

Il ruolo delle misure di flusso di gas e di pressione nella ricerca delle perdite

M. Bergoglio, D. Mari

Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica – INRIM - Torino

SOMMARIO

Le prove di tenuta, siano esse eseguite a livello di collaudo del prodotto o siano più sofisticate per quantificare la tenuta di un prodotto, richiedono la misura di varie grandezze quali la pressione, il flusso di gas, la temperatura, la concentrazione del gas utilizzato per la prova. Per queste grandezze, così come per tutte le grandezze fondamentali e derivate del sistema SI (Sistema Internazionale delle unità di misura), è stata realizzata la catena della riferibilità che parte dai campioni primari, conservati presso l'INRIM, passa attraverso i campioni di riferimento dei Laboratori Secondari e si diffonde ai campioni di lavoro utilizzati dall'industria.

Nella prima parte del lavoro vengono presentati in modo sintetico i campioni primari per la misura della pressione e del flusso di gas e vengono indicate le caratteristiche metrologiche salienti dei trasduttori di trasferimento di pressione e delle fughe di riferimento. Nella seconda parte del lavoro si mette in rilievo l'importanza che assume ai fini della qualità del prodotto la corretta riferibilità delle grandezze (pressione e flusso gassoso) al sistema SI.

1. Introduzione

Le prove di tenuta su sistemi e componenti vanno diffondendosi sempre di più e sempre di più i limiti di tenuta richiesti diventano più restrittivi; ciò comporta uno stimolo ad affrontare il problema della riferibilità delle misure che si eseguono e ad introdurre anche in questo settore i principi della metrologia [1,2].

Oggi, nel controllo di qualità di molti prodotti, tra i vari metodi che sono stati sviluppati, emergono il metodo della variazione di pressione e il metodo di rivelazione del gas tracciante con la spettrometria di massa.

Le prove a variazione di pressione richiedono l'utilizzo di trasduttori di pressione, che qualunque sia il campo di misura in cui operano e qualunque sia il principio su cui si basano, richiedono di essere tarati.

Analogamente per i cercafughe, che rivelano la massa del gas tracciante, generalmente elio, la taratura permette di convertire la corrente ionica in uscita da essi in unità di flusso. La taratura viene effettuata con flussi di gas noti generati dalle cosiddette fughe campione che possono essere del tipo a permeazione o geometriche (in genere capillari) che, per la loro buona stabilità, vengono utilizzati per generare flussi noti tra 10^{-8} mbar L/s e 10^{-3} mbar L/s con riferimento alla pressione atmosferica o al vuoto.

Questi generatori di flusso di gas necessitano di essere tarati con riferimento a sistemi primari.

Per fornire il necessario supporto scientifico e tecnico alla maggioranza delle applicazioni industriali in Italia, presso l'INRIM, sono stati realizzati e ora vengono mantenuti e migliorati i campioni nazionali per la misura della pressione dal vuoto (10^{-6} Pa) alle alte

pressioni (10^9 Pa) e per la misura dei flussi gassosi nell'intervallo tra 10^{-12} mol/s e 10^{-7} mol/s.

2. I campioni dell'INRIM

I sistemi primari per la misura delle pressioni nell'intervallo 10^{-6} Pa – 1 GPa si basano su principi di misura molto differenti: sistemi che forniscono la pressione partendo dall'applicazione delle leggi dei gas e strumenti con i quali la pressione è misurata in termini di forza per unità di area. Nel seguito il campo di pressione viene suddiviso in intervalli e per ciascuno di essi si esaminano i relativi campioni.

- INTERVALLO DI PRESSIONE TRA 10^{-6} Pa e 10^{-1} Pa

Per la generazione e la misura delle pressioni assolute nell'intervallo da 10^{-6} Pa a 10^{-1} Pa, si utilizzano sistemi ad espansione continua (dinamica). La pressione viene generata immettendo un flusso noto di gas nella camera di taratura in modo da bilanciare il pompaggio che avviene attraverso un foro di conduttanza nota. Se la distribuzione delle molecole all'interno della camera è isotropa, il gas è in condizioni di regime molecolare e durante il processo la temperatura è costante, la pressione è funzione del flusso di gas e della conduttanza che deve essere calcolata o misurata.

