vacío con el que se mide la presión residual en el interior de la campana. En este caso se considera una resolución de 0,1 Pa. Por lo que su incertidumbre típica toma el valor de 0,029 Pa, tratada como una distribución rectangular para $k = 2$.

Presión final en el volumen grande.

El valor de la presión final en el volumen grande se determina mediante la balanza FPG8601 conectada al sistema de expansión estático a través de un CDG diferencial. En este caso se le asigna una incertidumbre de uso de $140 \times 10^{-6} \times p$, tratada como una distribución normal para $k = 2$.

Resolución de la medida de la presión final en el volumen grande.

La resolución de la medida de la presión en el volumen grande se determina mediante la estabilidad obtenida al igualar la presión en el interior del SEE y en el exterior a través del CDG diferencial. El valor de la estabilidad fue de $\pm 0,01$ Pa, por lo que su incertidumbre típica toma el valor de 0,002 9 Pa, tratada como una rectangular y para $k = 2$.

Temperatura.

El valor de la temperatura en un volumen se determina mediante el uso del al menos 2 sondas de temperatura. Su contribución a la incertidumbre no solo incluye la de calibración de las sondas, sino también la deriva de las mismas. Se estima un valor de 0,05 K, tratada como una distribución rectangular y para $k = 2$.

Uniformidad Térmica.

Esta contribución es mucho mas significativa que la anterior para los volumen grandes. Se estima que la falta de uniformidad en uno de los volúmenes grandes puede ser de $\pm 0,35$ K mientras que en los volúmenes pequeños esta dentro de $\pm 0,05$ K

Corrección por comportamiento no ideal del gas.

Esta corrección ya ha sido tratada por Jitschin [5, 5], Jousten [5, 6] y Torres [5, 8]. Existen múltiples opciones para evaluar el comportamiento no ideal del gas (Ecuación de Van der Waals, ecuación de estado del virial, u otras ecuaciones cúbicas de estado, ...) [5, 14]. Entre todas ellas hemos escogido la ecuación del virial para calcular su contribución a la incertidumbre. La ecuación de estado del virial es un polinomio en series en presión o en inversa de volumen (5,13), donde los coeficientes B, C, ..., son denominados segundo, tercer, coeficientes del virial. El segundo coeficiente del virial es relativo a interacciones entre pares de moléculas, el tercero a interacciones entre tríos de moléculas, y así sucesivamente, por lo que la ecuación suele ser truncada al segundo o tercer coeficiente cuando se aplica un sistema de una sola fase. En nuestro caso en que la aplicamos a una sustancia pura (nitrógeno) la truncamos al segundo coeficiente.

$$Z = 1 + B\left(\frac{P}{RT}\right) + (C - B^2)\left(\frac{P}{RT}\right)^2 + \dots = 1 + \frac{B}{v} + \frac{C}{v^2} + \dots \quad (5,13)$$

De manera que la corrección por no linealidad del gas viene expresada por (5,14):

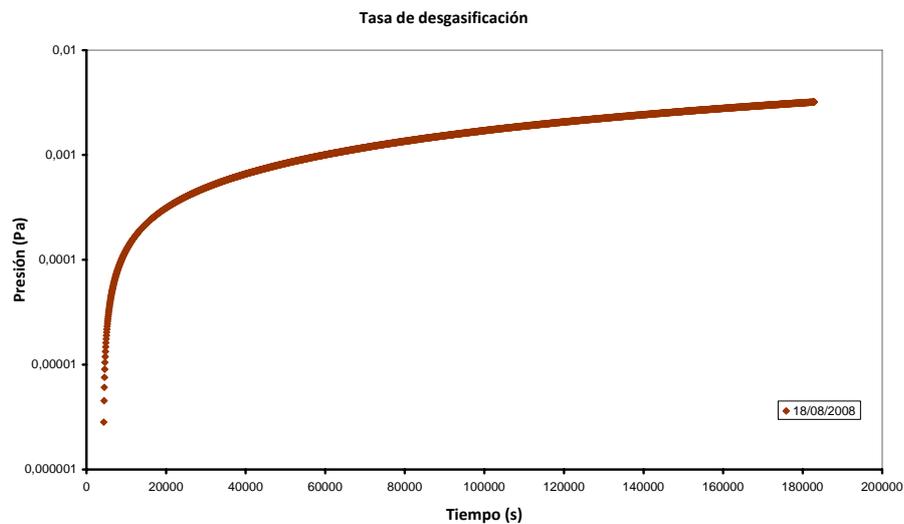
$$g = \frac{1 + \frac{B p_{p,0}}{RT_{p,0}}}{1 + \frac{B p_{G,f}}{RT_{G,f}}} \quad (5,14)$$

Considerando unos valores de presión inicial 97 000 Pa o 10 000 Pa, las relaciones de expansión y tomando como valor del segundo coeficiente del virial para el nitrógeno "B" -4,7 cm³/mol se puede asignar a g el valor de 1,000 000 con una contribución a la incertidumbre, tratada como una distribución rectangular de ± 0,000 012, para k = 2. En nuestro caso este valor se puede considerar despreciable.

Corrección por desgasificación del sistema.

La tasa de desgasificación o evaporación de partículas de una superficie (desorción), limita la presión de base en un sistema de vacío y marca el valor mínimo de presión que se puede medir con una incertidumbre óptima.

Para determinar su contribución a la incertidumbre, se vació y calefactó el sistema a 150 °C durante 48 h, para posteriormente aislarlo del sistema de bombeo y estudiar la evolución de la presión en el tiempo. La Gráfica (5, 1) muestra los resultados obtenidos. Un ajuste de regresión lineal determina un aumento de presión en el sistema de $1,8 \times 10^{-8}$ Pa/s. Este valor es un poco alto si se compara con el de otros sistemas de otros NMI's . Pero es de esperar que el sistema mejore con el uso, al igual que el de otros NMI's como el del CENAM que paso de $1,9 \times 10^{-6}$ Pa/s en 2001 [5, 15] a $4,81 \times 10^{-11}$ Pa/s en 2005 [5, 8].

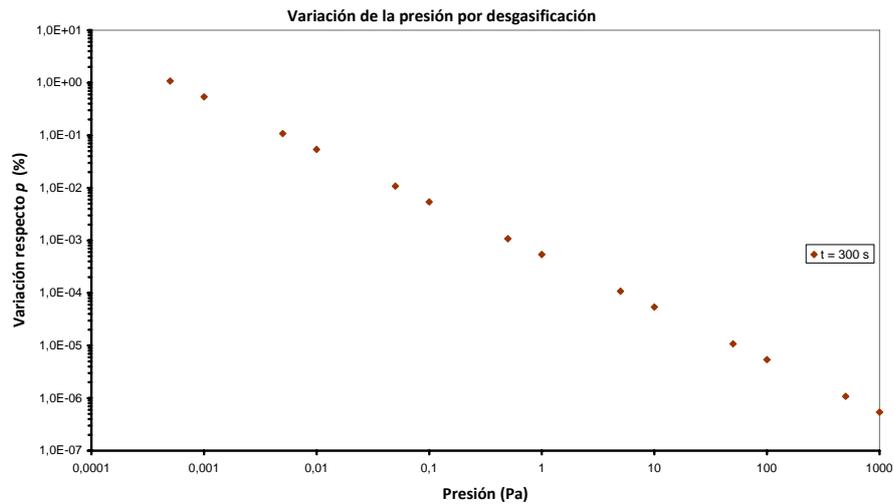


Gráfica (5, 1). Tasa de desgasificación del SEE.

Con está tasa de desgasificación se dispone de 300 s para que la influencia en la medida por la desgasificación sea inferior al 1% del valor medido, para una valor de 0,000 5 Pa. Para valores de presión superiores su influencia decrece exponencialmente según muestra la Gráfica (5, 2).

Su incertidumbre típica queda definida por la ecuación (5,15), tratada como una distribución rectangular. Donde “o” es la desgasificación del sistema y “t” el tiempo necesario para la realización de una expansión (< 600 s).

$$U(\delta o) = \frac{ot}{p_{G,f}} f \quad (5,15)$$



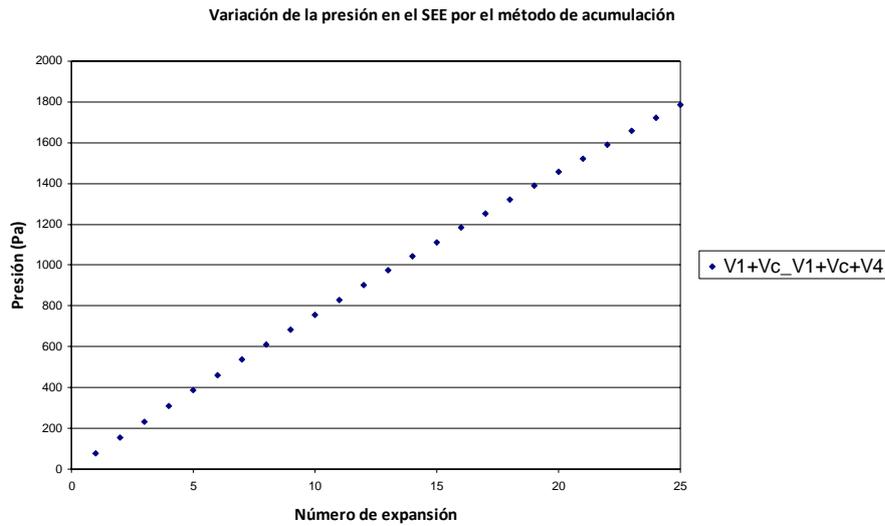
Gráfica (5, 2). Influencia de la desgasificación en función de la presión para $t = 300$ s.

Repetibilidad.

La contribución a la incertidumbre por repetibilidad se obtiene de la desviación típica de las razones de expansión calculadas para las medidas realizadas, por lo que su contribución a la incertidumbre se trata como una distribución normal.

5.3.3. Determinación de la razón de expansión “ f ” mediante el método de acumulación de gas.

Se parte de una presión de aproximadamente 10 000 Pa en el volumen central y uno de los volúmenes pequeños para terminar con una presión acumulada después de 25 expansiones de 1 700 Pa o 2 800 Pa dependiendo de la capacidad del volumen pequeño de partida. La Gráfica (5, 3) muestra la variación de la presión en el volumen 4, cuando se expande desde los volúmenes 1 más el volumen central.



Gráfica (5, 3). Influencia de la presión en el volumen 4 después de 25 expansiones desde el volumen 1 más el volumen central.

De forma simplificada, el modelo matemático utilizado responde a la ecuación (5,16):

$$f = 1 - \left(1 + f\alpha - \frac{(P_G)_n}{P_p} \right)^{\frac{1}{n}} \quad (5,16)$$

donde α es igual a (5,17):

$$\alpha = \left[\left(\frac{\Delta T}{T_0} \right)_n + \frac{v_G}{v_p + v_G} \frac{(\Delta T)}{(T_0)_{n-1}} + \left(\frac{v_G}{v_p + v_G} \right)^2 \frac{(\Delta T)}{(T_0)_{n-2}} + \dots + \left(\frac{v_G}{v_p + v_G} \right)^{n-1} \frac{(\Delta T)}{(T_0)_1} \right] \quad (5,17)$$

La resolución de la ecuación (5,16), como bien reportan Jousten [5, 6] y Redgrave [5, 13], es complicada y necesita ser resuelta mediante métodos numéricos o apoyándonos en el hecho de que $f\alpha \ll 1$. Por lo que se puede calcular f para condiciones isotérmicas (5,18), para introducirla en la ecuación (5,17) y calcular α . Una vez calculado alfa y f_i , se puede aplicar (5,19) para determinar el valor de f . Con este método el error que se comete es despreciable cuando f es del orden de 0,01 y α es aproximadamente 0,0013, ver [5, 6].

$$f_i = 1 - \left(1 - \frac{(P_G)_n}{P_p} \right)^{\frac{1}{n}} \quad (5,18)$$

$$f = 1 - \left(1 + f_i \alpha - \frac{(P_G)_n}{P_p} \right)^{\frac{1}{n}} \quad (5,19)$$

El resultado obtenido de la ecuación (5,19) se puede volver a introducir en la ecuación como valor de f_i repetidas veces hasta que $f = f_i$. De esta manera se consigue una mejora en la exactitud del valor de f .

5.3.3.1. Incertidumbres.

Una vez más para calcular la incertidumbre se puede aplicar el método de propagación de incertidumbres definido en la Guía de expresión de la incertidumbre de medida (GUM) [5, 16] y el método de Monte Carlo definido en el Suplemento 1 de la GUM [5, 17]. Sin embargo la Guía de expresión de la incertidumbre de medida en su apartado 5.1.2 establece que la incertidumbre típica combinada $u(y)$ responde a la ecuación (5,20) donde f es la función dada para la magnitud de salida. Esta ecuación está basada en un desarrollo en serie de Taylor de primer orden. Sin embargo ya advierte en su nota que *“cuando la no linealidad de $f(y)$ resulta significativa, es necesario incluir términos de orden más elevado en el desarrollo en serie de Taylor para la expresión $u^2(y)$ ”*. Por lo que es posible que la aplicación del método de propagación truncado al desarrollo de Taylor de primer orden nos lleve a resultados erróneos y que estemos en un claro ejemplo donde la aplicación del método de Monte Carlo debe prevalecer sobre el método de propagación truncado.

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^N \left[\frac{\partial f(y)}{\partial x_i} \right]^2 u^2(x_i) \quad (5,20)$$

Las razones por las que no se desarrolla el método de propagación para un desarrollo de Taylor de mayor orden es debido a la propia complejidad de las ecuaciones modelo.

El método de propagación puede aplicarse desde dos puntos de vista: El primero suponer que f_i es distinto e independiente de f , ecuación (5,23) y el segundo suponer que f_i es igual a f , ecuación (5,38). Ambos modelos se desarrollan a continuación.

