

2
2ej.

**Universidad Nacional
Autónoma de México**

FACULTAD DE CIENCIAS

**Automatización y Control de
Líneas de preparación de
Gases para Análisis Isotópicos**

**TESIS PROFESIONAL
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
FISICO
PRESENTA
RICARDO CESAR ARZATE TRUJILLO**

MEXICO, D. F.

1994

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

A mis padres: *Francisco César Arzate Portilla* y *Dolores Trujillo Flores*, por el amor y las enseñanzas que siempre me brindaron; y porque considero que les debo, en todos los aspectos, el haber llegado a esta anhelada meta.

A mis hermanos: *Carlos, Silvia* y *Luz María*.

A mis inolvidables abuelos: *Francisco Arzate* y *Jesús Trujillo*, dos grandes hombres.

Agradezco al Fís. *Francisco Fernández Escobar*, en primer lugar por haber aceptado ser mi director de tesis; enseguida por haberme tenido toda su confianza y apoyo; además por haber compartido sus valiosísimos conocimientos, sin los cuales nunca hubiera podido seguir adelante; y finalmente por la paciencia tan increíble que me tuvo.

Agradezco a los integrantes del jurado:

M. en C. *Justino Guzmán López*, M. en C. *José Luis Pérez Silva*, Dr. *Luis Felipe del Castillo Dávila* y Dr. *Fernando Alba Andrade*, por sus certeros y valiosos comentarios vertidos sobre este trabajo.

Mi agradecimiento también se extiende al personal del laboratorio de *Espectrometría de Masas* del *I.F.U.N.A.M.*, especialmente a *Edith Cienfuegos* y a *Isabel Casar* ya que en dicho laboratorio se me proporcionó la ayuda tanto de asesorías como moral para llevar a cabo la parte experimental de este trabajo.

Agradezco al Sr. Edgar Méndez por las facilidades proporcionadas en su laboratorio y por su confianza.

Agradezco a la Sra. Martha González y a su hija Martitha por su amistad y su estímulo constante.

A mis profesores y amigos de la facultad de ciencias.

INDICE

| | |
|----------------------------------------------------------------------|----|
| INTRODUCCION | 3 |
| 1. MEDIDORES DE PRESION | |
| 1.0 Antecedentes históricos | 5 |
| 1.1 Medidores líquidos | 7 |
| 1.2 Medidores mecánicos | 12 |
| 1.3 Medidores por viscosidad | 15 |
| 1.4 Medidores radiométricos | 17 |
| 1.5 Medidores por conductividad térmica | 20 |
| 1.6 Medidores por ionización | 22 |
| 1.7 Medidores con fuentes radioactivas | 23 |
| Referencias | 23 |
| 2. TRANSDUCTOR PIRANI | |
| 2.1 Línea de vacío | 25 |
| 2.2 Dependencia de la conductividad térmica con la presión | 27 |
| 2.3 Caracterización de un medidor pirani de manufactura Holandesa | 32 |
| 2.4 Variantes en el diseño de un medidor pirani | 35 |
| 2.5 Curva calibrada de trabajo del pirani | 38 |
| 2.6 Análisis de la linealidad de la conductividad térmica | 40 |
| 2.7 Variación de la resistencia con la presión | 46 |
| Referencias | 47 |
| 3. PROCESAMIENTO DE LA SEÑAL DEL TRANSDUCTOR | |
| 3.1 Sistema de adquisición de datos | 48 |
| 3.2 Modelado de funciones no-lineales | 50 |
| 3.3 Método de aproximación por segmentación lineal | 54 |
| 3.4 Diodos de precisión | 60 |
| 3.5 Implementación del proceso de linealización | 63 |
| 3.6 Fuente de corriente | 64 |
| 3.7 Desarrollo de dos versiones | 65 |

| | | |
|------|------------------------------------------------------------------------|-----|
| 3.8 | Métodos particulares de linealización por aproximación suave | 66 |
| 3.9 | Método de linealización por respuesta en fotoresistencia | 70 |
| 3.10 | Integración final del circuito | 76 |
| | Referencias | 79 |
| | | |
| 4. | SISTEMA DE CONTROL PARA LINEA DE VACIO | |
| 4.1 | Descripción de las líneas de preparación | 81 |
| 4.2 | Técnica de preparación de muestras de agua para análisis de oxígeno-18 | 82 |
| 4.3 | Instrumentación del sistema de control | 84 |
| | 4.3.(a) Medidor de presión (1 a 1000 micrones) | 85 |
| | 4.3.(b) Servoválvulas | 85 |
| | 4.3.(c) Posicionadores de refrigerantes | 86 |
| | 4.3.(d) Controlador de temperatura | 91 |
| 4.4 | Integración del sistema | 92 |
| 4.5 | El "bus" IEEE 488 | 92 |
| 4.6 | Interfaces para una computadora | 97 |
| | 4.6.(a) Interface "receptora" | 98 |
| | 4.6.(b) Interface "emisora" | 101 |
| 4.7 | Sistema de control general | 102 |
| | Referencias | 103 |
| | | |
| 5. | EVALUACIONES Y CONCLUSIONES | |
| 5.1 | Evaluación del sistema medidor de vacío | 106 |
| 5.2 | Conclusiones generales | 115 |
| | | |
| | APENDICE | 116 |
| | | |
| | TABLA DE PRESIONES | 120 |

INTRODUCCION

Los procesos de laboratorio se renuevan día con día, debido al avance de la ciencia y al desarrollo vertiginoso de la tecnología. La electrónica contribuye en una forma definitiva en todos los ámbitos de la vida cotidiana, y las técnicas de laboratorio no son la excepción. Uno de los campos que ofrece un gran atractivo a todos los niveles es el de la automatización; y en base a esta ventaja surgió la idea de aplicarlo a procesos que requieren de demasiado tiempo de manejo y operación por personal especializado.

Para determinar la calidad de algunos productos, se hacen estudios de los isótopos ambientales contenidos en ellos (carbono, hidrógeno y oxígeno), por medio de un espectrómetro de masas.

Para que el análisis tenga sentido, se dispone de varias muestras; pero éstas requieren de una preparación previa que consiste en la depuración e intercambio químico de sustancias. Tal preparación se efectúa dentro de tuberías de vidrio al vacío, mejor conocidas como "líneas de vacío".

El objetivo planteado para este trabajo de tesis fué el de convertir (ó en el último de los casos adaptar) la línea de preparación para su optimización y automatización. En base a esto, el trabajo se desarrolló como a continuación se describe.

En el capítulo 1, se hace una investigación bibliográfica sobre la extensa variedad de transductores que existen para medir presión; haciendo una clasificación de acuerdo al principio que utilizan y exhibiendo los intervalos de operación, ventajas y desventajas que presentan.

En el capítulo 2, se propone el uso de un transductor -a saber

el medidor de presión tipo *pirani-*, el cual es caracterizado y posteriormente desarrollado en prototipo; lo cual implica hacer un estudio de la conductividad térmica de gases a presiones bajas en presencia de filamentos metálicos calentados eléctricamente; además se discute la relación entre la presión de un gas y los parámetros del filamento. Posteriormente se evalúa el transductor utilizando curvas de calibración mediante equipos de patente.

En el capítulo 3, la señal del transductor de vacío por efecto *pirani*, es procesada adecuadamente a través de dispositivos electrónicos, culminando en la obtención de valores de voltaje análogos a los valores de presión existentes en la línea de preparación. Dentro de la etapa del procesamiento de la señal se contemplan varias versiones para efectuar la linealización de ésta, haciendo una evaluación de las que fueron seleccionadas definitivamente.

En el capítulo 4, se discute la problemática en torno a un proceso de preparación de muestras en particular, y se presentan los elementos requeridos para hacer posible su automatización. Se plantean y desarrollan las técnicas para interconectar dichos elementos sobre la línea, con una computadora, a través del protocolo *IEEE-488*.

Finalmente se presentan las conclusiones generales del trabajo que se elaboró.

1. MEDIDORES DE PRESION

1.0 Antecedentes históricos

El ser humano, -entre otros seres vivos-, ha existido desde su origen inmerso en una masa gaseosa que rodea a la Tierra y que lleva el nombre de *atmósfera*. El deseo innato en el hombre de averiguar sobre su medio ambiente, lo ha impulsado a través de su historia al conocimiento de tal atmósfera (entre otros), la cual se ha estudiado mediante varias disciplinas como son la Biología, Química, Física, etc.

Particularmente dentro de la Física, uno de tantos puntos de interés ha sido tanto el evaluar la presión que ejerce sobre la superficie terrestre dicha capa de aire, de aproximadamente 100 Km de espesor, así como la reproducción local y variada de sus efectos para múltiples aplicaciones, una de las cuales ha motivado este trabajo.

Se presenta en este capítulo un breve desarrollo histórico sobre el conocimiento de presión, describiendo varios tipos de instrumentos desarrollados para la medición de tal parámetro físico.

El primero que midió el peso del aire fué Galileo Galilei en el siglo XVI bajo condiciones muy rudimentarias; posteriormente, Otto Von Guericke hizo otra determinación del peso del aire, para lo cual inventó una bomba neumática e hizo una demostración espectacular de la presión que ejerce la atmósfera sobre la superficie terrestre, mediante su célebre experimento de los hemisferios de Magdeburgo. Mientras tanto Torricelli y Viviani, discípulos de Galileo, ideaban un método para medir la presión atmosférica usando un tubo de vidrio y mercurio.