L'impianto ad espansione continua dell'INRIM è costituito da due camere cilindriche collegate attraverso un foro in parete sottile (conduttanza fissa). In figura 1 è riportato lo schema di quest'ultimo impianto. Alla camera superiore, o camera di misura, vengono collegati i vacuometri da tarare mentre la camera inferiore o camera di pompaggio è collegata al sistema di pompaggio costituito da una pompa turbomolecolare a sospensione magnetica e da una pompa primaria.

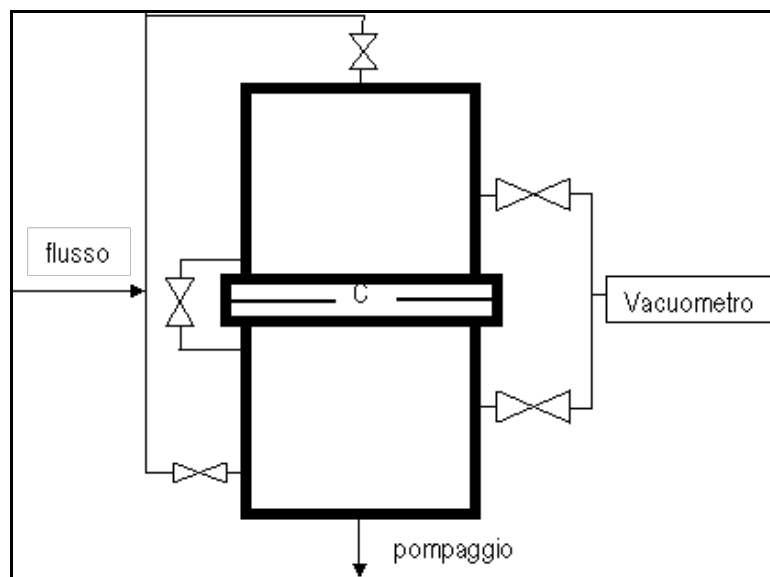


Figura 1. Schema dell'impianto ad espansione dinamica

La conduttanza è stata calcolata utilizzando il metodo di simulazione di Monte Carlo mentre il flusso è generato e misurato con dei flussometri primari che operano a pressione costante e variazione di volume.

- INTERVALLO DI PRESSIONE TRA 10^{-1} Pa e 1000 Pa

In questo intervallo si utilizza un sistema ad espansione statica in cui la pressione è ottenuta applicando la legge dei gas ideali sotto l'ipotesi che la temperatura sia costante. Il sistema messo a punto presso l'INRIM è rappresentato in figura 2; esso è costituito da tre volumi noti, V_1 , V_2 e il volume di taratura V_3 . Il gas contenuto nel volume V_1 o V_1+V_2 , ad una pressione compresa tra 1 kPa e 100 kPa misurata mediante un trasduttore riferito al manobarometro interferometrico, viene espanso in condizioni isoterme nel volume di taratura V_3 . Per il calcolo della pressione si applica la legge dei gas ideali.