5.3.3.1.1. Incertidumbres ($f_i \neq f$).

El modelo matemático completo para el cálculo de la relación de expansión del SEE viene definido por la ecuación (5,21).

$$f = \left[1 - \left(1 + f_i \alpha - \frac{(p_G + \delta p_{G-r})_n}{(p_p + \delta p_{p-r})} \right)^{\frac{1}{n}} \right] g + \delta o \quad (5,21)$$

Considerando que α es una función de f_i podemos definir la corrección por temperatura según (5,21):

$$\gamma = f_i \left[\left(\frac{\Delta T}{T_0} \right)_n + \frac{v_G}{v_p + v_G} \left(\frac{\Delta T}{T_0} \right)_{n-1} + \left(\frac{v_G}{v_p + v_G} \right)^2 \left(\frac{\Delta T}{T_0} \right)_{n-2} + \dots + \left(\frac{v_G}{v_p + v_G} \right)^{n-1} \left(\frac{\Delta T}{T_0} \right)_1 \right] \quad (5,22)$$

De manera que podemos formular (5,21) como (5,23):

$$f = \left[1 - \left(1 + \gamma - \frac{(p_G + \delta p_{G-r})_n}{(p_p + \delta p_{p-r})} \right)^{\frac{1}{n}} \right] g + \delta o \quad (5,23)$$

Aplicando la ley de propagación de la incertidumbre al modelo matemático se obtienen las diferentes contribuciones a la incertidumbre de las magnitudes de entrada sobre relación de expansión. La Tabla (5, 3) muestra de manera abreviada el balance de incertidumbres sobre la relación de expansión.

Tabla (5, 3). Balance de incertidumbres sobre la relación de expansión del SEE ($f \neq f_i$).

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Presión inicial volumen pequeño	p_p	$u(p_p)$	Normal	c_0	$c_0 u(p_p)$

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Resolución presión inicial	δp_{p_r}	$u(\delta p_{p_r})$	Rectangular	c_0	$c_0 u(\delta p_{p_r})$
Presión final volumen grande	p_G	$u(p_G)$	Normal	c_1	$c_1 u(p_G)$
Resolución presión final	δp_{G_r}	$u(\delta p_{G_r})$	Rectangular	c_1	$c_1 u(\delta p_{G_r})$
Corrección por temperatura	γ	$u(\gamma)$	Rectangular	c_2	$c_2 u(\gamma)$
Corrección por no idealidad del fluido	g	$u(g)$	Rectangular	c_3	$c_3 u(g)$
Corrección por desgasificación del sistema	δo	$u(\delta o)$	Rectangular	c_4	$c_4 u(\delta o)$

Coefficientes de sensibilidad

Derivando (5,21):

$$c_0 = \frac{\partial f}{\partial p_p} \approx -\frac{1}{n} \left(1 + \gamma - \frac{(p_G)_n}{p_p} \right)^{\left(\frac{1}{n}-1\right)} \frac{(p_G)_n}{p_p^2} \quad (5,24)$$

$$c_1 = \frac{\partial f}{\partial (p_G)_n} \approx \frac{1}{n} \left(1 + \gamma - \frac{(p_G)_n}{p_p} \right)^{\left(\frac{1}{n}-1\right)} \frac{1}{p_p} \quad (5,25)$$

$$c_2 = \frac{\partial f}{\partial \gamma} = -\frac{1}{n} \left(1 + \gamma - \frac{(p_G)_n}{p_p} \right)^{\left(\frac{1}{n}-1\right)} \quad (5,26)$$

$$c_3 = \frac{\partial f}{\partial g} = f \quad (5,27)$$

$$c_4 = \frac{\partial f}{\partial \delta o} = 1 \quad (5,28)$$

Magnitudes de entrada.

A continuación se desarrollan las diferentes magnitudes de entrada de la ecuación (5,21) que no se han desarrollado previamente en 5.3.2.1.2.

- **Corrección por temperatura**

La contribución a la incertidumbre de la corrección por temperatura, se obtiene tras aplicar la ley de propagación de la incertidumbre a la ecuación (5,29). La Tabla (5, 4) muestran de manera resumida el cálculo.

$$\gamma = f_i \left[\left(\frac{\Delta T}{T_0} \right)_n + \sum_{i=1}^n \frac{\Delta T_n}{(T_0)_{n-i}} (1 - f_i)^i \right] = f_i \left[a_0 + \sum_{i=1}^n a_i (1 - f_i)^i \right] \quad (5,29)$$

Tabla (5, 4). Balance de incertidumbres sobre la corrección por temperatura del SEE.

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Incremento de temperatura a_0	$\left(\frac{\Delta T}{T_0} \right)_n$	$u(a_0)$	Rectangular	c_5	$c_5 u(a_0)$

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Incremento de temperatura a_i	$\sum_{i=1}^n \frac{\Delta T_n}{(T_0)_{n-i}}$	$u(a_i)$	Rectangular	c_6	$c_6 u(a_i)$
Razón de expansión a T ^a cte	f_i	$u(f_i)$	Rectangular	c_7	$c_7 u(f_i)$

Siendo los coeficientes de sensibilidad de la corrección por temperatura:

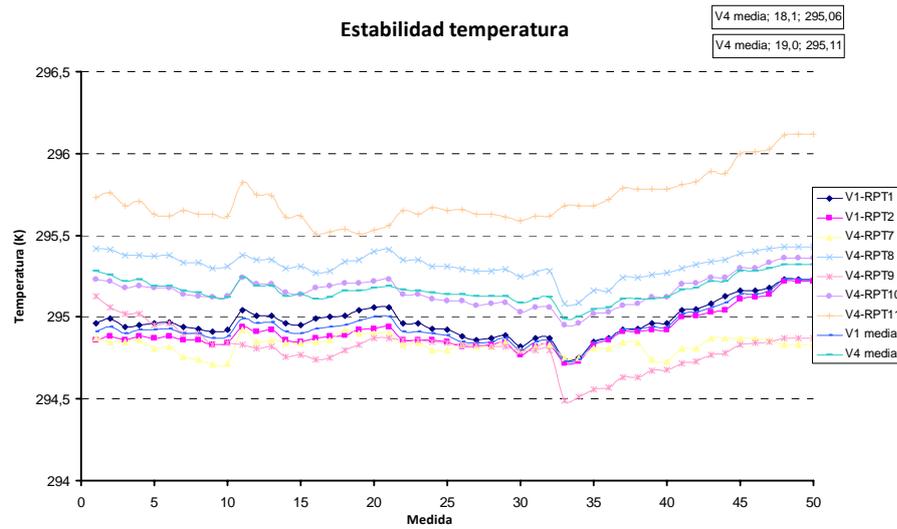
$$c_5 = \frac{\partial \gamma}{\partial a_0} = f_i \quad (5,30)$$

$$c_6 = \frac{\partial \gamma}{\partial a_i} = f_i (1 - f_i)^i \quad (5,31)$$

$$c_7 = \frac{\partial \gamma}{\partial f_i} = a_0 + \left[\sum_{i=1}^n a_i (1 - f_i)^i - i a_i f_i (1 - f_i)^{i-1} \right] \quad (5,32)$$

Y las magnitudes de entrada no tratadas:

- Incrementos de temperatura a_0 y a_i . Son las contribuciones a la incertidumbre debida a la variación de la temperatura durante el proceso de expansión. Su contribución principal es debida a la falta de homogeneidad de la temperatura en el volumen y no a otras magnitudes de influencia como la incertidumbre por calibración de las sondas o deriva de las mismas. Un valor típico de uniformidad en el volumen grande puede ser de $\pm 0,35$ K, frente a una variación típica de la temperatura media de una expansión a otra del orden de 0,05 K. Lo cual supone una contribución a la incertidumbre, tratada como una distribución rectangular, de $\pm 0,001 \ 2 \times f_i$, para $k = 2$.



Gráfica (5, 4). Variación de la temperatura a lo largo de 25 acumulaciones en los volúmenes v1 y v4.

La Gráfica (5, 4) muestra la variación de temperatura a lo largo de 25 acumulaciones en los volúmenes uno y cuatro. Se aprecia también la uniformidad térmica en los volúmenes. Los gradientes térmicos en el volumen cuatro están ocasionados por las fuentes de calor, como pueden ser las bombas de vacío.

- Razón de expansión a temperatura constante.

La contribución a la incertidumbre de la medida de la razón de expansión a temperatura constante, se obtiene tras aplicar la ley de propagación de la incertidumbre a la ecuación (5,33), obtenida introduciendo las magnitudes de entrada de valor nulo en la ecuación (5,18). La Tabla (5, 5) muestran de manera resumida el cálculo.

$$f_i = \left[1 - \left(1 - \frac{(p_G + \delta p_{G-r})_n}{(p_p + \delta p_{p-r})} \right)^{\frac{1}{n}} \right] g + \delta T + \delta \sigma \quad (5,33)$$

Tabla (5, 5). Balance de incertidumbres sobre la razón de expansión del SEE a temperatura constante.

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Presión inicial volumen pequeño	p_p	$u(p_p)$	Normal	c_8	$c_8 u(p_p)$
Resolución presión inicial	δp_{p_r}	$u(\delta p_{p_r})$	Rectangular	c_8	$c_8 u(\delta p_{p_r})$
Presión final volumen grande	p_G	$u(p_G)$	Normal	c_9	$c_9 u(p_G)$
Resolución presión final	δp_{G_r}	$u(\delta p_{G_r})$	Rectangular	c_9	$c_9 u(\delta p_{G_r})$
Corrección por no idealidad del fluido	g	$u(g)$	Rectangular	c_{10}	$c_{10} u(g)$
Corrección por variación de temperatura	δT	$u(\delta T)$	Rectangular	c_{11}	$c_{11} u(\delta T)$
Corrección por desgasificación del sistema	δo	$u(\delta o)$	Rectangular	c_{12}	$c_{12} u(\delta o)$

Siendo los coeficientes de sensibilidad de la relación de expansión a temperatura constante:

$$c_8 = \frac{\partial f_i}{\partial p_p} = \frac{\partial f_i}{\partial \delta p_{p_r}} = -\frac{1}{n} \left(1 - \frac{p_G}{p_p} \right)^{\left(\frac{1}{n} - 1 \right)} \frac{p_G}{p_p^2} \quad (5,34)$$

$$c_9 = \frac{\partial f_i}{\partial p_G} = \frac{\partial f_i}{\partial \delta p_{G_r}} = -\frac{1}{n} \left(1 - \frac{p_G}{p_p} \right)^{\left(\frac{1}{n}-1\right)} \frac{-1}{p_p} \quad (5,35)$$

$$c_{10} = \frac{\partial f_i}{\partial g} \approx f_i \quad (5,36)$$

$$c_{11} = c_{12} = \frac{\partial f_i}{\partial \delta T} = \frac{\partial f_i}{\partial \delta \theta} = 1 \quad (5,37)$$

Las magnitudes de entrada se tratan de forma general en 5.3.2.1.2, por lo que solo nos vamos a detener con la debida a la corrección por variación de temperatura. Para ello vamos a considerar que la variación de la temperatura durante la caracterización está dentro de los límites establecidos para el laboratorio sobre la temperatura media del SEE, ya que está se encuentra influenciada por las fuentes de calor (bombas de vacío, CDG's, ...). Por lo que considerando un intervalo de temperatura de ± 1 K, la contribución a la incertidumbre, tratada como una distribución rectangular es de $\pm 0,0034 \times f_i$, para $k = 2$.

5.3.3.1.2. Incertidumbres ($f_i = f$).

El modelo matemático completo para el cálculo de la relación de expansión del SEE viene definido por la ecuación (5,38).

$$f = \left[1 - \left(1 + f\alpha - \frac{(p_G + \delta p_{G_r})_n}{(p_p + \delta p_{p_r})} \right)^{\frac{1}{n}} \right] g + \delta \theta \quad (5,38)$$

Donde α es:

$$\alpha = \left(\frac{\Delta T}{T_0} \right)_n + \sum_{i=1}^n \frac{\Delta T_n}{(T_0)_{n-i}} (1-f)^i = a_0 + \sum_{i=1}^n a_i (1-f)^i \quad (5,39)$$

Sustituyendo α en (5,38):

$$f = \left[1 - \left(1 + f \left[a_0 + \sum_{i=1}^n a_i (1-f)^i \right] - \frac{(p_G + \delta p_{G_r})_n}{(p_p + \delta p_{p_r})} \right)^{\frac{1}{n}} \right] g + \delta o \quad (5,40)$$

Aplicando la ley de propagación de la incertidumbre al modelo matemático (5,40) se obtienen las diferentes contribuciones a la incertidumbre de las magnitudes de entrada sobre relación de expansión. La Tabla (5, 6) muestra de manera abreviada el balance de incertidumbres sobre la relación de expansión.

Tabla (5, 6). Balance de incertidumbres sobre la relación de expansión del SEE ($f = f_i$).