No pasó mucho tiempo para que se descubriera que la presión atmosférica varía con la altura, y fué Blas Pascal el primero que lo notó, con ayuda de un tubo de Torricelli; con esto, se inicia el desarrollo de instrumentos dedicados a medir variaciones de presión atmosférica, o barómetros.

Paralelamente al desarrollo de los barómetros, se empezó a conocer la importancia de extraer el aire del interior de un recipiente cerrado, evaluando los cambios de presión existentes en tal medio; lo que actualmente se conoce como *hacer y medir vacío*. Conviene aclarar que, estrictamente la palabra *vacío* se utiliza para denominar a las presiones bajas, y no se trata de una cantidad física medible en el sentido de lo que es la masa, la longitud, la presión, etc; por ende, el *hacer y/o medir vacío*, debe entenderse respectivamente como obtener y/o evaluar presiones bajas. En el desarrollo de este trabajo se utiliza la palabra *vacío*, de acuerdo a lo anterior.

Volviendo a la historia, Galileo mencionaba que en el vacío todos los objetos caerían a la misma velocidad, aseveración que años más tarde se comprobaría experimentalmente gracias a la invención de la bomba para extraer aire, hoy conocida como *bomba de vacío*.

El desarrollo de las técnicas de vacío originan en la época moderna el descubrimiento de las lámparas al vacío con filamento incandescente, luego llegaron los tubos de rayos catódicos, posteriormente vino el gran auge de las válvulas electrónicas y la aplicación fue aumentando vertiginosamente en el campo de las ciencias experimentales. Las bombas se fueron haciendo cada vez más eficientes y en su construcción se emplearon principios de diversa índole; tal desarrollo ha tenido verdadera participación en el campo industrial, y por citar tan sólo unos pocos ejemplos, se tienen la conservación de alimentos en recipientes sellados al alto vacío, la fabricación de dispositivos electrónicos de estado sólido, depositado de metales en vidrio y otros materiales, etc.

Tan importante como las bombas, son los medidores de presión no-atmosférica o manómetros que se encuentran en una gama muy amplia y los cuales pueden ser clasificados, en primera instancia, por el intervalo de operación, o bien, por el principio de funcionamiento usado.

Los medidores de vacío pueden ser de lectura *directa* ó de lectura *indirecta*. Aquéllos que miden la presión haciendo el cálculo de la fuerza ejercida sobre la superficie de un fluido por medio del flujo de las partículas incidentes se llaman medidores por lectura *directa*. Los medidores por lectura *indirecta* son los que registran la presión al medir una propiedad del gas que cambia

en una forma predecible con la densidad del gas. En la figura 1.1 aparece una clasificación de los medidores de vacío más relevantes de acuerdo al intervalo de operación.

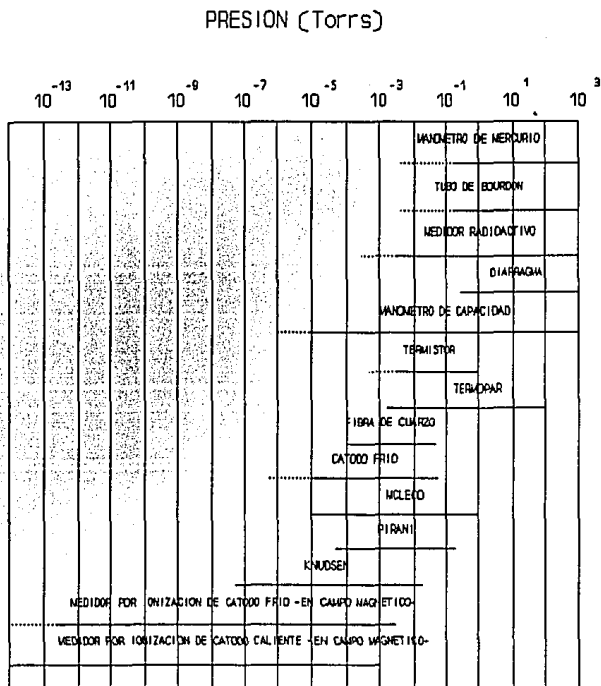


Figura 1.1 Intervalos de presión para diferentes tipos de medidores de presión.

Enseguida se mencionan los más representativos en lo que a sencillez y aplicabilidad se refiere.

1.1 Medidores líquidos

Estos medidores son los más simples en cuanto a su funcionamiento se refiere, tienen como ventaja el medir en forma absoluta y no depender del gas que miden. A continuación se discuten algunos casos específicos.

1.1.1 Manómetro en "U" cerrado

No depende de la presión atmosférica por tener una rama cerrada y al vacío. La medición de la presión se hace directamente midiendo diferencias de niveles, ver figura 1.2.

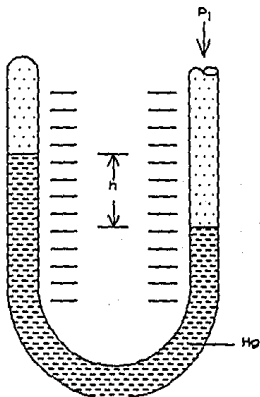


Figura 1.2 Manómetro en "U" cerrado.

La relación para calcular la presión p_i a medir está dada por,

$$p_i = p_0 + \rho gh \quad (1.1)$$

donde p_0 es la presión atmosférica, ρ es la densidad del líquido, g es la aceleración de la gravedad y h es la diferencia de alturas del líquido.

Con este instrumento se pueden medir presiones desde cercanas a la presión atmosférica hasta no menores de 1 torr. El líquido que usan es comúnmente mercurio, no obstante los hay que emplean aceite, aunque no se recomiendan porque contaminan demasiado.

1.1.2 Manómetro de Rayleigh

Este medidor tiene dos bulbos de vidrio, uno de ellos se comunica a una presión de referencia mientras que el otro va al

sistema donde se desea medir la presión, ver figura 1.3.

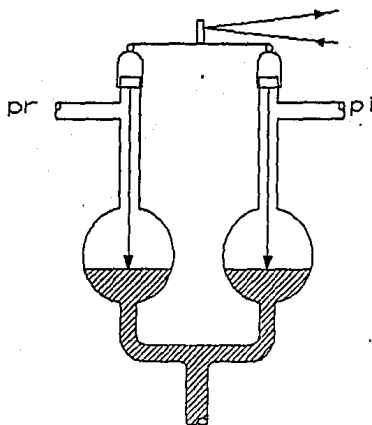


Figura 1.3 Forma diferencial del manómetro de Rayleigh.

Sellados a los bulbos se tienen dos *apuntes de nivel* hechos de vidrio unidos exteriormente por un marco móvil. Por la parte inferior están comunicados los bulbos con una conexión de vidrio en T por la cual llega una columna barométrica de mercurio cuyo nivel alcanza a los bulbos pudiéndose nivelar a través de un depósito móvil que contiene al mercurio. Para efectuar una medición se tienen que ajustar los apuntes manualmente para que toquen levemente a las superficies del mercurio y observar la deflexión del marco mediante un espejo fijo sobre él. Se pueden obtener lecturas de presión entre 1 torr y 10^{-3} torrs.

1.1.3 Manómetro de nivel óptico

Se trata de otra versión del anterior, consiste en un manómetro en "U" de mercurio que tiene en una de sus ramas (para medir la variación de nivel) un espejo móvil conectado a un flotador pequeño como se ve en la figura 1.4, a fin de medir la variación.

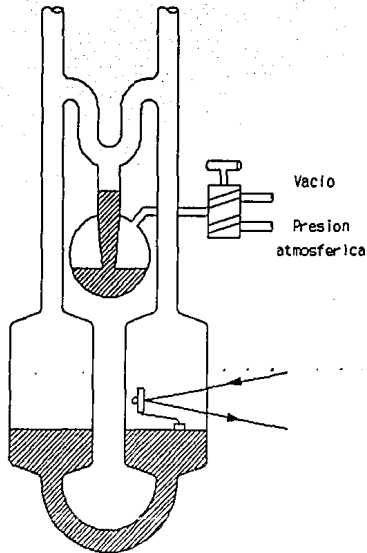


Figura 1.4 Manómetro de nivel óptico.

Para poner un cero en la lectura, existe una válvula que une a las dos ramas en la parte superior; al estar abierta permite evacuar todo el sistema. Cuando se cierra la válvula se obtiene la lectura correspondiente a la diferencia de presión. La sensibilidad del medidor es de 10^{-3} torrs.

1.1.4 Medidor McLeod

El medidor McLeod se usa para la calibración de otros medidores, alcanzando a medir aproximadamente presiones de 10^{-4} Torr. El método que usa este medidor consiste en comprimir un volumen dado V del gas cuya presión p_1 es la que interesa determinar, hasta un volumen mucho más pequeño v con una presión p que se mide directamente con el dispositivo. Estas variables están relacionadas por la ley de Boyle:

$$pv=p_1V$$

$$(1.2)$$

En la figura 1.5 aparece una de las variedades más simples del medidor en la que se observa un bulbo de volumen V conectado a un tubo capilar cerrado por uno de sus extremos (A); por otro lado, el bulbo está conectado tanto al sistema de baja presión y a una columna capilar (B); como también (parte inferior) a un depósito conteniendo mercurio, susceptible de presión mecánica mediante un émbolo.