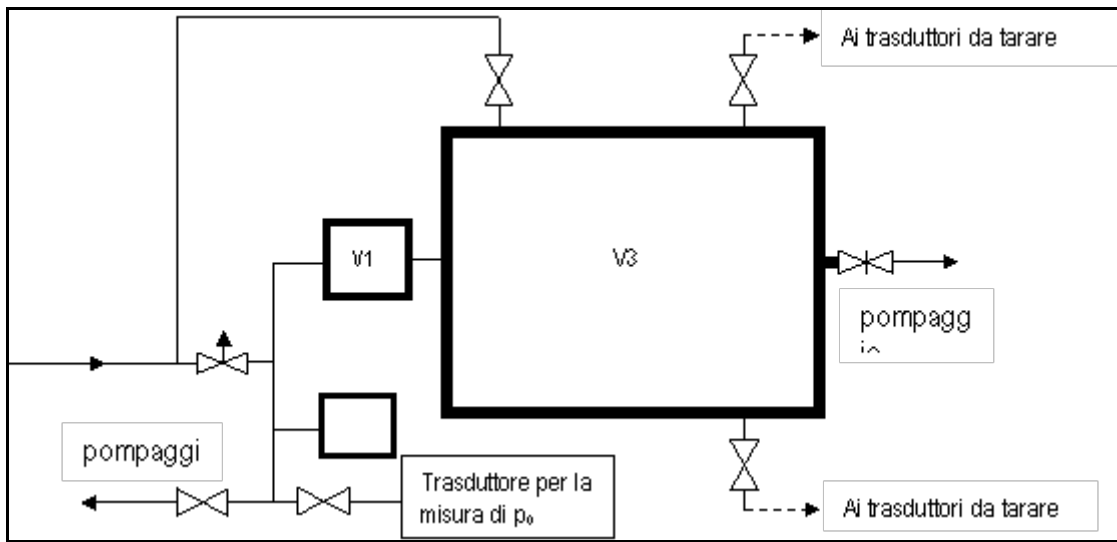


Figura 2. Schema dell'impianto ad espansione statica

- INTERVALLO DI PRESSIONE TRA 1000 Pa e 120 kPa

Nel campo della pressione assoluta e relativa tra 1000 Pa a 120 kPa si utilizzano tubi ad U: in essi la pressione incognita è in relazione con il dislivello tra i menischi di mercurio, con l'accelerazione di gravità locale, con la densità del mercurio alla temperatura di lavoro e con la pressione nel ramo di riferimento.

Presso l'INRIM è stato progettato e costruito il manobarometro interferometrico a mercurio equipaggiato con interferometro laser che permette di effettuare misure assolute o differenziali. Lo strumento è costituito da due colonne in vetro di diametro 60 mm riempite di mercurio e poste all'interno di un bagno termostatico (figura 3). La misura del dislivello tra i due menischi di mercurio viene effettuata attraverso l'interferometro. Il fascio generato dalla sorgente He-Ne incide su un separatore che lo divide in due: una parte viene deviato verso la prima colonna, il secondo prosegue fino ad uno specchio a 45° posto sopra la seconda colonna e viene anch'esso deviato. Dopo la riflessione sul mercurio i fasci vengono ricomposti e inviati al ricevitore.

La riflessione dei fasci avviene o direttamente (*cat's eyes*), nel campo di pressioni tra 100 Pa e 1 kPa, oppure mediante retroriflettori a spigolo di cubo alloggiati in appositi galleggianti, nel campo di pressioni da 1 kPa fino al fondo scala.

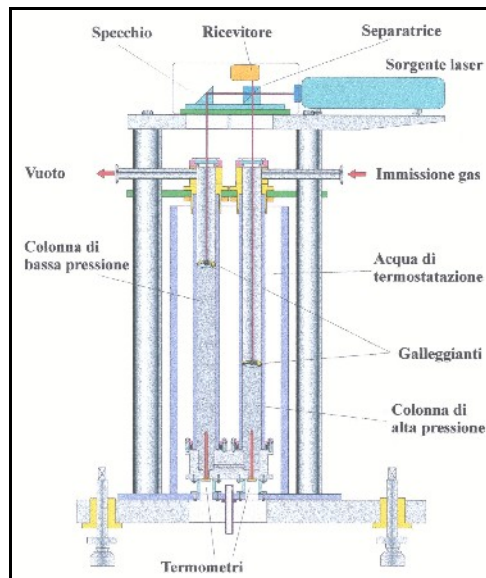


Figura 3. Schema del manobarometro interferometrico

Inoltre è stato realizzato un micromanometro a mercurio basato sullo stesso principio di misura utilizzato per la misura di piccole pressioni differenziali (relative alla pressione atmosferica), nel campo da 1 Pa a 5000 Pa.

