

O desafio da metrologia a muito baixas pressões

A.P.Fonseca, A.S.Matos e O.M.N.D. Teodoro

METROVAC – Laboratório de Tecnologia e Metrologia de Vácuo (metrovac@fct.unl.pt)

Centro de Física e Investigação Tecnológica— CEFITEC,

Departamento de Física da FCT/UNL



Introdução

Cada vez mais processos tecnológicos requerem atmosferas controladas a pressões muito baixas (vácuo). Por exemplo, plasmas para iluminação ou lasers, necessitam de pressões entre 1000 e 10 Pa; a produção de filmes finos necessita de pressões inferiores a 10^{-2} Pa; espectrómetros de massa, cinescópios ou aparelhos de raios-X necessitam de pressões da ordem de 10^{-4} Pa. Outras aplicações relacionadas com o crescimento de cristais semicondutores e processos em superfícies necessitam de pressões até 10^{-8} Pa. Pressões ainda mais baixas são necessárias nos grandes aceleradores. Estas pressões podem atingir valores 10^{13} vezes inferiores à pressão atmosférica!

Medir a pressão até 100 Pa ($\approx 1,3$ torr) é um processo que pode ser facilmente efectuado directamente em unidades do SI, mas a pressões inferiores a determinação da pressão tem de ser feita por processos indirectos tornando um desafio a sua calibração. Neste trabalho resume-se o estado de arte neste domínio.

Métodos de medição de pressão

Existem dois modos distintos de medição da pressão: os métodos directo e indirecto.

No método directo, a determinação da pressão não depende da natureza do gás mas sim das suas propriedades elásticas. As medições podem ser obtidas através do equilíbrio da força exercida pelo gás por unidade de área plana, por exemplo, a força hidrostática de uma coluna de gás ou líquido. São exemplos de aplicação deste método as colunas de mercúrio ou os sensores de deformação elástica do tipo *Bourdon* (vulgarmente designados de manómetros de pressão). Estes medidores apenas são usados até pressões de aproximadamente 100 Pa com uma incerteza aceitável. Abaixo deste valor torna-se complicado fazer a medição devido às limitações dos instrumentos utilizados. A amplificação do sinal primário seja ele mecânico, óptico ou eléctrico (devido a vibração, histerese ou tensão de vapor de mercúrio), constitui uma fonte adicional de incerteza associada na maior parte dos casos, ao instrumento de medição.

No método indirecto, executa-se a medição de uma determinada propriedade do gás sendo o valor da pressão deduzido através das relações teóricas. Estas propriedades podem ser a condutibilidade térmica, a capacidade eléctrica, a probabilidade de ionização ou o coeficiente de atrito. Estas propriedades têm uma relação conhecida com a pressão, o que permite a sua determinação.

São exemplos deste tipo os Piranis que funcionam muito bem entre 100 Pa a 10^{-1} Pa. Neste intervalo, a condutibilidade térmica dos gases varia consideravelmente. A resistência de um filamento quente colocado em vácuo depende da sua temperatura. A variação da pressão faz variar a temperatura deste filamento com consequente efeito na sua resistência, permitindo assim obter uma leitura que depende da pressão. Outro exemplo, são os manómetros de ionização que operam bem entre pressões de 10^{-1} Pa e 10^{-8} Pa. Com alguns cuidados, o seu limite pode ser estendido até 10^{-10} Pa [3]. Estes manómetros ionizam átomos ou moléculas do gás remanescente medindo a corrente resultante que chega a um colectador. Esta corrente fornece uma medida da pressão.

A grande desvantagem destes manómetros indirectos é que as medidas fornecidas dependem, não somente da pressão, mas também da natureza do gás. Um gás como o argón arrefece menos um Pirani e é mais difícil de ionizar do que o ar, pelo que, se a atmosfera residual estiver alterada, é necessário usar factores de correcção. Embora normalmente, estes medidores sejam calibrados para o ar, podem também ser calibrados para qualquer outro gás. O maior problema será quando a atmosfera residual for desconhecida.

Calibrar a baixas pressões

Não existem medidores que possam servir como padrões primários em toda esta gama de baixas pressões. Por este motivo, a calibração é efectuada de 2 modos diferentes, dependendo do intervalo de pressões [1,2].

Até 100 Pa a pressão pode ser medida directamente com colunas de mercúrio, com muito baixa incerteza. Quando a variação de altura de um manómetro de coluna é muito pequena (pressões inferiores a 100 Pa) as leituras são extremamente críticas. Pode no entanto comprimir-se o gás, que ocupa um volume relativamente pequeno de modo a obter uma pressão susceptível de ser medida com uma coluna. Sabendo-se a razão de compressão é possível calcular-se a pressão inicial. Os vacuómetros de *McLeod* baseiam-se neste princípio podendo atingir 10^{-4} Pa.