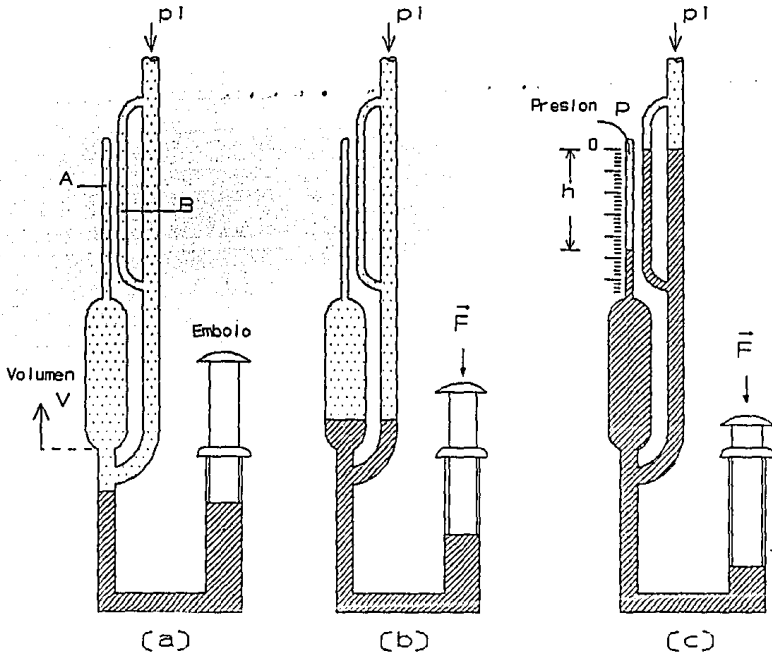


Figura 1.5 Medidor McLeod.

Para hacer mediciones se empieza a sumir el émbolo haciendo que el nivel de mercurio suba como se ve en las figuras 1.5(b) y 1.5(c); hasta que el nivel en el capilar (B) coincida con el cero en la escala del capilar (A).

El gas en el bulbo se ha comprimido hasta alcanzar un punto

inferior dentro del tubo capilar (A), el gas ahora tiene un volumen v y una presión p que es la suma de la presión p_1 en el sistema y la de la columna de mercurio de altura h , es decir,

$$p = p_1 + h \quad (1.3)$$

donde h está dada en mm-Hg.

El volumen v del gas encapsulado es,

$$v = ah \quad (1.4)$$

, donde a es el área de la sección transversal del capilar (A).

Sustituyendo (1.3) y (1.4) en la ecuación (1.2), se obtiene que,

$$(p_1 + h) ah = p_1 V \quad (1.5)$$

o bien,

$$p_1 = \frac{ah^2}{V - ah} \quad (1.6)$$

El término ah resulta mucho menor que V , así que se puede hacer una aproximación de la ecuación (1.6), es decir,

$$p_1 = \left(\frac{a}{V}\right) h^2 = Kh^2 \quad (1.7)$$

donde K se conoce como constante del medidor, y se expresa en unidades de mm-Hg/mm².

1.2 Medidores mecánicos

Este tipo de medidores aprovecha la deformación que sufre una

pared delgada (membrana) bajo presión. No resultan buenos medidores absolutos, más bien se usan como indicadores. A continuación se describen algunos.

1.2.1 Manómetro Bourdon

Consiste en un tubo de material flexible de sección transversal elíptica, enrollado en forma ya sea de "C", de espiral ó helicoidal, que se conecta al sistema que va a ser medido (figura 1.6). El tubo Bourdon espiral está sellado a otra cámara en la cual la presión puede ser ajustada. Al variar la presión dentro del tubo, cambia el radio, lo cual se manifiesta a través de una serie de engranes conectados a una aguja indicadora; o bien, se pueden usar ampliamente con transductores eléctricos para hacer mediciones de desplazamiento por medio de potenciómetros, condensadores, transformadores diferenciales, etc. La sensibilidad de estos medidores es de alrededor de 100 micrones.

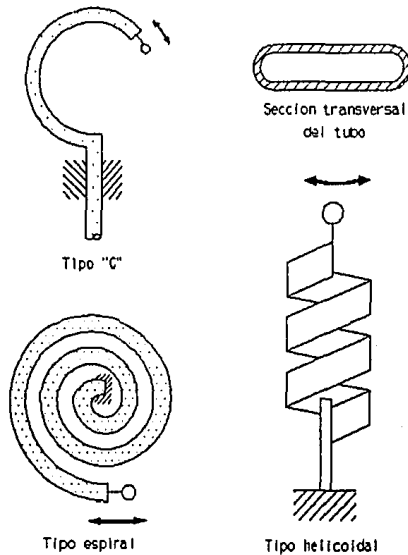


Figura 1.6 Variedades de manómetro de Bourdon.

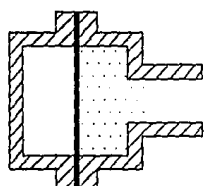
1.2.2 Manómetros de diafragma y de fuelle

Tienen gran similitud con los medidores anteriores, con la diferencia de que es un diafragma, o bien un fuelle el que mueve al sistema de engranes, (figura 1.7). Existen versiones de diafragmas planos para ser usados con transductores eléctricos que registran la deflexión central usando transductores de desplazamiento, ó a través de medidores de deformación (*strain gages*) empalmados al diafragma.

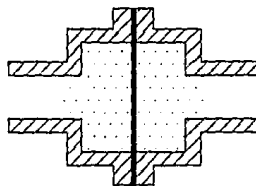
Son útiles en el inicio de la evacuación de un sistema, ya que dan un buen indicio de la velocidad de bombeo y con esto pueden detectar la presencia de fugas más o menos grandes. Sus ventajas son que no producen cambios considerables de volumen al sistema; se aplican en presencia de algunos gases corrosivos.

Sus desventajas son las deformaciones que sufren a altas presiones y la sensibilidad a los cambios de temperatura.

MEDIDORES DE DIAFRAGMA

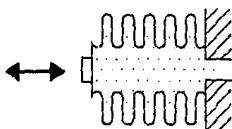


Absoluto

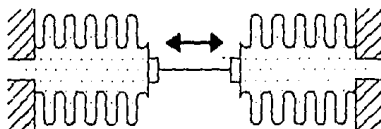


Diferencial

MEDIDORES DE FUELLE



Absoluto



Diferencial

Figura 1.7 Manómetros de diafragma y de fuelle.

1.3 Manómetros por viscosidad

La teoría cinética de los gases predice que la viscosidad de un gas es directamente proporcional a la presión, para valores menores que 10^2 Torr; mientras que para presiones mayores que 1 Torr la viscosidad es independiente de la presión. Aunque la variación de la viscosidad es diferente para cada gas, se pueden construir medidores de presión calibrados para un determinado gas.

Este tipo de manómetros aprovechan el hecho de que cuando una superficie se mueve con velocidad constante v con respecto a otra superficie estacionaria, la fuerza tangencial B para bajas presiones viene dada por [1],

$$B = KvP\sqrt{\frac{M}{T}} \quad (1.8)$$

donde K es una constante, P es la presión, M es la masa molecular y T es la temperatura absoluta.

La expresión anterior, que encierra el principio de funcionamiento de los manómetros de viscosidad, tiene como dos aplicaciones principales los casos siguientes:

1.3.1 Manómetro de disco rotatorio

Dentro de un bulbo de vidrio se encuentra un disco rotatorio. Coaxialmente a éste y por arriba, está suspendido mediante una fibra de cuarzo otro disco hecho de mica muy delgada. El alambre de soporte sostiene también un espejo pequeño. Al girar el disco inferior, -que está hecho de aluminio-, produce una torca sobre el disco ligero, formando un ángulo α dado por la relación siguiente, donde τ es el período de oscilación, r es el radio del disco rotatorio, I es el momento de inercia del disco colgante, ω es la velocidad angular del disco y K depende del gas. De esta manera, el ángulo de deflexión α proporciona una medida de la presión

$$\alpha = \frac{K\tau^2 v^2}{I} P\omega \sqrt{\frac{M}{T}} \quad (1.9)$$

existente dentro del bulbo de vidrio.

1.3.2 Manómetros de aspas rotatorias

Este medidor es sólo otra versión del anterior en el cual se mide la viscosidad por medio de dos cilindros coaxiales, como se aprecia en la figura 1.8. El cilindro interior gira a velocidad constante (aproximadamente a 4000 r.p.m.) cuyas aspas transmiten momento a las aspas del cilindro exterior, el cual está conectado a un resorte de torsión que permite observar la presión sobre una escala previamente calibrada.

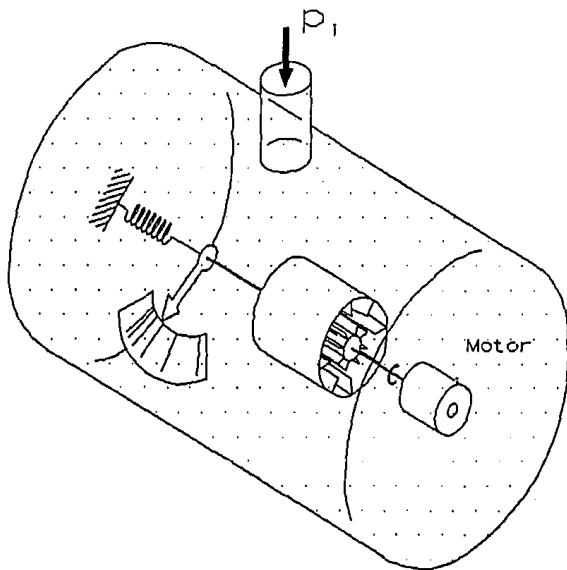


Figura 1.8 Manómetro de disco rotatorio.