- INTERVALLO DI PRESSIONE TRA 120 kPa e 1 GPa

I campioni di riferimento per la misura della pressione in questo intervallo sono le bilance di pressione. Esse possono operare in condizioni assolute, relative in mezzo gassoso e liquido.

L'elemento essenziale di una bilancia di pressione è l'accoppiamento pistone-cilindro di area trasversale nota A_0 su cui si applica una forza gravitazionale prodotta dalle masse poste sul pistone, questa forza controbilancia la forza dovuta alla pressione che si esercita lungo tutta la zona di accoppiamento del pistone-cilindro.

L'area effettiva è espressa con due termini: l'area effettiva A_0 nelle condizioni di riferimento cioè quando non viene applicata la pressione alla base del pistone e la temperatura t_{rif} è un valore preso come riferimento tipicamente 20°C e il coefficiente delle distorsioni elastiche λ che quantifica le variazioni dell'area effettiva A_0 in funzione della pressione applicata.

- INTERVALLO DI FLUSSO TRA 2×10^{-8} Pam³/s e 1×10^{-3} Pam³/s

Dall'equazione di stato dei gas ideali si ricava il flusso molare q_m quando le grandezze riportate nell'equazione variano nel tempo :

$$d(pV)/dt = (RT) dn /dt = (RT)q_m$$

Da essa si nota che la determinazione del flusso può essere fatta o lasciando variare la pressione ed il volume o mantenendo costante l'una o l'altra delle due grandezze, a temperatura costante. Nel caso in cui la pressione è mantenuta costante il flusso $q = p(dV/dt)$, in inglese "throughput", dipende dalla variazione di volume nel tempo ed è a differenza di q_m indipendente dalla temperatura.

Presso l'INRIM sono disponibili due flussometri primari [3] in che operano con il metodo a pressione costante e quindi su misure di variazioni di volume nel tempo. I due

flussometri primari e i software di gestione, sono stati progettati, realizzati ed ottimizzati per soddisfare due diverse esigenze di taratura: con riferimento alla pressione atmosferica e con riferimento al vuoto.

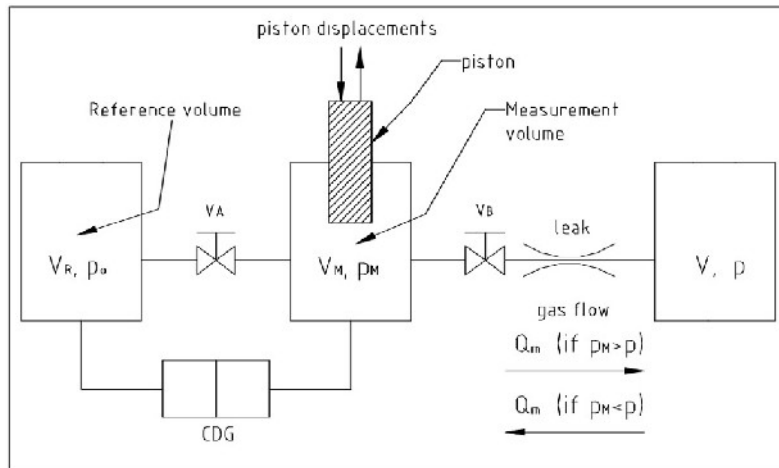


Figura 4. Schema dei flussometri

I campioni primari realizzati all'INRIM rispondono ai requisiti metrologici imposti dalla comunità metrologica internazionale, cioè soddisfano l'Accordo di Mutuo Riconoscimento (MRA). L'MRA [4] richiede che sia dimostrato il grado di equivalenza dei campioni nazionali di misura attraverso la partecipazione ai confronti. Per questo l'INRIM ha partecipato con i flussometri realizzati ad un confronto bilaterale ottenendo buoni risultati.