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Presión inicial volumen pequeño	p_p	$u(p_p)$	Normal	c_0	$c_0 u(p_p)$
Resolución presión inicial	δp_{p_r}	$u(\delta p_{p_r})$	Rectangular	c_0	$c_0 u(\delta p_{p_r})$
Presión final volumen grande	p_G	$u(p_G)$	Normal	c_1	$c_1 u(p_G)$
Resolución presión final	δp_{G_r}	$u(\delta p_{G_r})$	Rectangular	c_1	$c_1 u(\delta p_{G_r})$
Corrección por temperatura a_0	$\left(\frac{\Delta T}{T_0} \right)_n$	$u(a_0)$	Rectangular	c_2	$c_2 u(a_0)$
Corrección por temperatura a_i	$\sum_{i=1}^n \frac{\Delta T_n}{(T_0)_{n-i}}$	$u(a_i)$	Rectangular	c_3	$c_3 u(a_i)$

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Corrección por no idealidad del fluido	g	$u(g)$	Rectangular	c_4	$c_4 u(g)$
Corrección por desgasificación del sistema	δo	$u(\delta o)$	Rectangular	c_5	$c_5 u(\delta o)$

Coefficientes de sensibilidad

Derivando (5,40) respecto a cada una de las magnitudes de entrada y despejando de la ecuación los coeficientes de sensibilidad obtenemos:

$$c_0 = \frac{\partial f}{\partial p_p} \approx \frac{-\frac{1}{n} \left(1 + f\alpha - \frac{(p_G)_n}{p_p} \right)^{\left(\frac{1}{n}-1\right)} \frac{(p_G)_n}{p_p^2}}{1 + \frac{1}{n} \left(1 + f\alpha - \frac{(p_G)_n}{p_p} \right)^{\left(\frac{1}{n}-1\right)} \alpha - \frac{1}{n} \left(1 + f\alpha - \frac{(p_G)_n}{p_p} \right)^{\left(\frac{1}{n}-1\right)} f \sum_{i=1}^n a_i i (1-f)^{i-1}} \quad (5,41)$$

$$c_1 = \frac{\partial f}{\partial p_G} \approx \frac{\frac{1}{n} \left(1 + f\alpha - \frac{(p_G)_n}{p_p} \right)^{\left(\frac{1}{n}-1\right)} \frac{1}{p_p}}{1 + \frac{1}{n} \left(1 + f\alpha - \frac{(p_G)_n}{p_p} \right)^{\left(\frac{1}{n}-1\right)} \alpha - \frac{1}{n} \left(1 + f\alpha - \frac{(p_G)_n}{p_p} \right)^{\left(\frac{1}{n}-1\right)} f \sum_{i=1}^n a_i i (1-f)^{i-1}} \quad (5,42)$$

$$c_2 = \frac{\partial f}{\partial a_0} \approx \frac{-\frac{1}{n} \left(1 + f\alpha - \frac{(p_G)_n}{p_p} \right)^{\left(\frac{1}{n}-1\right)} f}{1 + \frac{1}{n} \left(1 + f\alpha - \frac{(p_G)_n}{p_p} \right)^{\left(\frac{1}{n}-1\right)} \alpha} \quad (5,43)$$

$$c_3 = \frac{\partial f}{\partial a_i} \approx \frac{-\frac{1}{n} \left(1 + f\alpha - \frac{(p_G)_n}{p_p} \right)^{\left(\frac{1}{n}-1\right)} f \sum_{i=1}^n (1-f)^i}{1 + \frac{1}{n} \left(1 + f\alpha - \frac{(p_G)_n}{p_p} \right)^{\left(\frac{1}{n}-1\right)} \alpha} \quad (5,44)$$

$$c_4 \approx \frac{\partial f}{\partial g} = f \quad (5,45)$$

$$c_5 = \frac{\partial f}{\partial \delta\alpha} = 1 \quad (5,46)$$

5.4. El SEE como sistema de generación y patrón.

El método de utilización del SEE como patrón ya se ha explicado en el apartado 5.1, de manera que solo vamos a tratar el método de cálculo de la presión y su incertidumbre para una sola expansión. Para expansiones múltiples habrá que aplicar este método tantas veces como expansiones se realicen.

La ecuación (5,1) es una simplificación de la ecuación de calculo en al que no se han tenido en cuenta las correcciones nulas. De forma completa (5,47):

$$p_{G,f} = p_{p,0} (f + \delta f) \frac{(T_{G,f} + \delta T_{G,f})}{(T_{p,0} + \delta T_{p,0})} g_1 + p_{G,0} (1 - f + \delta f) \frac{(T_{G,f} + \delta T_{G,f})}{(T_{G,0} + \delta T_{G,0})} g_2 + \delta o \quad (5,47)$$

5.4.1. Incertidumbre de uso de SEE.

Aplicando la ley de propagación de la incertidumbre a (5,47) se obtienen las diferentes contribuciones a la incertidumbre de las magnitudes de entrada sobre la presión. La Tabla (5, 7) muestra de manera abreviada el cálculo de incertidumbres.

Tabla (5, 7). Balance de incertidumbres sobre la presión generada en el SEE.

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Presión inicial volumen pequeño	$p_{p,0}$	$u(p_{p,0})$	Normal	c_0	$c_0 u(p_{p,0})$
Razón de expansión	f	$u(f)$	Normal	c_1	$c_1 u(f)$
Correcciones nulas razón de expansión	δf	$u(\delta f)$	Rectangular	c_1	$c_1 u(\delta f)$
Temperatura inicial volumen pequeño	$T_{p,0}$	$u(T_{p,0})$	Rectangular	c_2	$c_2 u(T_{p,0})$
Correcciones nulas por temperatura volumen pequeño	$\delta T_{p,0}$	$u(\delta T_{p,0})$	Rectangular	c_2	$c_2 u(\delta T_{p,0})$
Temperatura final volumen grande	$T_{G,f}$	$u(T_{G,f})$	Rectangular	c_3	$c_3 u(T_{G,f})$

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre Típica $u(x_i)$	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Correcciones nulas por temperatura final volumen grande	$\delta T_{G,f}$	$u(\delta T_{G,f})$	Rectangular	c_3	$c_3 u(\delta T_{G,f})$
Presión inicial volumen grande	$p_{G,0}$	$u(p_{G,0})$	Normal	c_4	$c_4 u(p_{G,0})$
Temperatura inicial volumen grande	$T_{G,0}$	$u(T_{G,0})$	Rectangular	c_5	$c_5 u(T_{G,0})$
Correcciones nulas por temperatura inicial volumen grande	$\delta T_{G,0}$	$u(\delta T_{G,0})$	Rectangular	c_5	$c_5 u(\delta T_{G,0})$
Corrección por no idealidad del fluido g_1	g_1	$u(g_1)$	Rectangular	c_6	$c_6 u(g_1)$
Corrección por no idealidad del fluido g_2	g_2	$u(g_2)$	Rectangular	c_7	$c_7 u(g_2)$
Corrección por desgasificación del sistema	δo	$u(\delta o)$	Rectangular	c_8	$c_8 u(\delta o)$

5.4.1.1. Coeficientes de sensibilidad.

De las derivadas parciales de (5,47) respecto a cada una de las magnitudes de entrada se obtienen los diferentes coeficientes de sensibilidad:

$$c_0 = \frac{\partial p_{G,f}}{\partial p_{p,0}} = f \frac{T_{G,f}}{T_{p,0}} g_1 \quad (5,48)$$

$$c_1 = \frac{\partial p_{G,f}}{\partial f} = p_{p,0} \frac{T_{G,f}}{T_{p,0}} g_1 - p_{G,0} \frac{T_{G,f}}{T_{G,0}} g_2 \quad (5,49)$$

$$c_2 = \frac{\partial p_{G,f}}{\partial T_{p,0}} = -\frac{p_{p,0} f T_{G,f}}{T_{p,0}^2} g_1 \quad (5,50)$$

$$c_3 = \frac{\partial p_{G,f}}{\partial T_{G,f}} = \frac{p_{p,0} f}{T_{p,0}} g_1 + \frac{p_{G,0} (1-f)}{T_{G,0}} g_2 \quad (5,51)$$

$$c_4 = \frac{\partial p_{G,f}}{\partial p_{G,0}} = -\frac{(1-f) T_{G,f}}{T_{G,0}} g_2 \quad (5,52)$$

$$c_5 = \frac{\partial p_{G,f}}{\partial T_{G,0}} = -\frac{p_{G,0} (1-f) T_{G,f}}{T_{G,0}^2} g_2 \quad (5,53)$$

$$c_6 = \frac{\partial p_{G,f}}{\partial g_1} = p_{p,0} f \frac{T_{G,f}}{T_{p,0}} \quad (5,54)$$

$$c_7 = \frac{\partial p_{G,f}}{\partial g_2} = p_{G,0} (1-f) \frac{T_{G,f}}{T_{G,0}} \quad (5,55)$$

$$c_8 = \frac{\partial p_{G,f}}{\partial o} = 1 \quad (5,56)$$

5.4.1.2. Magnitudes de entrada.

En este caso excepto la contribución por deriva de las razones de expansión, el resto han sido tratadas previamente. La contribución por deriva de la razón de expansión se trata como una distribución rectangular y hasta que no se disponga de un histórico de calibraciones se estima un intervalo de variación del mismo orden de magnitud que la propia incertidumbre de la relación de expansión, asignándole un valor de $\pm 0,00075 \times f$.

5.5. Resultados.

Finalmente de las doce posibles rutas de expansión solo se han utilizado seis, las que van desde un volumen pequeño más el volumen central a un volumen grande. Esto es debido a que la utilización de estas rutas permite conectar un medidor al volumen central (CDG o SRG) que nos permite chequear la estabilidad de la presión antes de la realización de una expansión. Además la caracterización con distintas configuraciones de medidores permitirá evaluar la posibilidad de utilizar relaciones de expansión corregidas a partir de determinaciones dimensionales sencillas y especificaciones de los fabricantes de la variación de volumen que aportan los equipos a calibrar, mediante cálculos sencillos.

5.5.1. Calibración del SEE mediante el método de expansión única.

Mediante este método se han realizado calibraciones en dos configuraciones diferentes. Una de ellas es la mostrada en la Figura (5, 14), la otra, Figura (5, 16). La segunda difiere de la primera en que se ha conectado un CDG de 10 Torr de fondo de escala al volumen central. La caracterización del sistema en dos configuraciones diferentes sirve para comparar las relaciones de expansión obtenidas experimentalmente con las que se obtienen mediante cálculo cuando se conectan diferentes instrumentos a calibrar.

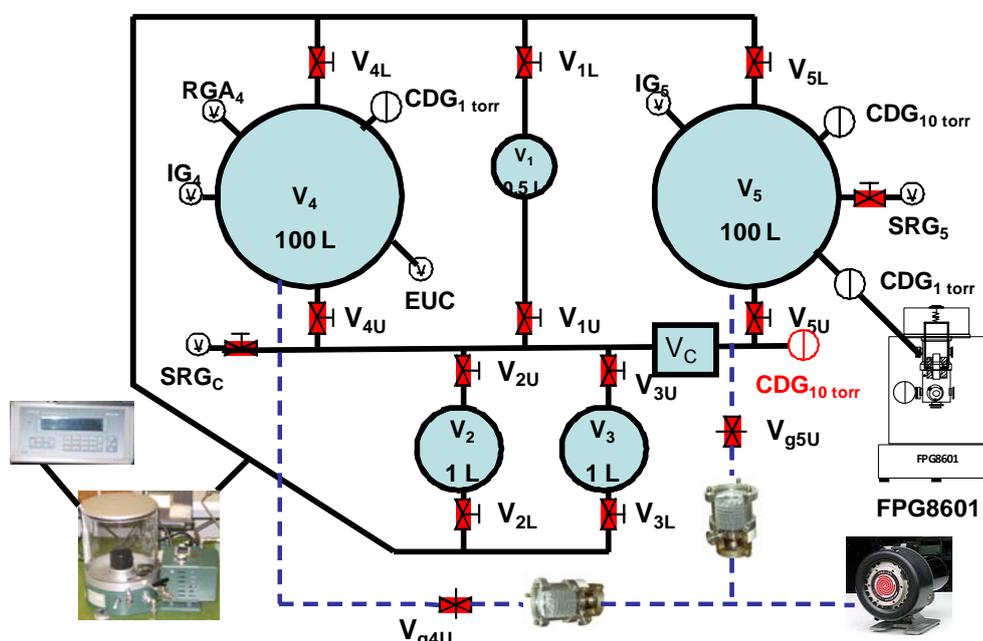


Figura (5, 16). Esquema de calibración del SEE del CEM con CDG en volumen central.

En la configuración de la Figura (5, 14) se han caracterizado tres rutas de expansión y en la configuración de la Figura (5, 16) seis rutas. Los resultados se muestran en la Tabla (5, 8) y en la Tabla (5, 9), respectivamente.

Tabla (5, 8). Razones de expansión obtenidas por expansión única sin CDG en volumen central.

Rutas de expansión		Razón de expansión		
Volumen inicial DE	Volumen final A	f	U(f) k = 2	W(f) k = 2
v1	v1+vc+v4	0,005 425 6	0,000 007 6	0,001 4
v1+vc	v1+vc+v4	0,007 796	0,000 011	0,001 4
v2+vc	v2+vc+v4	0,013 072	0,000 018	0,001 4

Tabla (5, 9). Razones de expansión obtenidas por expansión única con CDG en volumen central.

Rutas de expansión		Razón de expansión		
Volumen inicial DE	Volumen final A	f	U(f) k = 2	W(f) k = 2
v1+vc	v1+vc+v5	0,007 818 0	0,000 011 0	0,001 4
v1+vc	v1+vc+v4	0,007 829 4	0,000 011 0	0,001 5
v2+vc	v2+vc+v5	0,013 089	0,000 018	0,001 4
v2+vc	v2+vc+v4	0,013 102	0,000 019	0,001 5
v3+vc	v3+vc+v5	0,013 229	0,000 017	0,001 3
v3+vc	v3+vc+v4	0,013 247	0,000 018	0,001 3

5.5.1.1. Incertidumbres.

A continuación se muestran los valores numéricos de la aplicación de los procedimientos de cálculo de incertidumbre desarrollados anteriormente.

5.5.1.1.1. Propagación.

El modelo matemático utilizado viene definido por la ecuación (5,5). La Tabla (5, 10) muestra de manera esquemática el balance de incertidumbre de la determinación de la razón de expansión de v1+vc a v1+vc+v4.