1.3.3 Manómetros de tipo decremental

Estos medidores aunque también pertenecen a la misma categoría (manómetros de viscosidad), se basan en la razón de decaimiento en

el movimiento de un objeto oscilante por efectos del intercambio de momento molecular. La razón del decremento de la amplitud es tomada como una medida de la presión; el amortiguamiento de las oscilaciones corresponde a la transferencia de energía de las moléculas que golpean a la superficie del péndulo. Los medidores decrementales pueden ser construidos por fibras de cuarzo suficientemente flexibles, discos rotantes suspendidos, etc. En la figura 1.9 se muestran esquemáticamente estos medidores.

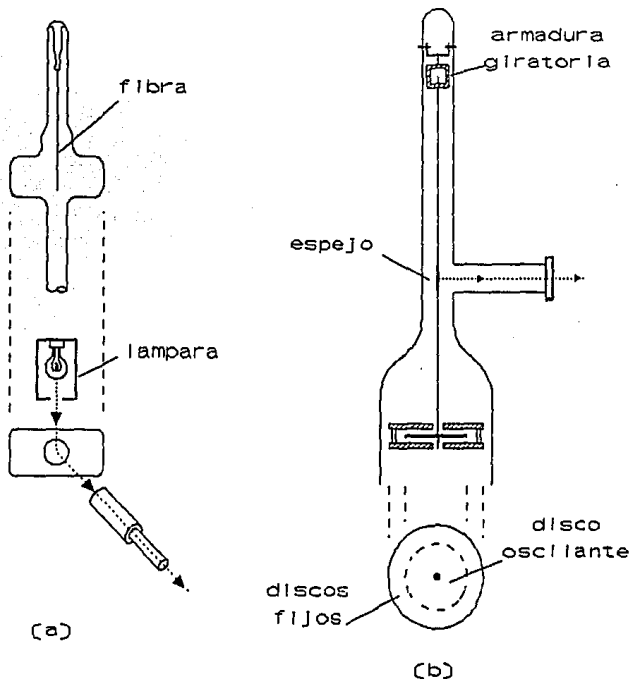


Figura 1.9 Tipos de manómetro decremental, (a) de fibra oscilante, y (b) de disco oscilante.

1.4 Medidores radiométricos

Un ejemplo típico de esta clase de medidores, es el de Knudsen, el cual tiene como principio de funcionamiento lo

siguiente. Considérese un sistema formado por dos placas paralelas separadas una distancia que es pequeña comparada con la *trayectoria libre media molecular* de las partículas a evacuar. Una placa es calentada, mientras que la otra queda fija a una suspensión móvil pero bastante sensible; de forma tal que una fuerza sobre ella pueda ser medida por la deflexión sufrida.

Considerando que el gas que rodea a las placas se encuentra a una presión P y a una temperatura T , entonces la presión P_{12} entre las dos placas, una a temperatura absoluta T_1 y otra a temperatura T_2 [3], está dada por,

$$P_{12} = \left(\frac{P}{2}\right) \left[\left(\frac{T_1}{T}\right)^{\frac{1}{2}} + \left(\frac{T_2}{T}\right)^{\frac{1}{2}} \right] \quad (1.10)$$

donde P_{12} está en dinas/cm².

La diferencia de presiones $\Delta P = P_{12} - P$ es la que produce una fuerza de repulsión entre las placas, es decir,

$$\Delta P = P_{12} - P = \left(\frac{P}{2}\right) \left[\left(\frac{T_1}{T}\right)^{\frac{1}{2}} + \left(\frac{T_2}{T}\right)^{\frac{1}{2}} - 2 \right] \quad (1.11)$$

Si se somete sólomente una placa a calentamiento, esto es, haciendo $T_2 = T$, la diferencia de presiones dá como resultado,

$$\Delta P = \left(\frac{P}{2}\right) \left[\left(\frac{T_1}{T}\right)^{\frac{1}{2}} - 1 \right] \quad (1.12)$$

De esta forma la fuerza resultante se puede obtener manteniendo el área A de las placas a un valor constante,

La característica más sobresaliente de este resultado es el

$$F = (\Delta P) A$$

(1.13)

hecho de que no depende del tipo de gas que se esté midiendo.

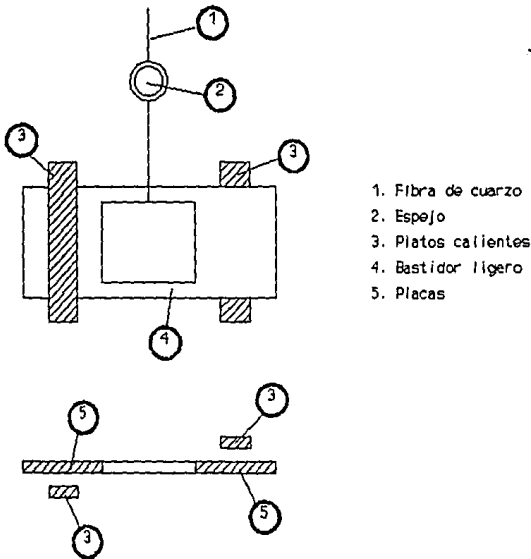


Figura 1.10 Medidor Knudsen.

De acuerdo a lo anterior, el medidor de Knudsen, está constituido por un bastidor ligero (ver figura 1.10), soportado por una fibra de cuarzo en el punto central. En los extremos del bastidor hay dos placas, cada una cercana a una placa fija a una temperatura T_1 . Cuando $T_1 > T_2$, se produce una torca sobre el bastidor haciéndolo girar, este desplazamiento angular se puede medir por medio de un espejo colocado centralmente en el bastidor que desvía un rayo de luz sobre una escala. El rango que abarca este tipo de medidor va desde 10^{-3} hasta 10^{-5} Torrs.

1.5 Manómetros por conductividad térmica

El fenómeno de la conducción de calor es explicado por la teoría cinética por medio de un modelo simple consistente en dos superficies planas, una caliente a temperatura T y otra fría a temperatura T_0 . Las moléculas que van de la superficie caliente hacia la superficie fría transportan una mayor energía que las que viajan en sentido contrario.

A presión ambiental (1 Atm) la conductividad térmica resulta independiente de la presión, siempre que la trayectoria libre media sea menor que las dimensiones del sistema. La energía de conducción E_c se expresa como

$$E_c = A\lambda \left(\frac{dT}{dx} \right) \quad (1.14)$$

donde A es el área transversal, λ es la conductividad térmica normal y dT/dx es el gradiente de temperatura.

En un análisis simple λ está dada por

$$\lambda = \eta c_v \quad (1.15)$$

donde η es la viscosidad y c_v es el calor específico a volumen constante. Un análisis más detallado incluye la energía de las moléculas rotacional y vibracional [2], dando como resultado

$$\lambda = \frac{1}{4} (9\gamma - 5) \eta c_v \quad (1.16)$$

donde $\eta = c_p / c_v$.

Para bajas presiones, la trayectoria libre media es mucho mayor que las dimensiones del sistema y las moléculas quedan prácticamente atrapadas entre las superficies (fría y caliente) sin haber interacción molecular. Entonces la conductividad térmica varía linealmente con la presión. La energía por conducción a baja presión E_k está dada por

$$E_K = \alpha \Lambda P (T - T_0) \quad (1.17)$$

donde α es el coeficiente de acomodación, Λ es la conductividad térmica molecular y P es la presión.

En la región de presión más baja, la pérdida de energía predominante es por radiación [5] y ésta viene dada por

$$E_R = \sigma A (\epsilon T^4 - \epsilon_0 T_0^4) \quad (1.18)$$

donde σ es la constante de Stefan-Boltzmann, A es el área de la superficie calentada. ϵ es la emisividad y T la temperatura de la superficie calentada; ϵ_0 y T_0 se refieren a la superficie fría.

Con base en lo anterior, existen dos tipos principales de medidores de conductividad térmica, éstos son: tipo *filamento-termopar* y tipo *pirani*; la idea básica consiste en suministrar energía en forma constante para aprovechar el hecho de que la temperatura del conductor disminuye al incrementarse la presión, de esta manera el objetivo es determinar el cambio en la temperatura. A continuación se describe brevemente sólo el medidor tipo *filamento-termopar*, ya que el tipo *pirani*; se describe posteriormente con mayor detalle, por haber sido éste el seleccionado para una de las etapas principales de esta tesis.

1.5.1 Medidor filamento termopar

Este medidor está constituido por una superficie caliente, el cual consiste en un un filamento metálico cuya temperatura se hace variar a través del cambio de una corriente eléctrica constante que lo atravieza. Para una cierta corriente de calentamiento y para un cierto gas, la temperatura de la superficie caliente depende de la presión del gas. Esta temperatura es medida por un termopar colocado sobre la superficie caliente. En la figura 1.11, se muestra a este medidor junto con el circuito necesario para calentar el filamento y para determinar la temperatura.

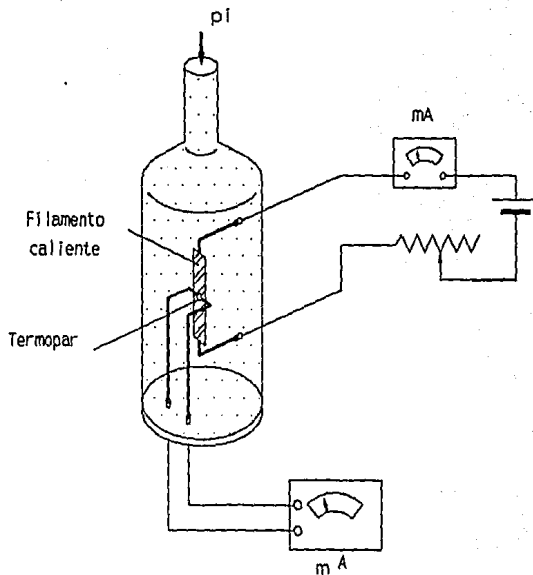


Figura 1.11 Medidor termopar.