3. Trasduttori di trasferimento e fughe di riferimento

Nel seguito verranno presi in esame i principali tipi di trasduttori che operano nei vari campi di pressione e che possono essere utilizzati nelle prove di tenuta senza la pretesa di essere esaustivi, data la molteplicità dei principi di funzionamento e la varietà delle realizzazioni.

- Vacuometri nel campo di pressione tra 10^{-10} Pa e 10^5 Pa

Per misure nel campo di pressione tra 10^{-10} Pa e 10^{-2} Pa si utilizzano i vacuometri a ionizzazione. Il loro principio di funzionamento si basa sulla ionizzazione del gas e sulla misura della corrente ionica prodotta che dipende dalla pressione. Nei vacuometri a ionizzazione a catodo caldo (10^{-10} Pa - 10^{-2} Pa) la ionizzazione delle molecole del gas avviene per urto di elettroni emessi da un filamento caldo, mentre nei vacuometri a catodo freddo (10^{-7} Pa - 10^{-2} Pa) la ionizzazione è ottenuta mediante una scarica in presenza di un opportuno campo magnetico. Gli ioni così prodotti vengono raccolti da un collettore e dalla misura della corrente ionica viene ricavata la pressione mediante la taratura con i sistemi primari. Per ottenere sensibilità sempre più elevate ed estendere l'intervallo di pressione misurabile vengono realizzati vacuometri con geometrie diverse e ricerche sono tuttora in atto per estendere ulteriormente il limite inferiore di misura e per limitare l'effetto dei raggi X.

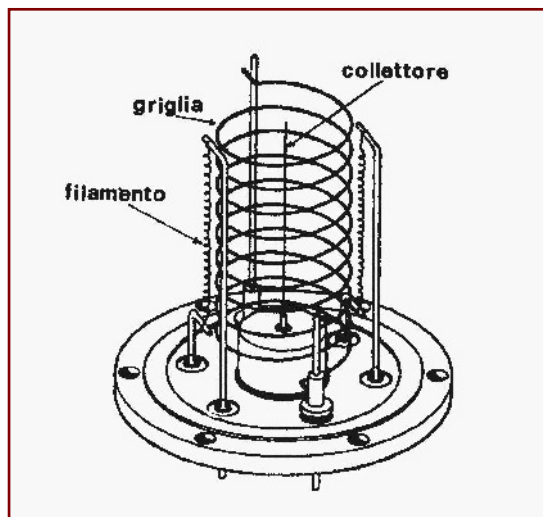


Figura 5. Schema di un vacuometro a ionizzazione a catodo caldo

Nell'intervallo di pressione tra 10^{-4} Pa e 0,1 Pa si utilizzano i vacuometri a sfera rotante (Spinning Rotor) in cui la pressione del gas viene calcolata misurando la velocità di decelerazione di una sfera di acciaio sospesa magneticamente e posta in rotazione.

Esso è costituito da una sfera metallica posta in un tubicino in acciaio al quale è saldata una flangia per il collegamento con l'ambiente di cui si vuol misurare la pressione e una testina magnetica esterna al tubicino. La testina è collegata all'unità di controllo che gestisce la sospensione magnetica della sferetta e la misura dei parametri necessari per la determinazione della pressione. Questi vacuometri presentano l'interessante caratteristica metrologica di essere lineari in un ampio intervallo di pressione, tra 10^{-4} Pa e 0,1 Pa. A pressione maggiore, a causa di fenomeni di riscaldamento del rotore, perdono la linearità e presentano una forte dipendenza dalla pressione pur conservando una buona ripetibilità.