Tabla (5, 10). Balance de incertidumbres en la determinación de la razón de expansión de v1+vc a v1+vc+v4.

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Presión inicial volumen pequeño	112018,5	1,6	Pa	Normal	-6,99E-08	-1,10E-07
Resolución presión inicial	0	0,029	Pa	Rectangular	-6,9895E-08	-2,02E-09
Presión final volumen grande	878,570	0,054	Pa	Normal	8,91E-06	4,78E-07
Resolución presión final	0	0,002 9	Pa	Rectangular	8,91E-06	2,57E-08

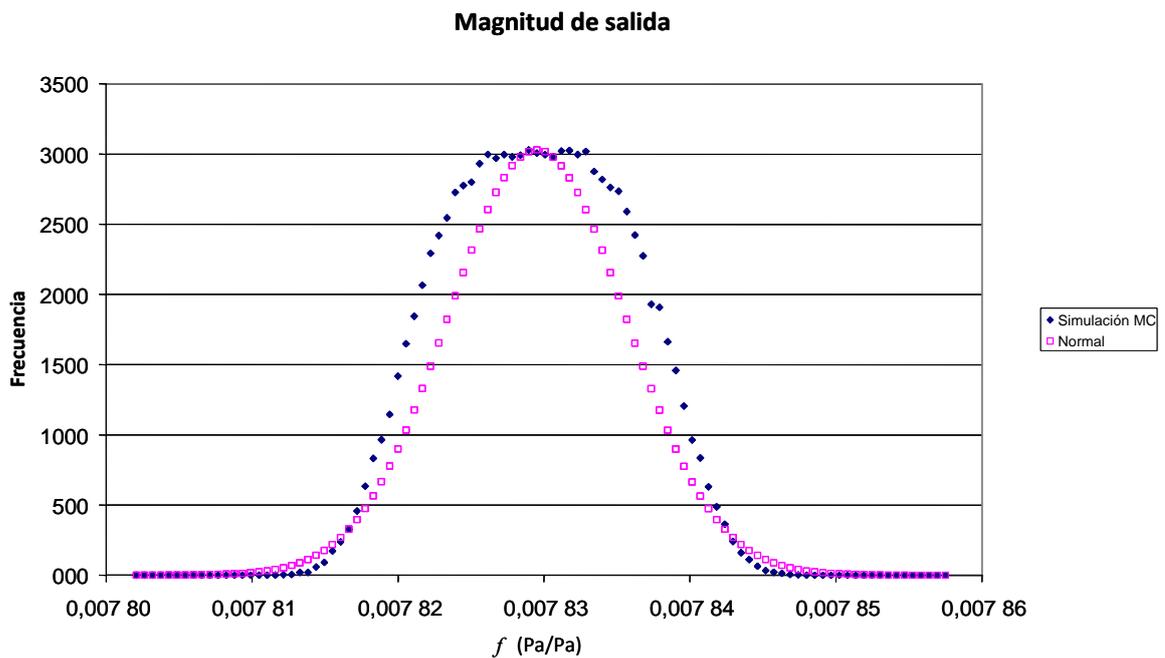
Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre típica $u(x_i)$	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Temperatura inicial volumen pequeño	294,200	0,029	K	Rectangular	2,66E-05	7,68E-07
Uniformidad térmica volumen pequeño	0	0,029	K	Rectangular	2,66E-05	7,68E-07
Temperatura final volumen grande	294,71	0,029	K	Rectangular	-2,66E-05	-7,67E-07
Uniformidad térmica volumen grande	0	0,20	K	Rectangular	-2,66E-05	-5,37E-06
Corrección por no idealidad del fluido	1	6,9E-06	Pa/Pa	Rectangular	7,83E-03	5,42E-08
Corrección por desgasificación del sistema	0	5,56E-11	Pa/Pa	Rectangular	1	5,56E-11
Repetibilidad	0	3,76E-07	Pa/Pa	Normal	1	3,76E-07
f	0,007 830 Pa/Pa			$u(f)$	0,000 005 6 Pa/Pa	
				ν_{eff}	115	
				k	2,02	
				$U(f)$	0,000 011 Pa/Pa	
				$W(f)$	0,001 4	

5.5.1.1.2. Monte Carlo.

De la misma forma que en los capítulos anteriores, aplicando el método de Monte Carlo se calcula la función de la razón de expansión para una muestra de 100 000 valores y se comprueba mediante el test Chi-cuadrado la normalidad de dicha función.

El cálculo se lleva a cabo para la ruta de expansión $v1+vc$ a $v1+vc+v4$, considerando como valores de entrada los que figuran en la Tabla (5, 10).

Al realizar la prueba χ^2 se obtiene que la función no es normal, quedando caracterizada en el intervalo $[0,007\ 818, 0,007\ 840]$ con un valor central de 0,007 829, para el intervalo de confianza del 95,45%. Los resultados numéricos, son coincidentes con los obtenidos mediante el método de propagación de incertidumbres. En la Gráfica (5, 5) se aprecia claramente la falta de normalidad de la función y su semejanza con una distribución trapezoidal.



Gráfica (5, 5). FPD de la razón de expansión de $v1+vc$ a $v1+vc+v4$, por el método de expansión única.

5.5.2. Calibración del SEE mediante el método de acumulación de gas.

Mediante este método se han caracterizado las doce rutas de expansión definidas en la Tabla (5, 1) en la configuración de la Figura (5, 14) los resultados se muestran en la Tabla (5, 11).

Tabla (5, 11). Razones de expansión obtenidas por acumulación sin CDG en volumen central.

Rutas de expansión		Razón de expansión		
Volumen inicial DE	Volumen final A	f	U(f) Monte Carlo k = 2	W(f) Monte Carlo k = 2
v1	v1+vc+v5	0,005 347 6	0,000 007 0	0,001 3
v1	v1+vc+v4	0,005 420 3	0,000 007 0	0,001 3
v1+vc	v1+vc+v5	0,007 791 3	0,000 010	0,001 3
v1+vc	v1+vc+v4	0,007 803 0	0,000 010	0,001 3
v2	v2+vc+v5	0,010 707 0	0,000 014	0,001 3
v2	v2+vc+v4	0,010 719 5	0,000 014	0,001 3
v2+vc	v2+vc+v5	0,013 089 1	0,000 017	0,001 3
v2+vc	v2+vc+v4	0,013 085 0	0,000 017	0,001 3
v3	v3+vc+v5	0,010 845 1	0,000 014	0,001 3
v3	v3+vc+v4	0,010 850 4	0,000 014	0,001 3
v3+vc	v3+vc+v5	0,013 212 7	0,000 017	0,001 3
v3+vc	v3+vc+v4	0,013 203 0	0,000 017	0,001 3

5.5.2.1. Incertidumbres.

En este caso, se calcula la incertidumbre de medida mediante el método de propagación de incertidumbres [5, 16] para los dos modelos expuestos, $f_i \neq f$ y $f_i = f$ y por el método de Monte Carlo [5, 17].

5.5.2.1.1. Método de ($f_i \neq f$).

El modelo matemático utilizado viene definido por las ecuaciones (5,21), (5,33) y (5,29). La Tabla (5, 12), la Tabla (5, 13) y la Tabla (5, 14) muestra de manera esquemática el balance de incertidumbre de la determinación de la razón de expansión de v1+vc a v1+vc+v4.

Tabla (5, 12). Balance de incertidumbres sobre la razón de expansión de $v1+vc$ a $v1+vc+v4$ del SEE a temperatura constante.

Magnitud X_i	Estimación x_i	Incertidumbre típica $u(x_i)$	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad c_i	Contribución a la incertidumbre $u_i(y)$
Presión inicial volumen pequeño	10032,50	0,60	Pa	Normal	-8,58E-07	-5,15E-07
Resolución presión inicial	0	0,029	Pa	Rectangular	-8,58E-07	-2,49E-08
Presión final volumen grande	1787,52	0,11	Pa	Normal	4,81E-06	5,29E-07
Resolución presión final	0	0,002 9	Pa	Rectangular	4,81E-06	1,39E-08
Corrección por variación de temperatura	0	1,54E-05	Pa/Pa	Rectangular	1	1,54E-05
Corrección por no idealidad del fluido	1	6,93E-06	Pa/Pa	Rectangular	7,82E-03	5,42E-08
Corrección por desgasificación del sistema	0	6,82E-10	Pa/Pa	Rectangular	1	6,82E-10
f_i	0,007 818 3 Pa/Pa			$u(f_i)$	0,000 015 Pa/Pa	

Tabla (5, 13). Balance de incertidumbres sobre la corrección por temperatura en la determinación de la razón de expansión de $v1+vc$ a $v1+vc+v4$.

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Incremento de temperatura a_0	0,000 3	0,001 3	Pa/Pa	Rectangular	7,82E-03	1,02E-05
Incremento de temperatura a_1	$\sum_{i=1}^n \frac{\Delta T_n}{(T_0)_{n-i}}$ ¹³	$u(a_1)$	Pa/Pa	Rectangular	c_{12}	9,74E-06
Razón de expansión a T ^a cte	0,007 818 3	1,50E-05	Pa/Pa	Rectangular	5,47E-03	8,21E-08
γ	0,000 223 Pa/Pa			$u(\gamma)$	0,000 014 Pa/Pa	

Tabla (5, 14). Balance de incertidumbres en la determinación de la razón de expansión de $v1+vc$ a $v1+vc+v4$.

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Presión inicial volumen pequeño	10040,08	0,60	Pa	Normal	-8,62E-07	-5,17E-07
Resolución presión inicial	0	0,029	Pa	Rectangular	-8,62E-07	-2,50E-08
Presión final volumen grande	1797,52	0,11	Pa	Normal	4,81E-06	5,29E-07
Resolución presión final	0	0,002 9	Pa	Rectangular	4,81E-06	1,39E-08

¹³ Su valor, su incertidumbre típica y su coeficiente de sensibilidad se obtienen de un sumatorio de 25 términos.

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Corrección por temperatura	0,000 223	0,000 014	Pa/Pa	Rectangular	-4,83E-02	-6,76E-07
Corrección por no idealidad del fluido	1	6,93E-06	Pa/Pa	Rectangular	7,81E-03	5,41E-08
Corrección por desgasificación del sistema	0	2,71E-11	Pa/Pa	Rectangular	1	2,71E-11
f	0,007 807 6 Pa/Pa			$u(f)$	0,000 001 0 Pa/Pa	
				v_{eff}	279	
				k	2,01	
				$U(f)$	0,000 002 0 Pa/Pa	
				$W(f)$	0,000 26	

5.5.2.1.2. Método de ($f_i = f$).

El modelo matemático utilizado viene definido por la ecuación (5,40). La Tabla (5, 15) muestra de manera esquemática el balance de incertidumbre de la determinación de la razón de expansión de $v1+vc$ a $v1+vc+v4$.

Tabla (5, 15). Balance de incertidumbres en la determinación de la razón de expansión de $v1+vc$ a $v1+vc+v4$.

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Presión inicial volumen pequeño	10040,08	0,600	Pa	Normal	-7,15E-07	-4,29E-07

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Resolución presión inicial	0	0,029	Pa	Rectangular	-7,15E-07	-2,07E-08
Presión final volumen grande	1787,52	0,11	Pa	Normal	4,01E-06	4,41E-07
Resolución presión final	0	0,002 9	Pa	Rectangular	4,01E-06	1,16E-08
Corrección por temperatura a_0	0,000 3	1,25E-03	Pa/Pa	Rectangular	-3,14E-04	-3,93E-07
Corrección por temperatura a_i	$\sum_{i=1}^n \frac{\Delta T_n}{(T_0)_{n-i}}$ ¹⁴	$u(a_i)$	Pa/Pa	Rectangular	c_3	-6,58E-07
Corrección por no idealidad del fluido	1	6,93E-06	Pa/Pa	Rectangular	7,81E-03	5,41E-08
Corrección por desgasificación del sistema	0	6,81E-10	Pa/Pa	Rectangular	1	6,81E-10
f	0,007 807 6 Pa/Pa			$u(f)$	0,000 001 0 Pa/Pa	
				v_{eff}	356	
				k	2,01	
				$U(f)$	0,000 002 0 Pa/Pa	
				$W(f)$	0,000 26	

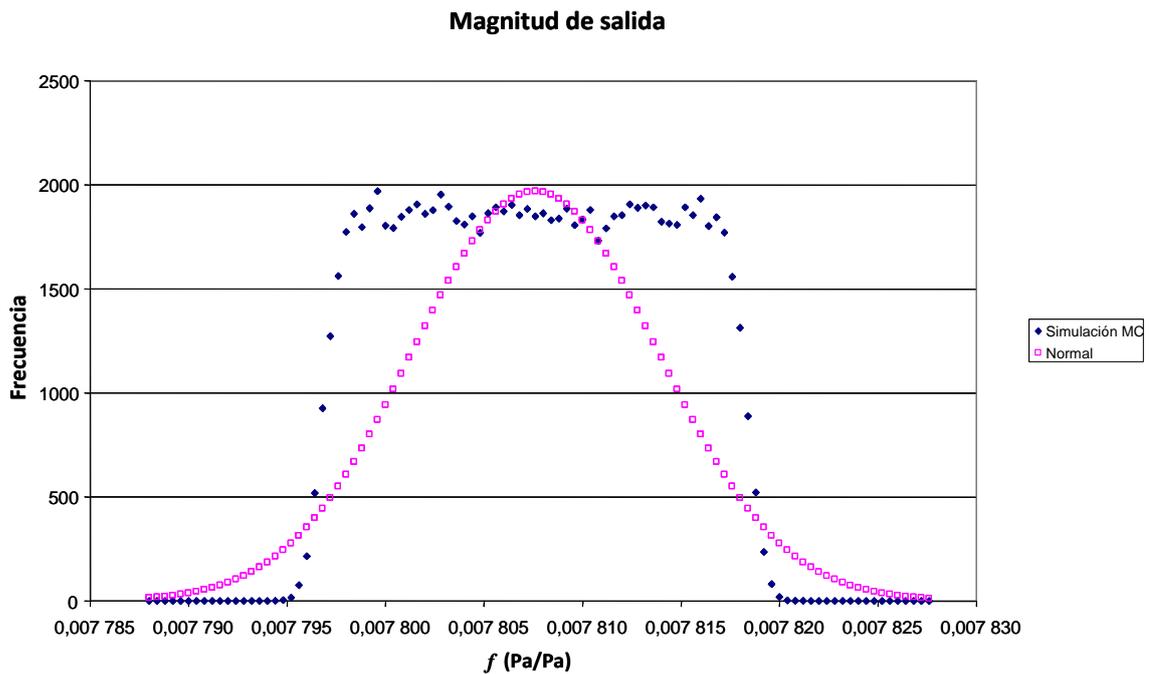
¹⁴ Su valor, su incertidumbre típica y su coeficiente de sensibilidad se obtienen de un sumatorio de 25 términos.