1.6 Medidores por ionización

Un medidor de ionización en su forma básica está formado por un par de electrodos entre los cuales se aplica una diferencia de potencial de varios miles de volts. La forma de la descarga depende de la presión y el color depende de la clase de gas encerrado. A presiones de 1 Torr a 20 Torrs una ráfaga de descargas pasa de un electrodo a otro. Cuando se tiene alrededor de 1 Torr, la descarga se hace más ancha. Conforme se disminuye más la presión, las

estrias que se observan se definen más.

En la figura 1.12 se esboza un medidor tipo *ion-gage*.

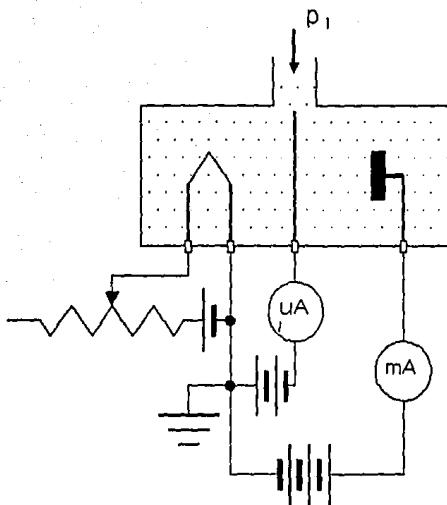


Figura 1.12 Medidor tipo *ion-gage*.

1.7 Medidores con fuentes radioactivas

Cualquier proceso que produzca ionización puede ser utilizado para un medidor de ionización. Los procesos tales como los rayos X, partículas alpha, partículas beta y rayos gamma son agentes ionizantes.

1.9 Referencias

- [1] Dushman, Saul SCIENTIFIC FOUNDATIONS OF VACUUM TECHNIQUE, John Wiley & Sons, 1949.
- [2] O'Hanlon, John F. A User's Guide to Vacuum Technology, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1980.
- [3] Roth, A. VACUUM TECHNOLOGY, Third, Updated and Enlarger Ed. 1990.
- [4] Yarwood, J. HIGH VACUUM TECHNIQUE, John Wiley & Sons, Inc., 1948.
- [5] Zemansky, Mark W. HEAT AND THERMODYNAMICS, International Student Edition. McGraw-Hill, Inc. 1981.

2. TRANSDUCTOR PIRANI

Dado que este trabajo surge de la necesidad de preparar muestras para análisis isotópicos en líneas de vacío, uno de los problemas principales a resolver fué la evaluación confiable de la presión existente en tal medio. En este capítulo se presentan los análisis y desarrollos realizados para efectos de lo anterior, empezando con una descripción breve de la línea de vacío y los métodos de medición usados. Posteriormente se ve la aplicabilidad de un medidor tipo *pirani*, analizando algunas variantes al respecto, las cuales aportarán criterios para escoger la versión más adecuada a este trabajo. Se incluye una fundamentación teórica que respalda el principio de funcionamiento del transductor *pirani*, además de justificar tanto curvas de calibración obtenidas experimentalmente, como los análisis de la linealidad en su respuesta.

2.1 Línea de vacío

Este sistema, descrito a grandes rasgos, consiste en una línea construida en vidrio que se encuentra equipada con válvulas operadas manualmente para el flujo controlado tanto de presión como de sustancias (figura 2.1), con una bomba mecánica rotatoria para hacer el *prevacío* y con una bomba difusora para obtener el vacío final indispensable para su operación. De esta forma, resulta necesario dotarla de medidores de baja presión en varios de sus puntos. Toda la línea opera a presiones en el intervalo de 10^{-3} Torr hasta presión atmosférica.

Originalmente se disponía de medidores tipo filamento-termopar del tipo RCA 1946 [1] instalados sobre las líneas de preparación de muestras (cinco en total), cuya curva de calibración aparece en la figura 2.2.

Tal y como se discutió en el capítulo anterior, este sistema de medición se reduce básicamente a tres elementos que son el termopar, la fuente para calentar el filamento y un voltímetro.

Nótese que el voltímetro no entrega directamente el valor de la presión medida en forma lineal.

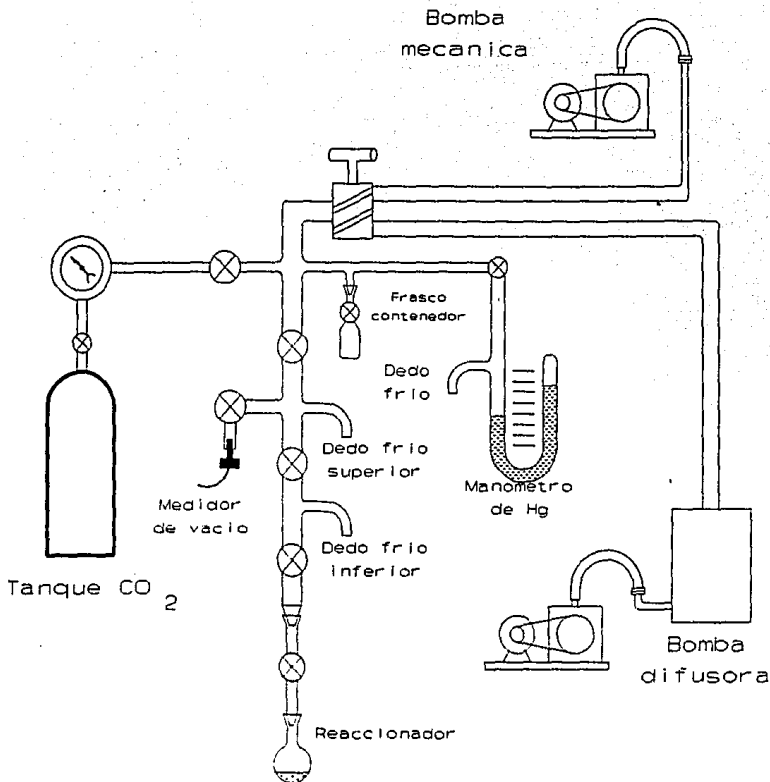


Figura 2.1 Línea de vacío para la preparación de muestras.

Para cubrir el intervalo de operación de la línea para la presión, los medidores más adecuados son sin lugar a dudas el medidor filamento-termopar y el medidor pirani.

La sencillez, el bajo costo y la factibilidad de reproducirlo en México, determinaron la aplicación del medidor pirani sobre el de filamento-termopar; por lo cual se incluyen a continuación los principios de funcionamiento del tipo de transductor seleccionado.

2.2 Dependencia de la conductividad térmica con la presión

Cuando la presión de un gas es suficientemente baja, la trayectoria libre media de las moléculas se vuelve grande en

comparación con la separación entre las superficies caliente y fría de un medidor de conductividad térmica.

CURVA DE CALIBRACION RCA 1946

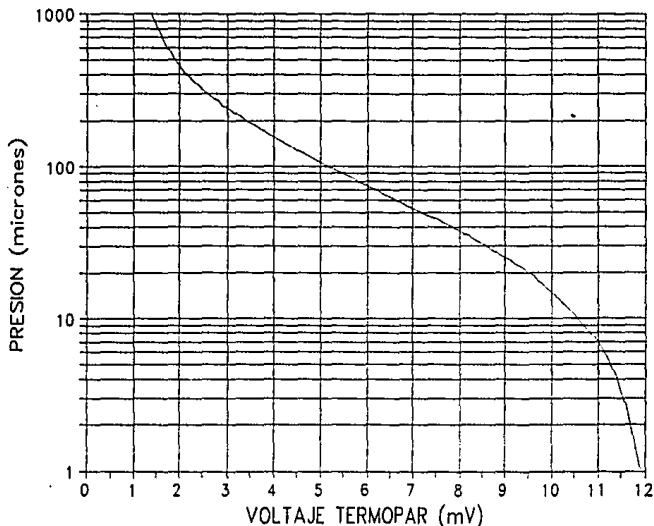


Figura 2.2 Curva para obtener los valores de presión a partir de las mediciones en el voltímetro.

La teoría cinética de gases predice que la conductividad térmica del gas varía linealmente con la presión [5], (ver ecuación 1.17).

A continuación se desarrolla brevemente esta afirmación. Se sabe que la energía media \bar{E} transferida a cada molécula de las que forman un gas en contacto con una superficie caliente a una temperatura T , está dada por [6]

$$\bar{E} = 2kT \quad (2.1)$$

donde $k = 1.381 \times 10^{-16}$ erg K^{-1} (constante de Boltzmann) y T está en $^{\circ}K$.

Por otro lado, el número de moléculas ν que golpean a una

superficie por unidad de área en la unidad de tiempo está dada por

$$\nu = \frac{1}{4} n \bar{u} \quad (2.2)$$

donde n es el número de moléculas por cm^3 y \bar{u} es la velocidad media de las moléculas en cm s^{-1} .

Si se tiene un gas monoatómico a baja presión, la transferencia de energía \bar{E}_0 por unidad de área en la unidad de tiempo, desde una superficie caliente a temperatura T hacia otra superficie a temperatura T_0 , viene dada por

$$\bar{E}_0 = \nu 2k(T - T_0) \quad (2.3)$$

donde \bar{E}_0 está dada en $\text{erg cm}^2 \text{s}^{-1}$.