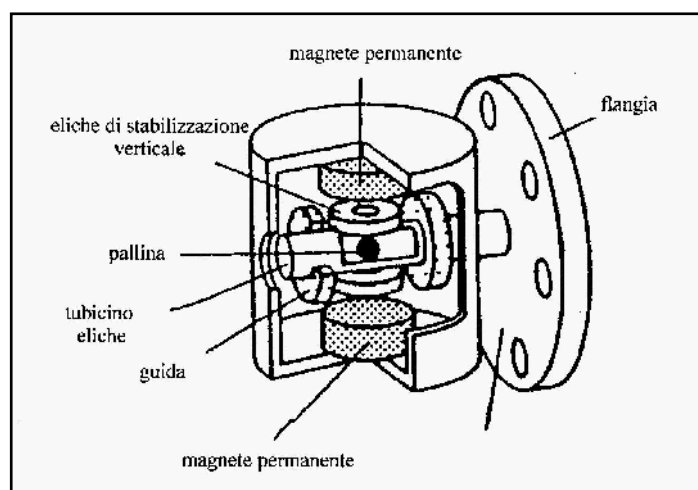


Figura 6. Schema di un vacuometro spinning rotor

Nel campo di pressione tra 0,1 Pa e 10^5 Pa si utilizzano i trasduttori capacitivi. Nella Figura 7 è riportato uno schema di un trasduttore capacitivo in cui si sono stati evidenziati gli elettrodi posizionati di fronte alla membrana, con la quale costituiscono un condensatore elettrico.

Quando in una delle due camere varia la pressione, ne consegue una variazione della distanza tra le due armature del condensatore e quindi il circuito esterno viene sbilanciato.

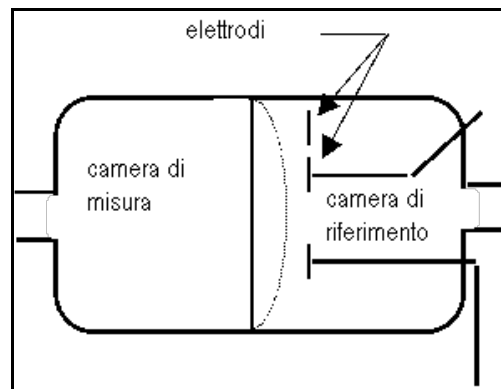


Figura 7. Schema di un trasduttore capacitivo a doppio elettrodo

Tutti i trasduttori di pressione di tipo elettro-meccanico sono soggetti a errori indotti da cambiamenti delle condizioni ambientali. In particolare, la temperatura influenza: la stabilità dello zero, la stabilità del fondo scala e la pendenza della curva di taratura. Per i sensori di elevata qualità gli effetti termici vengono ridotti scegliendo tutti i materiali con coefficienti di temperatura compatibili tra di loro o operando un controllo sulla temperatura. Questo controllo può essere fatto:

- a) usando i trasduttori in ambiente dotato di controllo termico;
- b) utilizzando un apposito riscaldatore che stabilizza la temperatura ad un valore fisso (in genere 45 °C).

Questi sensori di tipo meccanico, proprio per il principio su cui si basa la misura, non presentano caratteristiche significativamente diverse al variare del gas di prova; tuttavia, se essi vengono impiegati con il loro controllo termico, la curva di taratura costruita per un tipo particolare di gas non può essere impiegata per misurare pressioni di altri gas, almeno nell'intervallo di pressione tra e 10^{-2} Pa e 10^2 Pa.

Trasduttori per medie e alte pressioni

Nel campo di pressione tra 1 kPa e 100 MPa vengono in genere utilizzati sensori di tipo meccanico in cui un elemento elastico viene deformato dalla forza meccanica esercitata dal gas. I vari sensori si differenziano, secondo il campo di pressione in cui vengono impiegati, sia per il materiale e la forma dell'elemento sensibile sia per il modo di trasdurre la deformazione. Molto diffusi sono i trasduttori a membrana capacitivi (descritti precedentemente), i trasduttori a bilanciamento di forza (utilizzati tipicamente nel campo barometrico), in cui il movimento meccanico dell'elemento elastico è bilanciato da una forza elettromagnetica che fornisce un segnale proporzionale alla pressione, i trasduttori ad elica di quarzo in cui la deflessione o rotazione dell'elemento sensibile è misurata mediante un fotorivelatore collegato ad un opportuno dispositivo elettronico di rilevamento.