5.5.2.1.3. Monte Carlo.

Una vez más aplicando el método de Monte Carlo se calcula la función de la razón de expansión para una muestra de 100 000 valores y se comprueba mediante el test Chi-cuadrado la normalidad de dicha función.

El cálculo se lleva a cabo para la ruta de expansión $v1+vc$ a $v1+vc+v4$, considerando como modelo matemático la ecuación (5,40) y como valores de entrada los que figuran en la Tabla (5, 15).

Al realizar la prueba χ^2 se obtiene que la función no es normal, quedando caracterizada en el intervalo [0,007 798, 0,007 818] con un valor central de 0,007 808, para el intervalo de confianza del 95,45%. El valor central coincide con el calculado, pero los resultados numéricos, en cuanto a incertidumbre, como cabía esperar ante la falta de linealidad de la ecuación modelo, no son coincidentes con los obtenidos mediante el método de propagación de incertidumbres. En la Gráfica (5, 6) se aprecia claramente que la función de distribución responde a una rectangular. Esto es debido a que la contribución predominante a la incertidumbre, la falta de uniformidad térmica en el volumen cuatro, responde también a una distribución rectangular.



Gráfica (5, 6). FPD de la razón de expansión de $v1+vc$ a $v1+vc+v4$, por el método de acumulación.

5.5.2.1.4. Evaluación de incertidumbres.

De los resultados de los cálculos de incertidumbre por los diferentes métodos se puede observar que: mientras en el método de expansión única los resultados son concientes al aplicar la ley de propagación de incertidumbres con una incertidumbre expandida del orden de $0,001\ 4 \times f$, en el método de acumulación se obtienen diferentes resultados según se aplique propagación, con incertidumbres expandidas del orden de $0,000\ 26 \times f$ o Monte Carlo con una incertidumbre expandida del orden de $0,001\ 3 \times f$.

Además los valores de incertidumbre obtenidos para expansión única y acumulación por el método de Monte Carlo, son prácticamente coincidentes. Por lo que podemos asegurar que estamos ante un típico ejemplo donde la aplicación de la ley de propagación de incertidumbre truncada al primer orden no es valida.

5.6. Validación.

La validación de los resultados se hace a dos niveles. El primero, validando el método comparando las razones de expansión obtenidas mediante expansión única y acumulación. En

segundo lugar mediante la comparación de los resultados obtenidos en la calibración de medidores capacitivos (CDG's) calibrados con el SEE, mediante diferentes rutas de expansión y con la balanza DHI FPG8601.

Como criterio de comparación, al igual que para los conjuntos pistón cilindro, se utiliza el índice de compatibilidad.

5.6.1. Validación del método.

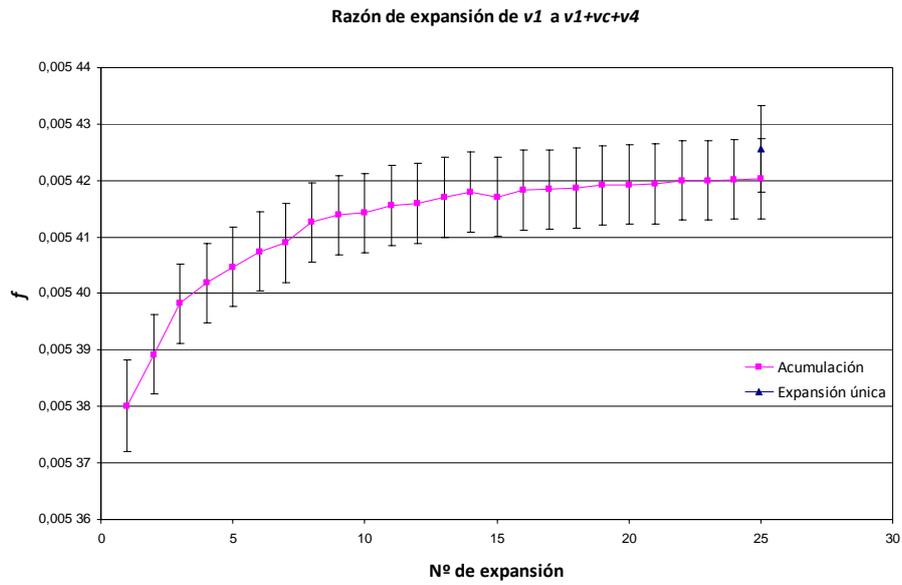
En este caso se comparan las rutas de expansión de $v1$ a $v1+vc+v4$, de $v1+vc$ a $v1+vc+v4$ y de $v2+vc$ a $v2+vc+v4$ que son las rutas que se han calibrado por ambos método en la misma configuración.

La Tabla (5, 16) muestra los resultados numéricos del índice de compatibilidad. Todos ellos presentan un valor menor que 1, lo cual indica que los valores son compatibles.

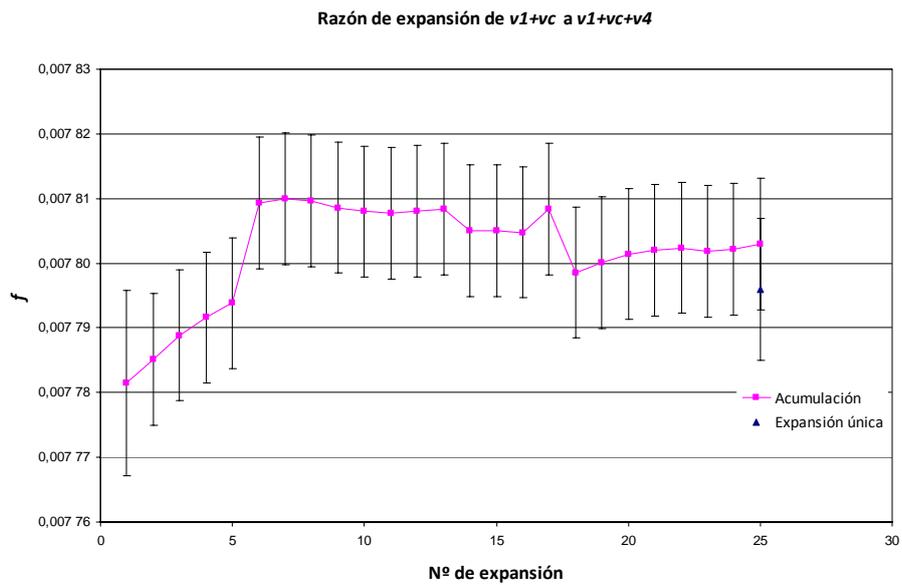
Tabla (5, 16). Comparación de las razones de expansión obtenidas por ambos métodos.

Rutas de expansión		Razón de expansión - Expansión unica		Razón de expansión - Acumulación - Monte Carlo		IC
Volumen inicial DE	Volumen final A	f	U(f) k = 2	f	U(f) k = 2	
v1	v1+vc+v4	0,005 425 6	0,000 007 6	0,005 420 3	0,000 007 0	0,51
v1+vc	v1+vc+v4	0,007 796	0,000 011	0,007 803 0	0,000 010 0	0,47
v2+vc	v2+vc+v4	0,013 072	0,000 018	0,013 085 0	0,000 017 0	0,53

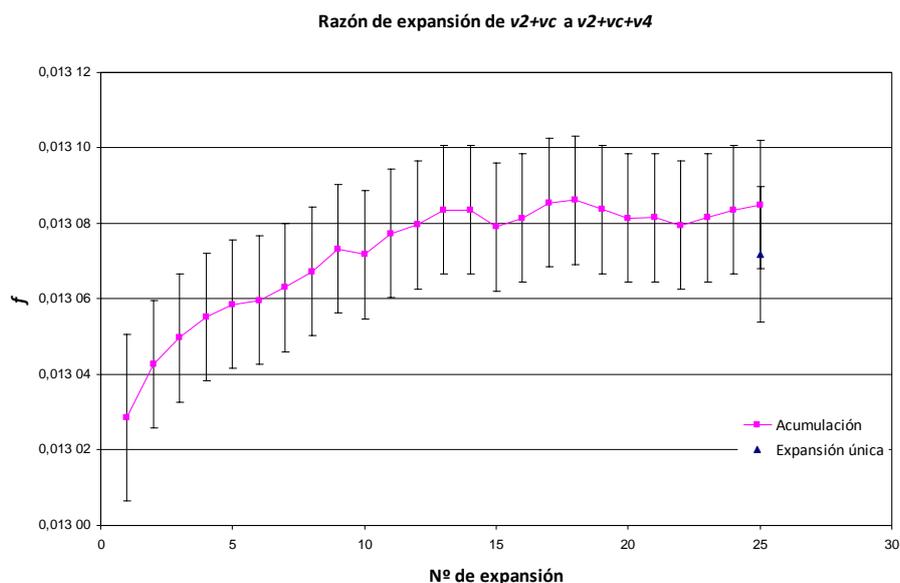
En la Gráfica (5, 7), Gráfica (5, 8) y Gráfica (5, 9) se puede apreciar la evolución de los resultados a lo largo de las expansiones al aplicar el método de acumulación y la diferencia entre los dos métodos.



Gráfica (5, 7). Razón de expansión de $v1$ a $v1+vc+v4$.



Gráfica (5, 8). Razón de expansión de $v1+vc$ a $v1+vc+v4$.



Gráfica (5, 9). Razón de expansión de v2+vc a v2+vc+v4.

5.6.2. Validación de resultados.

Para la validación de los resultados se utilizaron los medidores capacitivos conectados a los volúmenes 4 y 5, en concreto el de 100 Torr y el de 10 Torr de fondos de escala. Al mismo tiempo que se realizó la calibración por el método de expansión única se registraron las indicaciones de estos medidores. Una vez calculados los valores de las relaciones de expansión se calcularon las correcciones de los CDG's utilizando como patrones por un lado el SEE y por otro lado la balanza dinamométrica.

Como se puede apreciar en la Tabla (5, 17), los índices de compatibilidad son en todos los casos cercanos a cero, lo que indica una gran compatibilidad entre los dos métodos.

Tabla (5, 17). Comparación de resultados de calibración de CDG's.

Ruta	Presión Pa	Corrección	U	Corrección	U	C
		SEE Pa	SEE Pa	FPG8601 Pa	FPG8601 Pa	
v1+vc a v1+vc+v4	879,1	-0,6	1,9	-0,55	0,13	0,03
v2+vc a v2+vc+v4	1277,5	0,2	2,8	0,21	0,19	0,00
v3+vc a v3+vc+v4	1291,4	1,2	2,8	1,22	0,17	0,01
v1+vc a v1+vc+v5	879,0	-2,0	1,8	-2,04	0,13	0,02
v2+vc a v2+vc+v5	1278,2	-2,1	2,8	-2,13	0,17	0,01
v3+vc a v3+vc+v5	1292,0	-2,1	2,8	-2,22	0,23	0,04

5.6.3. Capacidad de medida y calibración.

Aplicando el modelo matemático definido en 5.4.1 se calcula la incertidumbre de uso para diferentes puntos de calibración del SEE y se comparan con las actuales capacidades de medida y calibración del CEM y con las de otros institutos nacionales de metrología¹⁵.

A modo de ejemplo la Tabla (5, 18), la Tabla (5, 19) y la Tabla (5, 20) desarrollan el cálculo de la capacidad de medida y calibración con el sistema de expansión estático para un valor de presión 0,1 Pa. Nótese que para alcanzar este valor son necesarias 3 expansiones.

Tabla (5, 18). Balance de incertidumbres en la determinación de la presión. 1ª Expansión de v_2+v_c a $v_2+v_c+v_5$.

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Presión inicial volumen pequeño	44561,51	0,82	Pa	Normal	1,31E-02	1,07E-02
Razón de expansión	0,013089	9,00E-06	Pa/Pa	Normal	4,46E+04	4,01E-01
Correcciones nulas razón de expansión	0	5,67E-06	Pa/Pa	Rectangular	4,46E+04	2,53E-01
Temperatura inicial volumen pequeño	293,15	0,010	°C	Rectangular	-1,99E+00	-1,99E-02
Correcciones nulas por temperatura volumen pequeño	0,000 0	0,031	°C	Rectangular	-1,99E+00	-6,17E-02
Temperatura final volumen grande	293,15	0,01	°C	Rectangular	1,99E+00	1,99E-02
Correcciones nulas por temperatura final volumen grande	0	0,35	°C	Rectangular	1,99E+00	6,97E-01
Presión inicial volumen grande	1,00E-06	1,15E-07	Pa	Normal	-9,87E-01	-1,13E-07
Temperatura inicial volumen grande	293,15	1,00E-02	°C	Rectangular	-3,37E-09	-3,37E-11

¹⁵ Las capacidades de medida y calibración han sido tomadas de la base de datos del BIPM con fecha 14/10/2010.