Sustituyendo la ecuación (2.2) en la (2.3), se obtiene

$$\bar{E}_0 = \frac{1}{2} n \bar{u} k (T - T_0) \quad (2.4)$$

Puesto que un gas monoatómico puede aproximarse a un gas ideal para un volumen constante, la relación siguiente es válida

$$nk = \frac{P_{\mu b}}{T_0} \quad (2.5)$$

donde $P_{\mu b}$ es la presión definida en T_0 , en dinas $\text{cm}^2 = \text{microbares}$.

Usando la relación anterior en la ecuación (2.4), se tiene que

$$\bar{E}_0 = \frac{1}{2} \frac{P_{\mu b} \bar{U}}{T_0} (T - T_0) \quad (2.6)$$

Para expresar la contribución que una pared del recipiente hace en el intercambio de energía de las moléculas del gas, se propone un parámetro llamado *coeficiente de acomodación*, (Dushman, 1949), el cual se define como la razón de la energía transferida, en ese momento, por las moléculas incidentes sobre una superficie; y la energía que teóricamente sería transferida si las moléculas incidentes alcanzaran el equilibrio térmico completo con la superficie.

Este concepto, expresado en términos de temperaturas, queda de la siguiente forma. Las moléculas incidentes a una temperatura T_0 que golpean a una superficie caliente a temperatura T ($>T_0$), no completan el intercambio en las primeras colisiones -requieren muchas colisiones para que esto ocurra-. Las moléculas reemitidas llevan una energía media T_R , -que desde luego es menor que T -. En tonces el coeficiente de acomodación α queda definido por

$$\alpha = \frac{T_R - T_0}{T - T_0} \quad (2.7)$$

Nótese que para superficies pulidas, α tiende a cero, ya que las moléculas son reflejadas elásticamente sin haber intercambio de energía, esto es, $T_R = T_0$; mientras que para una superficie rugosa α tiende a la unidad, ya que $T_R = T$.

Como caso particular, cuando dos superficies con coeficientes de acomodación α_1 y α_2 respectivamente, el coeficiente de acomodación resultante α , está dado por [7]

$$\alpha = \frac{\alpha_1 \alpha_2}{\alpha_1 + \alpha_2 - \alpha_1 \alpha_2} \quad (2.8)$$

El caso que se ajusta al problema de un filamento encerrado en un tubo a lo largo de su eje longitudinal se puede tratar como el de dos superficies cilíndricas coaxiales con radios a y r ($a < r$);

suponiendo que α es el mismo para ambas superficies, se llega a que el coeficiente de acomodación correspondiente a este sistema α , viene dado por

$$\alpha_r = \frac{\alpha}{1 - (1 - \alpha) (a/r)} \quad (2.9)$$

De acuerdo a lo anterior, tomando en cuenta a α en la ecuación (2.6); se tiene

$$\bar{E}_0 = \frac{\alpha_r}{2} \frac{P_{\mu b} \bar{u}}{T_0} (T - T_0) \quad (2.10)$$

Otro resultado conocido predice que la velocidad media \bar{u} de las moléculas está dada por la relación siguiente

$$\bar{u} = \sqrt{\frac{8RT}{\pi M}} \quad (2.11)$$

donde $R = 8.314 \times 10^7$ erg K^{-1} mol $^{-1}$ (constante universal de los gases) y M es la masa molecular en gr mol $^{-1}$. Sustituyendo (2.11) en (2.10), se obtiene que

$$\bar{E}_0 = \frac{\alpha_r}{2} \sqrt{\frac{8R}{\pi M T_0}} P_{\mu b} (T - T_0) \quad (2.12)$$

La teoría cinética de los gases también permite calcular la contribución de las energías rotacional y de vibración cuando se trata de gases poliatómicos; ésto en términos de $\gamma = c_p/c_v$, es decir,

$$\bar{E}_0 = \frac{1}{4} \left(\frac{\gamma+1}{\gamma-1} \right) \left[\frac{\alpha_r}{2} \left[\frac{8R}{\pi M T_0} P_{\mu b} (T-T_0) \right] \right] \quad (2.13)$$

Simplificando y reorganizando términos en la ecuación (2.13), se tiene

$$\bar{E}_0 = \frac{\alpha_r (\gamma+1)}{2 (\gamma-1)} \left[\frac{R}{2\pi M (273.16^\circ K)} P_{\mu b} \left[\frac{273.16^\circ K}{T_0} (T-T_0) \right] \right] \quad (2.14)$$

La ecuación anterior se puede reescribir en función de una constante conocida como *conductividad térmica de molécula libre a 0°C*, denotada por Λ_0 , o sea,

$$\bar{E}_0 = \alpha_r \Lambda_0 P_{\mu b} \left[\frac{273.16^\circ K}{T_0} (T-T_0) \right] \quad (2.15)$$

en (erg cm² s⁻¹), donde

$$\Lambda_0 = \frac{1}{2} \left(\frac{\gamma+1}{\gamma-1} \right) \left[\frac{R}{2\pi} \left[\frac{1}{\sqrt{M(273.16^\circ K)}} \right] \right] \quad (2.16)$$

en (erg cm² s⁻¹ K⁻¹ μb⁻¹).

En este punto es necesario hacer notar que Λ_0 es sólo una constante, y no lo que se conoce como la *conductividad térmica propiamente dicha*; en realidad la *conductividad térmica* está dada por $K P_{\mu b}$, donde K está en función a su vez de Λ_0 , de α_r y de T_0 .

Para hacer uso de Λ_0 , se presentan a continuación expresiones más compactas en diversas unidades,

$$\Lambda_0 = \frac{110 (\gamma+1)}{\sqrt{M} (\gamma-1)} \quad (2.17)$$

en (erg cm² s⁻¹ K⁻¹ μb⁻¹);

$$\Lambda_0 = \frac{11 (10^{-6}) (\gamma+1)}{\sqrt{M}} (\gamma-1) \quad (2.18)$$

en ($W \text{ cm}^{-2} \text{ K}^{-1} \mu\text{b}^{-1}$);

$$\Lambda_0 = \frac{1.467 (10^{-5}) (\gamma+1)}{\sqrt{M}} (\gamma-1) \quad (2.19)$$

en ($W \text{ cm}^{-2} \text{ K}^{-1} \mu^{-1}$); y

$$\Lambda_0 = \frac{3.505 (10^{-6}) (\gamma+1)}{\sqrt{M}} (\gamma-1) \quad (2.20)$$

en ($\text{cal cm}^{-2} \text{ s}^{-1} \text{ K}^{-1} \mu^{-1}$).

Si se quiere usar la ecuación (2.15) con la presión en micrones, se tiene que multiplicar a ésta por 4/3, esto es,

$$\bar{E}_0 = \frac{4}{3} \alpha_r \Lambda_0 P_\mu \sqrt{\frac{273.16^\circ K}{T_0}} (T - T_0) \quad (2.21)$$

en ($\text{erg cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$).

Particularmente, para el caso del aire; $\gamma=1.4034$, $M=28.98 \text{ gr mol}^{-1}$, la cual se calculó utilizando $\rho=1.293 (10^{-3})$ a 0°C y 760mm-Hg . En consecuencia, $\Lambda_{\text{aire}}=1.6236 (10^{-5}) \text{ W cm}^{-2} \text{ K}^{-1} \mu^{-1}$.

En resumen, el resultado de la discusión de esta sección es que la *energía perdida por conducción* E_k para un gas a bajas presiones, se incrementa linealmente con el aumento de la presión, es decir

$$\bar{E}_K = KP(T - T_0)$$

(2.22)

donde K es una constante dada en relación con la expresión (2.21).

2.3 Caracterización de un medidor pirani de manufactura Holandesa

Para el inicio de este trabajo se disponía de un transductor pirani de manufactura holandesa, -al cual se le denomina *pirani 1*-, ya que posteriormente se desarrollaron otros ejemplares de este mismo tipo. Se procedió a su caracterización, obteniendo una primera serie de resultados que se resumen a continuación.

Características pirani 1

Material del filamento: tungsteno.

Longitud: (10 ± 0.2) cm.

Sección transversal: circular (sin enrollar).

Resistencia eléctrica R
(20°C, 1 Atm): (80 ± 3) Ω.

Diámetro: (15 ± 5) micras.

Encapsulado: tubo de cristal sellado por un extremo a prueba de vacío y por el otro con adaptación para conexión a línea de vacío.

Su respuesta como transductor de presión se analizó haciendo variar paramétricamente la corriente que circula por el filamento con incrementos de 2 mA, desde 2 hasta 16 mA; cambiando la presión en el intervalo de 1 a 1000 micrones se manifestaron dos hechos importantes: primero que la sensibilidad se incrementa al elevarse la corriente, y segundo que esta corriente no puede elevarse indefinidamente puesto que llega un momento en el cual el filamento empieza a alcanzar la incandescencia (16 mA). De esta forma se

logró determinar la corriente de operación para el transductor (9 mA).