Nei trasduttori a struttura vibrante (10^5 Pa - 100 MPa) le variazioni di pressione producono un cambiamento nella frequenza di risonanza dell'elemento sensibile (cilindro, forchetta, capsula,..). Si tratta di sistemi di misura piuttosto delicati e vengono caratterizzati per confronto con le bilance di pressione.

Fughe di riferimento:

Le fughe a permeazione si basano sul principio della permeabilità di un gas attraverso un materiale che ne permette la diffusione. Le più comuni sono ad elio, in cui la permeazione dell'elio avviene attraverso la parete di un piccolo serbatoio, in genere di quarzo. Le fughe a permeazione generano flussi molto piccoli tra 10^{-10} Pa m³/s e 10^{-8} Pa m³/s e per il processo fisico su cui sono basate, producono un flusso stabile su lunghi periodi di tempo ma presentano lo svantaggio di essere molto sensibili alla temperatura (con un coefficiente generalmente pari al 3% °C⁻¹).

Le fughe geometriche, a capillare o a setto poroso, possono essere dotate di serbatoio contenente il gas ma solo se erogano flussi abbastanza piccoli (fino a 10^{-6} Pa m³/s) in modo che la fuoriuscita del gas non faccia diminuire troppo la pressione all'interno del serbatoio. Se invece tali fughe debbono produrre flussi piuttosto elevati, o in un ampio intervallo, si fornisce loro il gas da una sorgente esterna e se ne misura la pressione; in tal modo si possono ottenere flussi variabili tra 10^{-7} Pa m³/s e 10^{-3} Pa m³/s con continuità variando la pressione a monte della fuga. Le più diffuse fughe a capillare sono costituite da capillari in acciaio in cui si pratica una strozzatura mediante pinzatura: sono appunto i cosiddetti capillari pinzati (molto noti anche con il termine inglese *crimped leak*). Sono in uso anche capillari in vetro protetti da un involucro esterno in acciaio dotato di opportune flangie per la connessione al sistema da tarare e all'immissione del gas.

I setti porosi sono costituiti da materiali sinterizzati anch'essi incapsulati in opportuni involucri dotati di flange (difficilmente commerciabili).

Le fughe geometriche, capillari o setti porosi, possono essere utilizzate con qualunque tipo di gas, dall'elio ai refrigeranti e possono essere collegate ad un sistema in vuoto o alla pressione atmosferica. Per essi la temperatura non è così critica come per le fughe a permeazione: infatti hanno un coefficiente di temperatura minore di $0,5 \times 10^{-2}$ °C⁻¹ che, in genere, è trascurabile se la temperatura di lavoro non è molto diversa da quella di taratura. Le fughe descritte, siano esse a permeazione o geometriche, per essere considerate delle fughe di riferimento necessitano della taratura la quale è effettuata con riferimento a flussometri primari, campioni nazionali, oppure per confronto con delle fughe a loro volta tarate rispetto ai campioni primari [5].

Incerteze di misura

L'incertezza estesa dei sistemi primari, dei trasduttori di pressione e delle fughe di riferimento, descritti precedentemente, è riassunta nella seguenti tabelle (tab.1, 2).

Intervallo di pressione/flusso	Sistema primari	Modo	Incertezza tipo
10^{-6} Pa ÷ 10^{-1} Pa	Espansione continua	Assoluto	2×10^{-2} ÷ 6×10^{-3}
0,1 Pa ÷ 1000 Pa	Espansione statica	Assoluto	$1,5 \times 10^{-3}$ ÷ $8,2 \times 10^{-4}$
100 Pa ÷ 120 kPa	Manobarometro interferometrico	Assoluto/relativo	$1,2 \times 10^{-3}$ ÷ $0,3 \times 10^{-5}$
1,4 kPa ÷ 1 GPa	Bilance di pressione	Assoluto/relativo	$1,0 \times 10^{-5}$ ÷ $3,0 \times 10^{-5}$
$2 \cdot 10^{-9}$ Pa m ³ /s ÷ 10^{-3} Pa m ³ /s	Flussometro con riferimento al vuoto		$3,0 \times 10^{-2}$ ÷ $5,0 \times 10^{-3}$
$1 \cdot 10^{-6}$ Pa m ³ /s ÷ 10^{-4} Pa m ³ /s	Flussometro con riferimento alla pressione atmosferica		$5,0 \times 10^{-2}$ ÷ $5,0 \times 10^{-3}$