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Correcciones nulas por temperatura inicial volumen grande	0	0,35	°C	Rectangular	-3,37E-09	-1,18E-09
Corrección por no idealidad del fluido g_1	1	6,93E-06	Pa/Pa	Rectangular	5,83E+02	4,04E-03
Corrección por no idealidad del fluido g_2	1	6,93E-06	Pa/Pa	Rectangular	9,87E-07	6,84E-12
Corrección por desgasificación del sistema	0	6,24E-06	Pa	Rectangular	1	6,24E-06
$p_{G,f}$	583,3 Pa			$u(p_{G,f})$	0,85 Pa	
				v_{eff}	193	
				k	2,01	
				$U((p_{G,f}))$	1,7 Pa	
				$W((p_{G,f}))$	0,002 9 Pa	

Tabla (5, 19). Balance de incertidumbres en la determinación de la presión. 2ª Expansión de v_2+vc+v_5 .

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coefficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Presión inicial volumen pequeño	583,266	0,846	Pa	Normal	1,31E-02	1,11E-02
Razón de expansión	0,013089	9,00E-06	Pa/Pa	Normal	5,83E+02	5,25E-03
Correcciones nulas razón de expansión	0	5,67E-06	Pa/Pa	Rectangular	5,83E+02	3,30E-03
Temperatura inicial volumen pequeño	293,15	0,010	°C	Rectangular	-2,60E-02	-2,60E-04

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Correcciones nulas por temperatura volumen pequeño	0,000 0	0,031	°C	Rectangular	-2,60E-02	-8,06E-04
Temperatura final volumen grande	293,15	0,01	°C	Rectangular	2,60E-02	2,60E-04
Correcciones nulas por temperatura final volumen grande	0	0,35	°C	Rectangular	2,60E-02	9,10E-03
Presión inicial volumen grande	1,00E-06	1,15E-07	Pa	Normal	-9,87E-01	-1,13E-07
Temperatura inicial volumen grande	293,15	1,00E-02	°C	Rectangular	-3,37E-09	-3,37E-11
Correcciones nulas por temperatura inicial volumen grande	0	0,35	°C	Rectangular	-3,37E-09	-1,18E-09
Corrección por no idealidad del fluido g_1	1	6,93E-06	Pa/Pa	Rectangular	7,63E+00	5,29E-05
Corrección por no idealidad del fluido g_2	1	6,93E-06	Pa/Pa	Rectangular	9,87E-07	6,84E-12
Corrección por desgasificación del sistema	0	6,24E-06	Pa	Rectangular	1	6,24E-06
$p_{G,f}$	7,634 Pa			$u(p_{G,f})$	0,015 Pa	
				v_{eff}	262	
				k	2,01	
				$U((p_{G,f}))$	0,031 Pa	
				$W((p_{G,f}))$	0,004 1	

Tabla (5, 20). Balance de incertidumbres en la determinación de la presión. 3ª Expansión de v_2+v_3 a $v_2+v_3+v_4$.

Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
Presión inicial volumen pequeño	7,634	0,016	Pa	Normal	1,31E-02	2,10E-04
Razón de expansión	0,013102	9,50E-06	Pa/Pa	Normal	7,63E+00	7,25E-05
Correcciones nulas razón de expansión	0	5,67E-06	Pa/Pa	Rectangular	7,63E+00	4,33E-05
Temperatura inicial volumen pequeño	293,15	0,010	°C	Rectangular	-3,41E-04	-3,41E-06
Correcciones nulas por temperatura volumen pequeño	0,000 0	0,031	°C	Rectangular	-3,41E-04	-1,06E-05
Temperatura final volumen grande	293,15	0,01	°C	Rectangular	3,41E-04	3,41E-06
Correcciones nulas por temperatura final volumen grande	0	0,35	°C	Rectangular	3,41E-04	1,19E-04
Presión inicial volumen grande	1,00E-06	1,15E-07	Pa	Normal	-9,87E-01	-1,13E-07
Temperatura inicial volumen grande	293,15	1,00E-02	°C	Rectangular	-3,37E-09	-3,37E-11
Correcciones nulas por temperatura inicial volumen grande	0	0,35	°C	Rectangular	-3,37E-09	-1,18E-09
Corrección por no idealidad del fluido g_1	1	6,93E-06	Pa/Pa	Rectangular	1,00E-01	6,93E-07
Corrección por no idealidad del fluido g_2	1	6,93E-06	Pa/Pa	Rectangular	9,87E-07	6,84E-12
Corrección por desgasificación del sistema	0	6,24E-06	Pa	Rectangular	1	6,24E-06

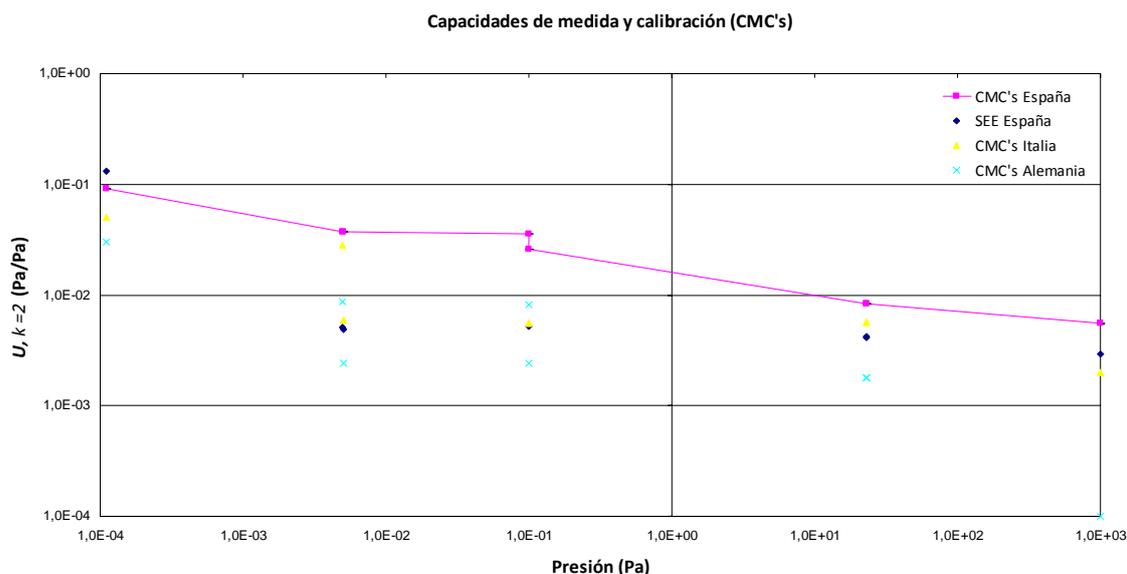
Magnitud	Estimación	Incertidumbre típica	Unidad	Distribución de probabilidad	Coficiente de sensibilidad	Contribución a la incertidumbre
X_i	x_i	$u(x_i)$			c_i	$u_i(y)$
$p_{G,f}$	0,100 02 Pa			$u(p_{G,f})$	0,000 26 Pa	
				ν_{eff}	198	
				k	2,01	
				$U((p_{G,f}))$	0,000 52 Pa	
				$W((p_{G,f}))$	0,005 1	

La Tabla (5, 21) muestra las capacidades de medida y calibración calculadas con el SEE y las publicadas en la base de datos del BIPM para España, Italia y Alemania.

Tabla (5, 21). Comparación de Capacidades de Medida y calibración.

Presión	U(SEE) $k = 2$ SEE Pa	U(CMC's) $k = 2$ España Pa	U(CMC's) $k = 2$ Italia Pa	U(CMC's) $k = 2$ Alemania Pa
0,000 110	0,000 014	0,000 01	0,000 006	0,000 003
0,004 930	0,000 025	0,000 18	0,000 14	0,000 043
0,005 070	0,000 025	0,000 19	0,000 03	0,000 012
0,099 69	0,000 52	0,003 6	0,000 56	0,000 81
0,100 02	0,000 52	0,002 6	0,000 56	0,000 24
22,982	0,095	0,19	0,13	0,041
23,007	0,096	0,19	0,13	0,041
999,777	2,9	5,5	2,0	0,075

En Gráfica (5, 10) se observa una mejora generalizada de las capacidades de medida con el SEE frente a las publicadas por el BIPM, excepto para el punto de 0,000 1 Pa donde era de esperar ya que no es con el sistema de expansión estático con el que se consiguen las incertidumbres optimas en este valor, sino con el sistema de expansión dinámico. También muestra la comparación de las incertidumbres obtenidas con respecto a otros laboratorios nacionales (PTB, INRIM). Como puede apreciarse las incertidumbres son del mismo orden de magnitud, excepto para el valor de 1000 Pa con respecto al PTB (Alemania). Probablemente la justificación del este valor por parte del PTB se haya realizado con una balanza de presión electrónica y no con un SEE.



Gráfica (5, 10). Capacidades de medida y calibración.¹⁶

5.7. Conclusiones

Se ha conseguido diseminar la unidad de presión desde la columna de mercurio al sistema de expansión estática, a través de las balanzas de presión.

Dentro de las denominadas técnicas o métodos de expansión para el cálculo de la razón de expansión en los sistemas de expansión estática, la variante propuesta en esta tesis, tanto para el método de expansión única como para el método de acumulación consigue dar trazabilidad directa al SEE desde los conjuntos pistón cilindro.

Los resultados obtenidos por el método de expansión única y por el método de acumulación de gas son compatibles, para un intervalo de confianza del 95,45%. Así mismo, la comparación de los valores obtenidos en la calibración de medidores capacitivos mediante el SEE y mediante la balanza dinamométrica también muestra compatibilidad.

¹⁶ Los valores de incertidumbre asignados al SEE, CMC's de INRIM (Italia) y PTB (Alemania) se corresponde exclusivamente con los valores analizados y no pueden ser interpoladas.

Los resultados obtenidos mejoran las capacidades de medida y calibración del laboratorio de presión del CEM publicadas en la base de datos del BIPM¹⁷. Además estas son del mismo orden que las obtenidas por otros laboratorios nacionales.

Para nuestras razones de expansión no es necesario utilizar un método iterativo cuando se utiliza el método de acumulación ya que para las incertidumbres alcanzadas la aproximación propuesta por Jousten [5, 6] y Redgrave [5, 13] arroja valores idénticos.

El cálculo de incertidumbre por el método de acumulación debe realizarse mediante Monte Carlo, ya que el uso del método de propagación con el desarrollo de Taylor truncado al primer orden da como resultado valores erróneos. Esto es debido a que el modelo matemático no es lineal, tal como indican la Guía de expresión de la incertidumbre de medida (GUM) [5, 16] y el método de Monte Carlo [5, 17].

La magnitud de entrada que más incertidumbre aporta a la incertidumbre final es la falta de uniformidad en los volúmenes grandes, por lo que si se quiere disminuir la incertidumbre se debería mejorar este parámetro.

5.8. Símbolos

a_i	Coeficiente de temperatura entre expansiones.
B :	Segundo coeficiente del virial.
C :	Tercer coeficiente del virial.
c_i	Coeficientes de sensibilidad.
DCR_0	Tasa de desaceleración residual.
$DCR_{G,f}$	Tasa de desaceleración final en el volumen grande.
$DCR_{p,0}$	Tasa de desaceleración inicial en el volumen pequeño.

¹⁷ Las capacidades de medida y calibración (CMC's) de los institutos nacionales de metrología están disponibles a través de la base de datos del BIPM, que es publica a través de su página web: <http://kcdb.bipm.org/appendixC/>

f	Razón de expansión.
f_i	Razón de expansión a temperatura constante.
g	No idealidad del gas.
g_i	No idealidad del gas.
IC	Índice de compatibilidad.
k	Factor de cobertura.
n	Número de medidas/ número de expansiones.
o	Desgasificación del sistema.
p	Presión.
p_G	Presión en el volumen grande.
p_p	Presión en el volumen pequeño.
$p_{G,f}$	Presión final en el volumen grande.
$p_{p,0}$	Presión inicial en el volumen pequeño.
R	Constante de los gases (8,314 472 15 J mol ⁻¹ K ⁻¹).
T	Temperatura en kelvin.
T_0	Temperatura inicial.
$T_{G,0}$	Temperatura inicial en el volumen grande.
$T_{G,f}$	Temperatura final en el volumen grande.
$T_{p,0}$	Temperatura inicial en el volumen pequeño.
t	Tiempo.

$u(x_i)$	Incertidumbre típica de la magnitud de entrada.
$u(y)$	Incertidumbre típica combinada.
$U(y)$	Incertidumbre expandida.
$u_i(y)$	Contribuciones a la incertidumbre típica combinada.
v	Volumen.
v_G	Volumen grande.
v_p	Volumen pequeño.
$W(y)$	Incertidumbre relativa expandida.
X_i	Magnitud de entrada.
x_i	Estimación de la magnitud de entrada.
Z	Factor de compresibilidad.
α	Corrección por temperatura.
δf	Corrección por deriva de la razón de expansión.
δg	Corrección por no idealidad del fluido.
δo	Corrección por desgasificación del sistema.
δp_{G_r}	Corrección por resolución de la presión en el volumen grande.
δp_{p_r}	Corrección por resolución de la presión en el volumen pequeño.
δr	Corrección por repetibilidad.
δT	Corrección por variación de la temperatura.
ΔT	Incremento de temperatura.

$\delta T_{G,f}$	Corrección por falta de uniformidad térmica en el volumen grande.
$\delta T_{p,0}$	Corrección por falta de uniformidad térmica en el volumen pequeño.
ν_i	Grados de libertad efectivos para cada contribución.
γ	Producto de la razón de expansión f por la corrección por temperatura α .
ν_i	Grados de libertad efectivos para cada contribución.