Tabla 2.1 Valores de resistencia eléctrica en el pirani 1 en función de la presión, usando como referencia un medidor tipo filamento-termopar RCA 1946.

| VOLTAJE Termopar (mV) | PRESION (μ) | RESISTENCIA Pirani No.1 (Ω) |
|-----------------------------|----------------------|--------------------------------------------|
| 12.0 | 1.0 | 256.5 |
| 11.5 | 3.4 | 254.2 |
| 11.0 | 7.0 | 251.0 |
| 10.5 | 11.0 | 247.7 |
| 10.0 | 15.0 | 244.6 |
| 9.5 | 20.0 | 239.5 |
| 9.0 | 25.0 | 234.9 |
| 8.5 | 31.0 | 229.3 |
| 8.0 | 37.0 | 223.5 |
| 7.5 | 45.0 | 216.6 |
| 7.0 | 54.0 | 208.1 |
| 6.5 | 63.0 | 200.5 |
| 6.0 | 75.0 | 181.6 |
| 5.8 | 80.0 | 176.8 |
| 5.6 | 87.0 | 169.7 |
| 5.4 | 90.0 | 163.0 |
| 5.2 | 100 | 154.9 |
| 5.0 | 110 | 147.7 |
| 4.8 | 120 | 140.2 |
| 4.6 | 125 | 133.0 |
| 4.3 | 135 | 122.5 |
| 4.2 | 140 | 119.9 |
| 4.0 | 160 | 113.7 |
| 3.8 | 170 | 109.2 |
| 3.7 | 180 | 107.0 |
| 3.6 | 185 | 104.9 |
| 3.5 | 190 | 102.7 |
| 3.4 | 200 | 99.9 |
| 3.3 | 210 | 97.4 |
| 3.2 | 225 | 95.1 |
| 3.1 | 230 | 94.9 |
| 3.0 | 240 | 92.8 |
| 2.9 | 250 | 91.9 |
| 2.8 | 260 | 91.2 |
| 2.7 | 280 | 89.7 |
| 2.6 | 300 | 88.4 |
| 2.5 | 310 | 87.1 |
| 2.4 | 330 | 86.1 |
| 2.3 | 350 | 85.1 |
| 2.2 | 400 | 84.0 |
| 2.1 | 430 | 82.8 |
| 2.0 | 450 | 82.1 |
| 1.9 | 470 | 81.0 |
| 1.8 | 500 | 80.0 |
| 1.7 | 600 | 78.9 |
| 1.6 | 700 | 77.9 |
| 1.5 | 800 | 77.2 |
| 1.4 | 1000 | 76.2 |

Conectando una fuente de corriente constante de 9 mA en paralelo con el transductor pirani, se encontró que la resistencia del filamento varía con la presión de acuerdo a los datos de la tabla 2.1 y que están representados en la gráfica de la figura 2.3. Nótese que tampoco existe una respuesta lineal.

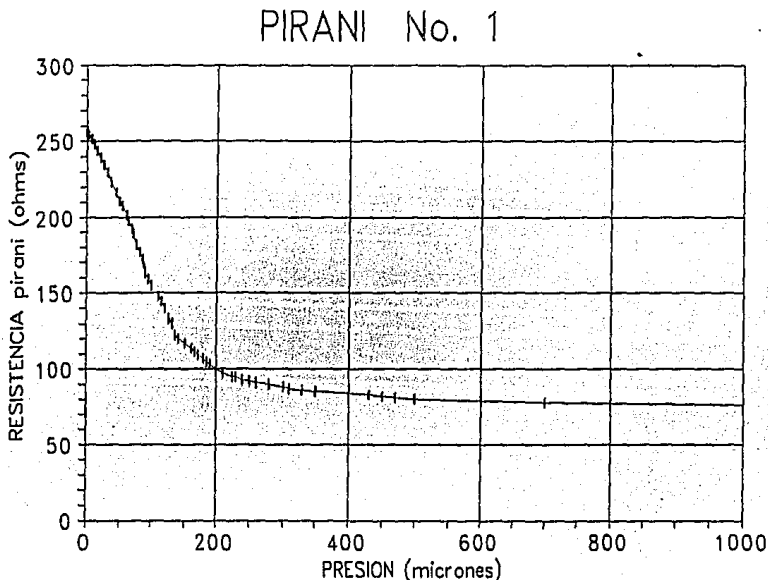


Figura 2.3 Respuesta de un medidor pirani con una corriente constante de 9 mA.

Es también notable que la resistencia del pirani no presenta un comportamiento lineal con la presión existente. Como ya se vió en la sección 2.1, para la puesta en marcha de la línea de preparación de muestras se requieren varios transductores de presión, y ya que éstos sufren un deterioro con el uso debido a la presencia de sustancias corrosivas, es necesario disponer de repuestos. Por estos motivos se hizo necesario proyectar el diseño de un medidor de presión con características semejantes a las del pirani ya evaluado (*pirani 1*); ésto condujo a lo siguiente.

2.4 Variantes en el diseño de un medidor pirani

El primer aspecto que se tiene que tomar en cuenta en el

diseño de un pirani es lo relacionado con el material de su construcción. Los expertos sugieren básicamente dos tipos: platino ó tungsteno. En el caso del primero, su uso es el más indicado porque casi no reacciona con otras sustancias, sin embargo no es muy costeable y es relativamente difícil de conseguir en el mercado nacional. En cuanto al segundo, por ser un material bastante accesible, se le puede encontrar en diversas presentaciones, desde materia prima para productos de iluminación, hasta, como parte integral de sistemas ya manufacturados. De esta forma se empezaron a obtener características de varios tipos de filamentos de tungsteno, para lo cual se solicitaron muestras de tal material directamente a una empresa fabricante de productos de iluminación, la cual proporcionó una muestra de filamento en particular, con el que se construyó un nuevo pirani (pirani 2) con las características descritas a continuación.

Características pirani 2

Material del filamento: tungsteno.

Longitud: (8.61 ± 0.20)cm.

Sección transversal: circular (sin enrollar).

Resistencia eléctrica R
(20°C, 1 Atm): (33.1 ± 0.05)Ω.

Diámetro: (15 ± 5)micras.

Encapsulado: tubo de cristal sellado por un extremo a prueba de vacío y por el otro con adaptación para conexión a línea de vacío.

Análisis similares a los efectuados en el primer pirani, permiten determinar que para una presión de 2.5 micrones, se inicia la incandescencia del filamento a una corriente de 90 mA; por lo que tomando en cuenta este valor se determina una corriente de operación de 80 mA. Esta corriente aunque no es muy alta, no se compara a la que emplea el pirani 1, desde el punto de vista de eficiencia; por lo que se continuó en la búsqueda de un filamento que tuviera mayor sensibilidad.

Ya se ha mencionado que la sensibilidad de los piranis aumenta al incrementarse el valor que tiene la resistencia eléctrica medida a temperatura ambiente y a presión atmosférica (resistencia en frío). Con base en ello, a partir de una colección de filamentos de lámparas incandescentes, se buscaron aquéllos cuya resistencia en frío fuera comparable a la del pirani 1. Tal criterio permitió la selección de un filamento cuya resistencia alcanzaba 47 ohms en frío -más de la mitad del original-, construyendo así un nuevo pirani, el pirani 3.

Aparentemente el diámetro del nuevo filamento resultaba considerablemente grande, por lo que se sospechó que para poder tener una resistencia relativamente alta, éste tenía que estar enrollado. Así se procedió a determinar sus dimensiones físicas con instrumentos de medición de mayor precisión.

Tomando una muestra de filamento de longitud igual a (0.340 ± 0.0005) cm se contaron (76 ± 1) vueltas, es decir, el número de vueltas por unidad de longitud n es (223.53 ± 2.95) vueltas/cm. Estas determinaciones se hicieron con un medidor de longitudes provisto con microscopio, con una resolución de 0.001 cm.

Considerando el filamento entero se obtuvieron las siguientes mediciones eléctricas y mecánicas.

Características pirani 3

Longitud aparente l' : (7.82 ± 0.005) cm.

Diámetro exterior D : (0.012 ± 0.0005) cm.

Resistencia eléctrica R
(20°C, 1 Atm): $(45.67 \pm 0.01)\Omega$.

La resistividad ρ del tungsteno a temperatura ambiente es 5.51×10^{-8} Ω m.

De los datos anteriores pueden deducirse las dimensiones del filamento en la figura 2.4.

Número de vueltas total N : (1748 ± 24) vueltas

Distancia entre vueltas d : (44.74 ± 0.648) micras

Longitud real l : 28.321 cm
 Radio medio de la hélice r' : 49.571 micras
 Longitud media por vuelta p : 314.661 micras
 Radio del filamento r : 10.43 micras

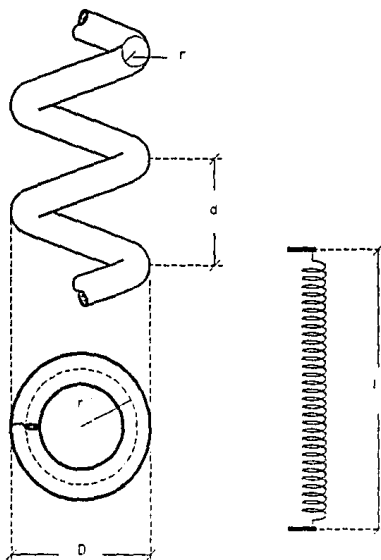


Figura 2.4 Parámetros del filamento para el nuevo pirani.

2.5 Curva calibrada de trabajo del pirani

Sabiendo que la sensibilidad del pirani se incrementa con el aumento en la corriente, se barrió el intervalo de corriente para el nuevo pirani 3, con el objetivo de determinar la corriente óptima de operación para el transductor. La medición de la presión se efectuó también con el medidor tipo termopar RCA 1946, y estos resultados aparecen ilustrados en la figura 2.5.

Recordando que el valor de la corriente de operación tiene que estar lo suficientemente alejado de la zona de incandescencia y

tener la mayor sensibilidad posible, el valor escogido fué de 32 mA.