Tabella 1. Incertezza tipo dei sistemi primari dell' INRIM

Intervallo di pressione/flusso	trasduttori	Modo	Incertezza tipo
$10^{-6}\text{Pa} \div 10^{-2}\text{Pa}$	vacuometri a ionizzazione	Assoluto	$2,5 \times 10^{-2}$
$10^{-2}\text{Pa} \div 10\text{Pa}$	vacuometri a sfera rotante	Assoluto	$1,5 \times 10^{-2} \div 8,0 \times 10^{-3}$
$0,1\text{Pa} \div 100\text{kPa}$	Trasduttori a membrana capacitivi	Assoluto/Relativo	$2,8 \times 10^{-3} \div 1,3 \times 10^{-5}$
$1\text{kPa} \div 100\text{MPa}$	trasduttori a bilanciamento di forza, ad elica, a struttura vibrante	Assoluto	$1 \times 10^{-3} \div 7 \times 10^{-5}$
$10^{-9}\text{Pa m}^3/\text{s} \div 10^{-8}\text{Pa m}^3/\text{s}$	Fughe a permeazione	-----	$5 \times 10^{-2} \div 2,5 \times 10^{-2}$
$10^{-8}\text{Pa m}^3/\text{s} \div 10^{-3}\text{Pa m}^3/\text{s}$	Fughe a capillare	-----	$2,5 \times 10^{-2}$

Tabella 2. Incertezza tipo dei trasduttori di pressione e della fughe di riferimento tarate presso l'INRIM

Conclusioni

Nel presente articolo sono stati presentati i campioni primari di pressione e di flusso gassoso realizzati presso l'INRIM e le principali caratteristiche dei trasduttori di pressione e delle fughe di riferimento. Per la valutazione dell'incertezza dei trasduttori/fughe è necessario considerare tutte le componenti d'incertezza associate alle grandezze coinvolte nella misurazione. A livello di taratura presso l'INRIM, le componenti considerate riguardano il campione di riferimento e le componenti di incertezza tipiche del trasduttore. A livello industriale la determinazione delle perdite con il metodo a risalita di pressione o con i gas traccianti è effettuata mediante l'uso di trasduttori/fughe. L'incertezza associata alla perdita è valutata componendo l'incertezza riportata sui certificati di taratura dei trasduttori/fughe con le componenti d'incertezza legate al contesto di misura in cui vengono adoperati.

La corretta riferibilità al SI e la conseguente corretta valutazione dell'incertezza delle grandezze in gioco è in ambito industriale una condizione indispensabile per ottenere risultati ottimali nelle attività di misurazione con evidenti ricadute nel controllo di processo e nella qualità di prodotti e servizi.

Bibliografia

- [1] G. Barbato "Misurare per decidere" Ed. Esculapio srl, Bologna, 2002
- [2] Linea guida per la taratura di trasduttori di pressione SIT/Tec-003/03, 2003
- [3] A. Calcatelli, G. Raiteri, G. Rumiano, Measurement 34(2) 121-132, 2003
- [4] M. Bergoglio, A. Calcatelli, G. Rumiano, "Impatto dell'accordo di Mutuo Riconoscimento (MRA) sulle misure di pressione in Italia (IMGC-CNR e centri accreditati SIT)" Atti del IV Congresso "Metrologia & Qualità", Febbraio 2005
- [5] A. Calcatelli, M. Bergoglio, D. Mari "Leak detection, calibrations and reference flows: practical example" in corso di stampa su Vacuum