5.9. Referencias.

- [5, 1] M Knudsen, Ann Phys, Lpz, 31, 1910, 633.
- [5, 2] R S Barton and J N Chubb, "Some improvements in the gas expansion method of gauge calibration", Vacuum, 15, 3, 1965.
- [5, 3] K W T Elliott, Daphne M Woodman and R S Dadson: A study of the Knudsen and McLeod gauge methods, Vacuum, 17, 8, 1967.
- [5, 4] G. Messer, Phys. Blätter, 33. 343-355, 1977
- [5, 5] Jitschin W, Migwi JK, Grosse G, "Pressures in the high and medium vacuum range generated by a series expansion standard", Vacuum, 40, 293-304, 1990.
- [5, 6] Jousten K, Röhl P. Aranda Contreras V, "Volumen ratio determination in static expansion systems by means of a spinning rotor gauge" Vacuum, 52, 491-49, 1999.
- [5, 7] Kangi R., Ongun B. and Elkatmis A., "The new UME primary standard for pressure generation in the range from 9×10^{-4} Pa to 10^3 Pa", Metrologia, 41, 251-256, 2004
- [5, 8] J C Torres-Guzman, L A Santander and K Jousten "Realization of the medium and high vacuum primary standard in CENAM, Mexico", Metrologia 42 (2005) S157–S160
- [5, 9] Greenwood J., "The reference gauge technique for static expansion ratios – Applied to NPL medium vacuum standard SEA3" Vacuum 81, 427–433, 2006.

[5, 10] Berman A, Fremerey JK. "Precision calibration of a static pressure divider by means of a spinning rotor gauge", *J Vac Sci Technol A*, 5:2436-9, 1987.

[5, 11] D. Herranz, S. Ruiz, M. N. Medina y Pérez A. "Realización de un sistema de expansión estático como patrón nacional de presión absoluta en la región de vacío en el rango de 10^{-4} Pa a 1000 Pa". 4º Congreso español de metrología, 2009

[5, 12] Herranz D., Ruiz S. and Medina N., "Volume Ratio Determination in Static Expansion Systems by Means of Two Pressure Balances", *IMEKO XIX World Congress*, 2009

[5, 13] Redgrave F J, Forbes A B and Harris P M, "A discussion of methods for the estimation of volumetric ratios determined by multiple expansions", *Vacuum*, 53, 159–62, 1999.

[5, 14] Robert C., John M., Bruce E., "The properties of gases and liquids" Mc Graw-Hill Book Company, 4º Ed, 1987.

[5, 15] Soriano B., Torres J., and Santander L., "Sistema de referencia nacional para la medición del vacío", *Simposium de metrología*, CENAM, 2001.

[5, 16] "Evaluation of measurement data — Guide to the expression of uncertainty in measurement", *JCGM 100:2008*, *GUM 1995* with minor corrections.

[5, 17] "Evaluation of measurement data — Supplement 1 to the "Guide to the expression of uncertainty in measurement" — Propagation of distributions using a Monte Carlo method" *JCGM 101:2008*.

CONCLUSIONES Y DESARROLLOS FUTUROS

6. CONCLUSIONES Y DESARROLLOS FUTUROS

6.1. Conclusiones.

1. Se ha conseguido desarrollar el patrón nacional de presión basado en una nueva columna de mercurio y diseminando al resto de patrones primarios mejorando las capacidades de medida y calibración del Centro Español de Metrología (CEM).
 - *La columna de mercurio está construida y en funcionamiento, con incertidumbres adecuadas para diseminar la unidad en modo relativo.*
 - *Se ha dado trazabilidad con la columna de mercurio a los conjunto pistón cilindro.*
 - *El Sistema de expansión estático también está en funcionamiento y han sido caracterizadas sus relaciones de expansión con la variante propuesta en esta tesis para los métodos de expansión. Diseminando de este modo la unidad de presión desde la columna de mercurio al sistema de expansión estática, a través de las balanzas de presión.*
 - *Se han determinado las incertidumbres de medida mediante propagación y mediante funciones de distribución de probabilidad (Mote Carlo).*
2. Tanto la columna de mercurio como el sistema de expansión estática del CEM se pueden considerar patrones únicos.
3. Los resultados obtenidos por el método de expansión única y por el método de acumulación de gas en la determinación de las razones de expansión del sistema de expansión estático son compatibles, para un intervalo de confianza del 95,45%.

4. El sistema de expansión estático permitirá mejorar las capacidades de medida y calibración del laboratorio de presión del CEM publicadas en la base de datos del BIPM¹⁸.
5. Las incertidumbres obtenidas con el sistema de expansión estático son similares a las obtenidas con otros laboratorios nacionales con otros patrones primarios.
6. En el método de acumulación de gas los resultados se pueden considerar estables a partir de la expansión número 15.
7. Los resultados obtenidos en la caracterización de los diferentes conjuntos pistones cilindro son compatibles con sus valores históricos. Por lo que la diseminación de la unidad desde la columna de mercurio a las balanzas de presión se considera adecuada.
8. Las incertidumbres obtenidas son suficientes, no solo para mantener las CMC's del CEM en la diseminación de la unidad, sino que en el caso del conjunto pistón cilindro de la balanza DHi FPG8601 se mejoran sustancialmente, pudiendo mejorar también las capacidades de medida y calibración en presiones absolutas.
9. A la vista de los resultados obtenidos en los análisis de incertidumbre por el método de propagación y por el método de Monte Carlo, se puede asegurar que la distribución de salida es normal en la calibración y uso de la columna de mercurio y de los conjuntos pistón cilindro, no ocurre lo mismo en el sistema de expansión estático donde su incertidumbre de calibración se distribuye según una rectangular.
10. La columna de mercurio permite obtener incertidumbres óptimas, incertidumbres relativas por debajo de $10 \times 10^{-6} \times p$, para la calibración de conjuntos pistón cilindro en modo relativo y diferencial para presiones superiores a 60 kPa.
11. Como la diferencias entre la caracterización de conjuntos pistón cilindro en presión relativa y absoluta no son significativas y la experiencia demuestra que los valores

¹⁸ Las capacidades de medida y calibración (CMC's) de los institutos nacionales de metrología están disponibles a través de la base de datos del BIPM, que es publica a través de su página web: <http://kcdb.bipm.org/appendixC/>

obtenidos por otros Institutos Nacionales de Metrología cuando caracterizan pistones cilindro en ambos modos son prácticamente coincidente, la columna se puede utilizar para caracterizar conjuntos pistón – cilindro en modo relativo que posteriormente se van a usar en modo absoluto.

12. Las principales contribuciones a la incertidumbre en las columnas de mercurio primarias son la medida de la diferencia de altura entre las superficies del mercurio, la densidad del mercurio y la temperatura del mercurio. Siendo un factor determinante en la medida de la altura la determinación de la posición de las superficies.

6.2. Desarrollos futuros.

Los desarrollos y trabajos futuros deberían acometerse en las siguientes líneas de trabajo:

1. Nuevos estudios y diseños de métodos de detección de las superficies del mercurio que sirvan para mejorar la repetibilidad de las medidas en modo absoluto.



Figura (6, 1) a, b y c. Algunas configuraciones de flotadores en las que se está trabajando.

2. Mejorar el conocimiento de la densidad del mercurio mediante la determinación experimental.
3. La mejora de la estabilidad térmica en los sistemas primarios de calibración en vacío. Posibles soluciones puede ser mediante el recubrimiento de las cámaras y la utilización de baños termostáticos de agua o mediante elementos difusores o refrigerantes que equilibren el aporte de calor de las bombas de vacío.

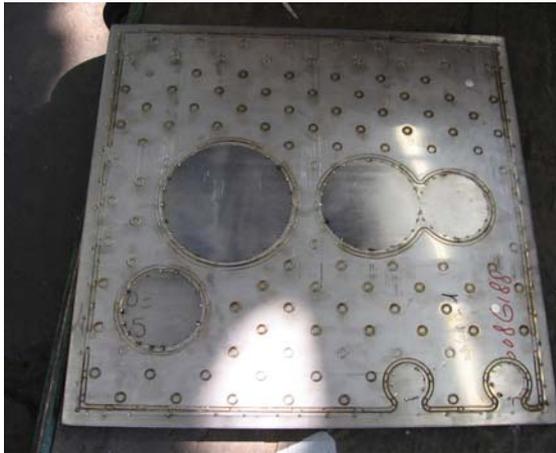


Figura (6, 2). Posible recubrimiento de cámaras.

4. Mejorar el conocimiento del comportamiento del menisco del mercurio cuando se somete a presiones inferiores a la atmosférica.
5. Seguir desarrollando el mapa de ruta de presión de Euramet, especialmente en lo referente a dar trazabilidad a medidores de presión parcial (RGA's) y a patrones de desgasificación.

ANEXO

7. ANEXO

7.1. Figuras

Figura (1, 1). La unidad de presión: pascal.....	4
Figura (1, 2). Regiones y modos de medida de la presión.	6
Figura (1, 3). Primer esquema de diseminación de la unidad de presión en el CEM.	12
Figura (1, 4). Nuevo esquema de diseminación de la unidad de presión.	14
Figura (1, 5). Mapa de ruta de EURAMET para la magnitud presión.	15
Figura (2, 1). Democritus (derecha) y Leucippus (izquierda).	21
Figura (2, 2). Grabado de Arquímedes.	22
Figura (2, 3). Experimentos de Torricheli.	24
Figura (2, 4). Esferas de Magdeburg.	26
Figura (2, 5). Bomba de aire de Robert Boyle.	27
Figura (2, 6). Medida de la presión sanguínea de un caballo por Stephan Hales.....	28
Figura (2, 7). Medidor del tipo McLeod.	30
Figura (2, 8). Bomba de Gaede rotatoria de mercurio.....	32
Figura (2, 9). Bomba de Gaede de Difusión.	33
Figura (2, 10). Instrumentos de medida de presión (orientativo).	34
Figura (2, 11). Columna de líquido	34

Figura (2, 12). Boceto de una columna de mercurio primaria.....	35
Figura (2, 13). Barómetro Fortín.	36
Figura (2, 14). Esquema de una balanza de presión	36
Figura (2, 15). Manómetro analógico.....	37
Figura (2, 16). Esquema de un Pirani.	40
Figura (2, 17). Esquema de un medidor capacitivo	41
Figura (2, 18). Esquema del interior del sensor.....	43
Figura (2, 19). Medidor de ionización.	44
Figura (2, 20). Sistema de expansión estático.	45
Figura (2, 21). Esquema de un sistema de expansión dinámica.	46
Figura (2, 22). Esquema de trazabilidad de un sistema de expansión estático.....	49
Figura (2, 23). Sistema de expansión dinámica.	50
Figura (2, 24). Esquema de la técnica de flotación cruzada (crossfloating).....	51
Figura (3, 1). Columna de mercurio. Factores de influencia.....	61
Figura (3, 2). Borrador de diseño de la columna de mercurio del CEM.....	62
Figura (3, 3). Manobarómetro de mercurio con interferometría láser.	63
Figura (3, 4) a, b y c. Estudio de vibraciones. (a – Ubicación de la columna; b – sistema de posicionamiento de los acelerómetros y c – laboratorio primario de masa).....	64
Figura (3, 5) a y b). Cimentación independiente en el lugar de instalación de la columna.....	64

Figura (3, 6). Base de granito de la columna de Hg.	65
Figura (3, 7). Estructura de la Columna de Hg.	66
Figura (3, 8). Circuito de agua.	67
Figura (3, 9). Distribución de los pocetes térmicos.....	68
Figura (3, 10). Sistema de destilación.	69
Figura (3, 11). Proceso de llenado de la columna de mercurio.	70
Figura (3, 12). Medida del valor de al aceleración de la gravedad.	73
Figura (3, 13). Sistema de detección capacitivo.....	75
Figura (3, 14). Esquema de un sistema de detección y medida con franjas de luz blanca.....	76
Figura (3, 15). Flotador de la columna de Materials Research Laboratories (Australia)	77
Figura (3, 16). Flotador de la columna HG-5 del IMGC (Italia).....	77
Figura (3, 17). Sistema de medida de la diferencia de altura	79
Figura (3, 18) a y b. Banco de pruebas	82
Figura (3, 19). Flotador	83
Figura (3, 20). Configuración del flotador	85
Figura (3, 21) a, b y c. Cotas de la columna de mercurio.	86
Figura (3, 22). Programa de control y medida de la columna de mercurio.	87
Figura (3, 23). Sistema de control de la presión.	87
Figura (3, 24). Sistema de regulación y medida de la presión de referencia en modo absoluto.	88
Figura (3, 25). Válvula proporcional.	88

Figura (3, 26) a y b. Colocación de patrones en estudio en dinámico. a - Realización del cero y b – Localización en puerto de referencia.	90
Figura (4, 1). Balanza de presión de Parrot, 1832.	147
Figura (4, 2). Balanza de presión compacta similar a la de Ruchholz, 1883.	148
Figura (4, 3). Balanza de presión neumática.	149
Figura (4, 4). Balanzas de presión con pistones no rotativos.....	150
Figura (4, 5). Distintas configuraciones de balanzas de presión	152
Figura (4, 6). Determinación dimensional del volumen sometido a empuje en un conjunto pistón - cilindro.....	159
Figura (4, 7). Balanza dinamométrica de presión.	164
Figura (4, 8). Ajuste del dinamómetro con masas externas.	165
Figura (4, 9). Balanza dinamométrica de presión con pistón no rotativo.....	166
Figura (4, 10). Fuerza específicas de pistones no rotativos lubricados.	173
Figura (4, 11). Método de flotación cruzada.....	175
Figura (4, 12). Método de detector de nulo.....	176
Figura (4, 13). Método del indicador.	176
Figura (4, 14). Método del medidor de presión diferencial.....	177
Figura (4, 15). Indicación directa.....	177
Figura (4, 16). Método de calibración con columna de mercurio.	178
Figura (4, 17). Calibración de balanza dinamométrica, con pistón no rotativo lubricado.	185