Para pressões inferiores usam-se geradores de pressão por expansão. Por exemplo um volume de 1 L a 100 Pa é expandido para um volume total de 1000L. A pressão resultante é calculada pela aplicação da lei de *Boyle*:

$$P_1V_1 = P_2V_2$$

Com os valores de volume e pressão referidos, a pressão resultante será 1000 vezes inferior à pressão inicial ou seja 10^{-1} Pa. Este processo pode ser repetido, efectuando uma segunda expansão de uma parte do volume a esta pressão para um volume muito maior, obtendo-se uma pressão ainda mais baixa. Embora este processo pareça muito simples apresenta grandes dificuldades técnicas a pressões inferiores a 10^{-1} Pa. A pressão inicial do volume de expansão deve ser muito baixa e a temperatura tem de se manter constante assim como o volume (expansão isotérmica e paredes indeformáveis). Mas a principal dificuldade vem do facto que todos os materiais libertam gás. A pressões muito baixas, as superfícies dos materiais desgaseificam pelo que a pressão está sempre a aumentar.

Por este motivo, para pressões muito baixas existem variantes deste método de expansão estática. Por exemplo a expansão é realizada para um volume inicial conhecido, mas com a possibilidade de ser aumentado. A pressão desse volume é monitorada por um processo indirecto e mantida constante por aumento contínuo desse volume. Desta forma, o gás que se liberta das superfícies internas irá ocupar um volume adicional, mantendo a pressão constante durante algum tempo. Outro modo mais simples, é determinar a subida de pressão em função do tempo na ausência de expansão e subtrair essa pressão continuamente à pressão obtida após a expansão. A gama de pressão possível de produzir através destes tipos de geradores situa-se entre 1000 Pa os e 10^{-8} Pa. Com base nestas pressões, podem-se calibrar padrões secundários que já podem operar com base em métodos indirectos.

O manómetro capacitivo, o *spinning-rotor* e o manómetro de ionização são frequentemente utilizados como padrões secundários.

O manómetro capacitivo é formado por 2 câmaras separadas por uma membrana metálica deformável. A variação da pressão produz uma variação da deformação da membrana resultando na variação da sua capacidade eléctrica. O valor da capacidade é medido numa ponte de condensadores fornecendo uma medida da pressão. Os manómetros capacitivos têm-se tornado omnipresentes em sistemas de vácuo devido à sua fácil utilização, à sua compatibilidade com a maior parte dos gases e à sua excelente resolução e incerteza na medida. Podem ser operados desde pressões superiores à atmosfera até 10^{-4} Pa.

Para pressões até 10^{-6} Pa são comuns os manómetros do tipo rotor (*spinning-rotor*). Estes manómetros medem a taxa de desaceleração de uma esfera que levita em vácuo. A esfera recebe um impulso magnético que a coloca em rotação e a sua velocidade angular é medida em função do tempo. Quando mais baixa for a pressão, menor é o atrito e menor a sua desaceleração. Desta forma é possível obter uma medida que depende da pressão. No entanto, a medida de pressão deste manómetro depende também do tipo de gás (do atrito que produz na esfera) pelo que tem de ser calibrado para um determinado gás.

O manómetro de ionização é o padrão secundário com menor limite de pressão, até 10^{-10} Pa, aproximadamente [3]. A estas pressões há necessidade de blindar muito bem os colectores e qualquer radiação (X e gama) que possa produzir uma corrente sem ser proveniente da ionização do gás residual. Este tipo de manómetro também fornece uma medida muito dependente do tipo de gás.

Conclusão

As calibrações de medidores de pressão até 100 Pa são fáceis de realizar e são disponibilizadas por vários laboratórios nacionais. Pressões inferiores, até 10^{-2} Pa, apenas são realizadas por um laboratório em Portugal. Estas calibrações conseguem cobrir a maior dos medidores de vácuo da indústria nacional. Neste limite de pressão não existe nenhum padrão primário em Portugal.

Noutros países europeus a capacidade de calibração a muito baixas pressões é muito maior, como se ilustra na tabela seguinte (valores para a melhor capacidade de cada país) [4]. Esta capacidade é um reflexo do desenvolvimento tecnológico das suas indústrias bem com da sua competência científica.

Em Portugal, espera-se que o desenvolvimento tecnológico em curso, associados aos processos de certificação de qualidade, continuem a requerer a calibração de medidores até pressões cada vez mais baixas.

Referências

- [1] BERMAN, A. – Total Pressure Measurements in Vacuum Technology, Academic Press, 1985.
- [2] Technical Specification ISO/TS3567: 2005 (E), Vacuum Technology- Vacuum Gauges.
- [3] AKIMICHI, H e HIRATA, M.- Metrologia **42** (2005) S184.
- [4] Conforme pesquisa efectuada em Outubro de 2006 nos sítios da internet indicados na página da European Accreditation para cada país

País	Limite de pressão (Pa)	Incerteza (%)
Espanha	10^{-4}	1
França	10^{-5}	1
Itália	10^{-5}	1
Eslovénia	10^{-5}	6
Polónia	10^{-6}	5
Alemanha	10^{-9}	10
República Checa	10^{-7}	12