Figura (4, 18). Conjunto pistón cilindro del tipo libre deformación.	192
Figura (4, 19). Conjunto pistón cilindro del tipo contrapresión.....	192
Figura (4, 20). Conjunto pistón cilindro del tipo presión lateral controlada.	192
Figura (4, 21). Calibración de conjuntos pistón cilindro con columna de mercurio.	195
Figura (4, 22). Calibración de balanza FPG8601.....	199
Figura (4, 23). Medida de conjuntos pistón – cilindro por método dimensional.	203
Figura (5, 1). Sistema de expansión estático.	227
Figura (5, 2). Sistema de expansión estático mostrado por Barton en 1965, [5, 2].	228
Figura (5, 3). Sistema de expansión estático mostrado por Elliott en 1967, [5, 3].	229
Figura (5, 4). Sistema de expansión estático del PTB.....	230
Figura (5, 5). Sistema de expansión estático desarrollado por el NPL.....	231
Figura (5, 6). Sistema de expansión estático del PTB para bajas presiones.	231
Figura (5, 7). Sistema de expansión estático del CENAM.	232
Figura (5, 8). Sistema de expansión estático del CEM.	233
Figura (5, 9) a y b. Distribución de volúmenes.....	234
Figura (5, 10). Esquema del sistema del SED del CEM.	235
Figura (5, 11). Sistema de bombeo.	235
Figura (5, 12). Balanza de presión para la medida de la presión inicial.....	236
Figura (5, 13).Resistencias de calefactado.	237

Figura (5, 14).Esquema de calibración del SEE del CEM.	240
Figura (5, 15).Calibración del SEE del CEM.	241
Figura (5, 16).Esquema de calibración del SEE del CEM con CDG en volumen central.	265
Figura (6, 1) a, b y c. Algunas configuraciones de flotadores en las que se está trabajando.	295
Figura (6, 2). Posible recubrimiento de cámaras.	296

7.2. Gráficas.

Gráfica (3, 1). Topografía de la cimentación.	65
Gráfica (3, 2). Análisis residual del mercurio	69
Gráfica (3, 3). Variación de la profundidad de inmersión del flotador de referencia en función de la presión y el espesor del lastre.	84
Gráfica (3, 4). Variación de la profundidad de inmersión del flotador de medida en función de la presión y el espesor del lastre.	85
Gráfica (3, 5). Uniformidad de la presión residual en modo dinámico.	91
Gráfica (3, 6). Incertidumbres en la presión generada por la columna de mercurio.	136
Gráfica (3, 7). FPD para presión relativa de 120 kPa.	138
Gráfica (4, 1). FPD del área efectiva del pistón cilindro nº TL1298.	198
Gráfica (4, 2). FPD del área efectiva del pistón cilindro nº 128.	202
Gráfica (4, 3). Variación del área efectiva en función de la presión.	207

Gráfica (4, 4). Histórico del Conjunto pistón cilindro nº 4654.	207
Gráfica (4, 5). Histórico del Conjunto pistón cilindro nº 4656.	208
Gráfica (4, 6). Histórico del Conjunto pistón cilindro nº 6040.	208
Gráfica (4, 7). Histórico del Conjunto pistón cilindro nº 801.	209
Gráfica (4, 8). Histórico del conjunto pistón cilindro nº 5849.	209
Gráfica (4, 9). Histórico del conjunto pistón cilindro nº 5850.	210
Gráfica (4, 10). Histórico del conjunto pistón cilindro nº TL1378.	210
Gráfica (4, 11). Histórico del conjunto pistón cilindro nº TL1298.	211
Gráfica (4, 12). Histórico del conjunto pistón cilindro nº 128.	214
Gráfica (5, 1). Tasa de desgasificación del SEE.	247
Gráfica (5, 2). Influencia de la desgasificación en función de la presión para $t = 300$ s.	248
Gráfica (5, 3). Influencia de la presión en el volumen 4 después de 25 expansiones desde el volumen 1 más el volumen central.	249
Gráfica (5, 4). Variación de la temperatura a lo largo de 25 acumulaciones en los volúmenes v_1 y v_4	255
Gráfica (5, 5). FPD de la razón de expansión de v_1+v_c a $v_1+v_c+v_4$, por el método de expansión única.	268
Gráfica (5, 6). FPD de la razón de expansión de v_1+v_c a $v_1+v_c+v_4$, por el método de acumulación.	275
Gráfica (5, 7). Razón de expansión de v_1 a $v_1+v_c+v_4$	277

Gráfica (5, 8). Razón de expansión de $v1+vc$ a $v1+vc+v4$	277
Gráfica (5, 9). Razón de expansión de $v2+vc$ a $v2+vc+v4$	278
Gráfica (5, 10). Capacidades de medida y calibración.	284

7.3. Tablas

Tabla (3, 1). Valores históricos experimentales de la densidad del mercurio a 20 °C.....	71
Tabla (3, 2). Análisis de los valores históricos experimentales de la densidad del mercurio a 20 °C.	72
Tabla (3, 3). Resultados de la medida de la gravedad.	73
Tabla (3, 4). Estabilidad de la presión residual en modo estático.	92
Tabla (3, 5). Cálculo de incertidumbres de la presión generada.	96
Tabla (3, 6). Contribución a la incertidumbre de la medida de la altura en la columna de referencia.	104
Tabla (3, 7). Contribución a la incertidumbre de la medida de la altura en la columna de medida.	105
Tabla (3, 8). Corrección por profundidad de inmersión en modo relativo.....	110
Tabla (3, 9). Corrección por profundidad de inmersión en modo absoluto sin tener en cuenta la repetibilidad entre ensayos.	110
Tabla (3, 10). Corrección por profundidad de inmersión en modo absoluto teniendo en cuenta la repetibilidad entre ensayos.....	111
Tabla (3, 11). Datos de entrada.....	113

Tabla (3, 12). Corrección índice de refracción (Edlèn).....	113
Tabla (3, 13). $(n-1)_S \times 10^8$. Corrección del índice de refracción sin considerar factores ambientales menos uno.....	113
Tabla (3, 14). $(n-1)_{tp}$. Corrección del índice de refracción considerando la presión y la temperatura menos uno.....	114
Tabla (3, 15). $(n)_{tp}$. Corrección del índice de refracción considerando la presión y la temperatura.....	114
Tabla (3, 16). p_{sv} . Presión de vapor saturado del aire.....	114
Tabla (3, 17). $(n)_{tpf}$. Corrección del índice de refracción considerando la presión, la temperatura y la humedad.....	114
Tabla (3, 18). CIR.....	114
Tabla (3, 19). Datos de entrada.....	115
Tabla (3, 20). Datos de salida columna de referencia.....	115
Tabla (3, 21). Balance de incertidumbres para la medida de la altura de la columna de referencia.....	116
Tabla (3, 22). Datos de salida columna de medida.....	116
Tabla (3, 23). Balance de incertidumbres para la medida de la altura de la columna de medida.....	117
Tabla (3, 24). Datos de entrada para presión relativa de 1000 Pa.....	117
Tabla (3, 25). Datos de salida para presión relativa de 1000 Pa.....	118
Tabla (3, 26). Balance de incertidumbres para presión relativa de 1000 Pa.....	118
Tabla (3, 27). Datos de entrada para presión relativa de 120 000 Pa.....	120

Tabla (3, 28). Datos de salida para presión relativa de 120 000 Pa.	120
Tabla (3, 29). Balance de incertidumbres para presión relativa de 120 000 Pa.	121
Tabla (3, 30). Datos de entrada para presión absoluta de 1000 Pa.	123
Tabla (3, 31). Datos de salida para presión absoluta de 1000 Pa.	124
Tabla (3, 32). Balance de incertidumbres para presión absoluta de 1000 Pa.	124
Tabla (3, 33). Datos de entrada para presión absoluta de 120 000 Pa.	126
Tabla (3, 34). Datos de salida para presión absoluta de 120 000 Pa.	126
Tabla (3, 35). Balance de incertidumbres para presión absoluta de 120 000 Pa.	127
Tabla (3, 36). Datos de entrada para presión diferencial de 1000 Pa a presión de línea de 3 800 hPa.	129
Tabla (3, 37). Datos de salida para presión diferencial de 1000 Pa a presión de línea de 3 800 hPa.	129
Tabla (3, 38). Balance de incertidumbres para presión diferencial de 1000 Pa a presión de línea de 3 800 hPa.	130
Tabla (3, 39). Datos de entrada para presión diferencial de 120 000 Pa a presión de línea de 3 800 hPa.	132
Tabla (3, 40). Datos de salida para presión diferencial de 120 000 Pa a presión de línea de 3 800 hPa.	132
Tabla (3, 41). Balance de incertidumbres para presión diferencial de 120 000 Pa a presión de línea de 3 800 hPa.	133
Tabla (3, 42). Resumen de incertidumbres.	135

Tabla (4, 1). Balance de incertidumbres sobre la medida de la presión con una balanza de pesos muertos.	153
Tabla (4, 2). Balance de incertidumbres sobre la medida de la presión con una balanza de presión electrónica.....	166
Tabla (4, 3). Balance de incertidumbres en la determinación del área efectiva.	179
Tabla (4, 4). Balance de incertidumbres en la determinación del coeficiente de conversión de un conjunto pistón cilindro de balanza de presión electrónica.....	186
Tabla (4, 5). Balance de incertidumbres en al determinación del área efectiva dimensionalmente.	189
Tabla (4, 6). Identificación de conjuntos pistón cilindro calibrados.	196
Tabla (4, 7). Balance de incertidumbres en la determinación del área efectiva del conjunto pistón cilindro nº TL1298.	196
Tabla (4, 8). Resultados de calibración conjunto pistón cilindro DHi nº 128 de balanza FPG8601.	199
Tabla (4, 9). Balance de incertidumbres en la determinación del coeficiente de conversión del conjunto pistón cilindro nº 128.....	200
Tabla (4, 10). Medida dimensional del pistón DH nº 6040.	203
Tabla (4, 11). Medida dimensional del cilindro DH nº 6040.	204
Tabla (4, 12). Medida dimensional del pistón Dhi nº 801.....	204
Tabla (4, 13). Medida dimensional del cilindro Dhi nº 801.....	205
Tabla (4, 14). Resultados calibración dimensional de los P/C por el CEM.	205
Tabla (4, 15). Coeficientes de deformación teóricos de los conjuntos pistón cilindro.....	206

Tabla (4, 16). Comparación de resultados del conjunto pistón cilindro nº 4654	211
Tabla (4, 17). Comparación de resultados del conjunto pistón cilindro nº 4656	212
Tabla (4, 18). Comparación de resultados del conjunto pistón cilindro nº 6040	212
Tabla (4, 19). Comparación de resultados del conjunto pistón cilindro nº 801	212
Tabla (4, 20). Comparación de resultados del conjunto pistón cilindro nº 5849	212
Tabla (4, 21). Comparación de resultados del conjunto pistón cilindro nº 5850	213
Tabla (4, 22). Comparación de resultados del conjunto pistón cilindro nº TL1376.....	213
Tabla (4, 23). Comparación de resultados del conjunto pistón cilindro nº TL1298.....	213
Tabla (4, 24). Comparación de resultados del conjunto pistón cilindro nº 128	214
Tabla (5, 1). Posibles rutas de expansión del SEE.	233
Tabla (5, 2). Balance de incertidumbres sobre la relación de expansión del SEE.....	242
Tabla (5, 3). Balance de incertidumbres sobre la relación de expansión del SEE ($f \neq f_i$).	251
Tabla (5, 4). Balance de incertidumbres sobre la corrección por temperatura del SEE.....	253
Tabla (5, 5). Balance de incertidumbres sobre la razón de expansión del SEE a temperatura constante.....	256
Tabla (5, 6). Balance de incertidumbres sobre la relación de expansión del SEE ($f = f_i$).....	258
Tabla (5, 7). Balance de incertidumbres sobre la presión generada en el SEE.....	261
Tabla (5, 8). Razones de expansión obtenidas por expansión única sin CDG en volumen central.	265

Tabla (5, 9). Razones de expansión obtenidas por expansión única con CDG en volumen central.	266
Tabla (5, 10). Balance de incertidumbres en la determinación de la razón de expansión de v_1+vc a v_1+vc+v_4	266
Tabla (5, 11). Razones de expansión obtenidas por acumulación sin CDG en volumen central.	269
Tabla (5, 12). Balance de incertidumbres sobre la razón de expansión de v_1+vc a v_1+vc+v_4 del SEE a temperatura constante.....	270
Tabla (5, 13). Balance de incertidumbres sobre la corrección por temperatura en la determinación de la razón de expansión de v_1+vc a v_1+vc+v_4	271
Tabla (5, 14). Balance de incertidumbres en la determinación de la razón de expansión de v_1+vc a v_1+vc+v_4	271
Tabla (5, 15). Balance de incertidumbres en la determinación de la razón de expansión de v_1+vc a v_1+vc+v_4	272
Tabla (5, 16). Comparación de las razones de expansión obtenidas por ambos métodos.	276
Tabla (5, 17). Comparación de resultados de calibración de CDG's.	278
Tabla (5, 18). Balance de incertidumbres en la determinación de la presión. 1ª Expansión de v_2+vc a v_2+vc+v_5	279
Tabla (5, 19). Balance de incertidumbres en la determinación de la presión. 2ª Expansión de v_2+vc a v_2+vc+v_5	280
Tabla (5, 20). Balance de incertidumbres en la determinación de la presión. 3ª Expansión de v_2+vc a v_2+vc+v_4	282
Tabla (5, 21). Comparación de Capacidades de Medida y calibración.	283