VARIACION EN LA CORRIENTE

Pirani No. 2

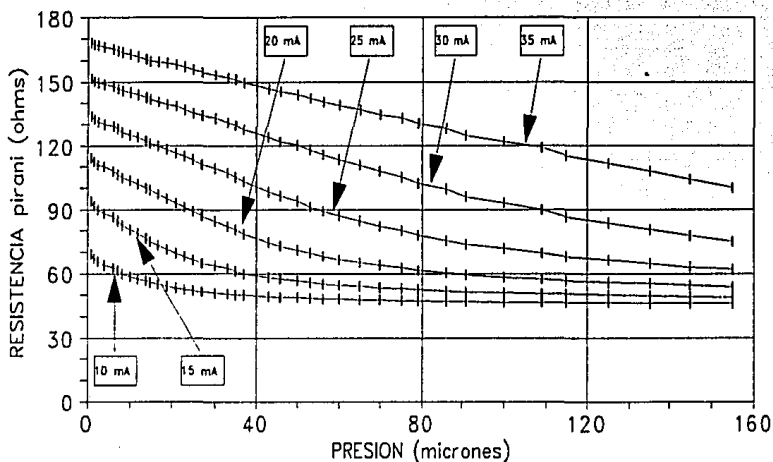


Figura 2.5 Variación en la corriente para encontrar el valor óptimo de operación.

Cabe mencionar que durante el uso del medidor tipo termopar RCA 1946, se detectó que su repetibilidad cambiaba hasta en un 5 % de un día para otro, bajo las mismas condiciones; lo cual determinó la necesidad de un medidor más estable y preferentemente de tipo absoluto, -no existente en el laboratorio-. Ante tal problema, se dispuso de un medidor de patente, - también tipo pirani-, marca Edwards con cabeza PRCT10C y fuente mod. pirani 12. Este equipo, no obstante de su baja resolución y precisión en su lectura directa de la presión absoluta, sí presentó alta repetibilidad (mayor al 99 %) en un voltaje V_{ref} análogo a la presión existente, medido en una de sus salidas. Cubierto el problema de la estabilidad temporal, se consiguió, -durante escasas 48 hrs-, un medidor MKS BARATRON tipo 144, con el que se obtuvo la curva de calibración: presión (BARATRON) vs voltaje analógico V_{ref} (Edwards), que se muestra en la figura 2.6.

De aquí en adelante, todas las mediciones fueron tomadas con relación a esta curva, usada como patrón.

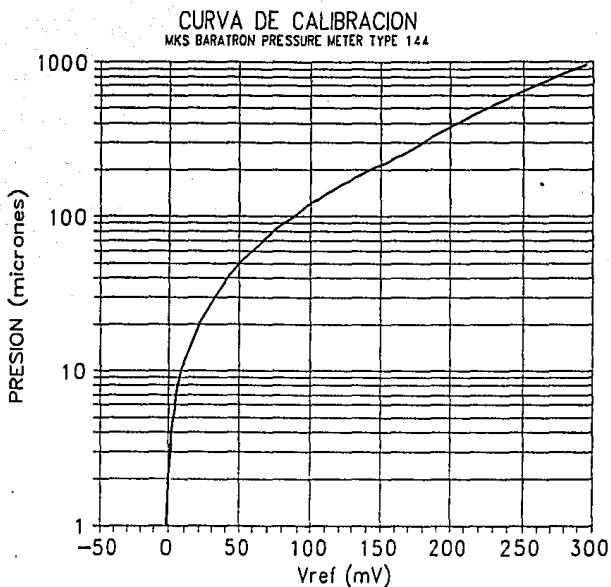


Figura 2.6 Curva usada como patrón para la medición de presión.

Una vez establecidas la corriente de operación adecuada y una forma de medición confiable para la presión, se logró una relación empírica entre la presión y la resistencia del *pirani 3* (ver figura 2.7), a la cual se le denomina *curva de trabajo del pirani*, porque en base a ésta se desarrolla el procesamiento de la señal transducida, lo cual se discute ampliamente a lo largo del próximo capítulo.

2.6 Análisis de la linealidad de la conductividad térmica

Con base en los parámetros obtenidos para el *pirani 3*, se dedica esta sección a efectuar una estimación de la *conductividad térmica molecular*, a fin de compararla con la obtenida teóricamente.

Tabla 2.2 Valores obtenidos para la curva de trabajo del pirani 3 (el definitivo), usando como referencia al medidor pirani 12 y la curva de calibración asociada.

| PRESION (μ) | RESIST. Pirani (Ω) | PRESION (μ) | RESIST. Pirani (Ω) |
|----------------------|-----------------------------------|----------------------|-----------------------------------|
| 1.0 | 137.81 | 105 | 55.38 |
| 2.0 | 137.19 | 109 | 54.78 |
| 3.0 | 136.88 | 114 | 54.22 |
| 4.0 | 136.56 | 118 | 53.75 |
| 5.0 | 135.94 | 125 | 53.25 |
| 6.0 | 135.31 | 130 | 52.78 |
| 7.0 | 134.38 | 135 | 52.41 |
| 8.0 | 133.75 | 140 | 52.09 |
| 9.0 | 132.82 | 145 | 51.75 |
| 10.0 | 131.88 | 150 | 51.44 |
| 11.0 | 130.63 | 159 | 51.16 |
| 12.0 | 130.00 | 168 | 50.84 |
| 12.8 | 128.75 | 175 | 50.50 |
| 13.5 | 127.81 | 184 | 50.22 |
| 14.5 | 126.88 | 191 | 50.00 |
| 15.3 | 125.94 | 200 | 49.72 |
| 16.0 | 124.69 | 210 | 49.50 |
| 17.0 | 123.44 | 220 | 49.31 |
| 17.7 | 122.50 | 230 | 49.16 |
| 18.3 | 121.25 | 240 | 48.97 |
| 19.5 | 120.00 | 250 | 48.78 |
| 20.0 | 118.75 | 260 | 48.63 |
| 22 | 115.00 | 274 | 48.50 |
| 23 | 112.50 | 285 | 48.38 |
| 25 | 110.31 | 300 | 48.25 |
| 26 | 107.81 | 315 | 48.13 |
| 28 | 104.69 | 330 | 48.03 |
| 30 | 101.25 | 343 | 47.91 |
| 32 | 97.81 | 362 | 47.81 |
| 34 | 94.69 | 385 | 47.69 |
| 36 | 91.75 | 410 | 47.59 |
| 38 | 88.81 | 430 | 47.50 |
| 41 | 84.84 | 455 | 47.41 |
| 45 | 80.25 | 480 | 47.34 |
| 48 | 76.94 | 505 | 47.25 |
| 52 | 73.56 | 540 | 47.19 |
| 56 | 70.56 | 570 | 47.13 |
| 60 | 68.44 | 595 | 47.09 |
| 63 | 65.97 | 625 | 47.03 |
| 67 | 64.28 | 650 | 46.97 |
| 70 | 62.63 | 690 | 46.94 |
| 75 | 61.19 | 720 | 46.88 |
| 78 | 60.47 | 750 | 46.81 |
| 82 | 59.34 | 805 | 46.78 |
| 86 | 58.41 | 850 | 46.72 |
| 91 | 57.41 | 925 | 46.66 |
| 95 | 56.72 | 960 | 46.63 |
| 100 | 56.06 | 1000 | 46.59 |

CURVA DE TRABAJO
PIRANI No. 3

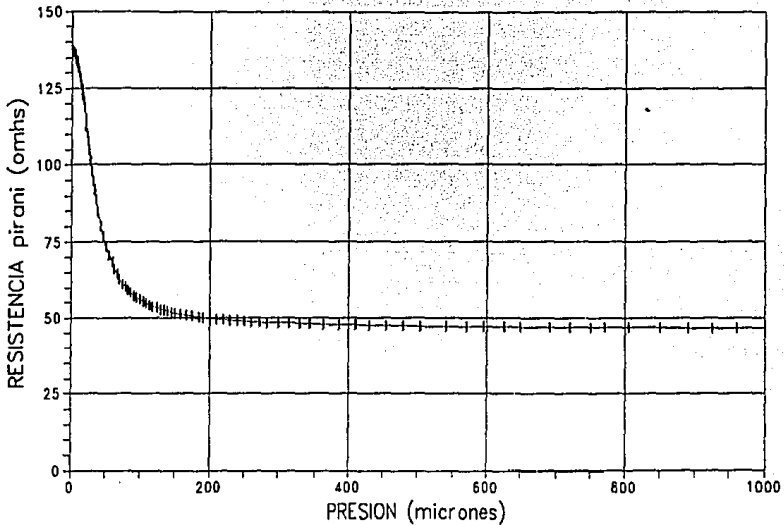


Figura 2.7 Curva de trabajo para el pirani 3.

La ecuación (2.21), aplicada a un filamento de sección transversal de área A_f , sumergido en aire, se puede reescribir en la forma siguiente

$$\frac{I^2 R}{A_f (T - T_0)} = \frac{4}{3} \alpha_r \Lambda_{aire} P_\mu \sqrt{\frac{273.16^\circ K}{T_0}} \quad (2.23)$$

donde Λ_{aire} está en $(W \text{ cm}^{-2} \text{ K}^{-1} \mu^{-1})$.

Por otra parte se sabe que la resistencia eléctrica está dada por [2]

$$R = \rho \frac{l}{A}, \quad (2.24)$$

donde ρ es la resistividad eléctrica en (Ω m),
 l es la longitud del filamento en (m).

También se sabe que la resistividad es una función de la temperatura, dada por:

$$\rho = \rho_0 e^{\alpha(T-T_0)} \approx \rho_0 [1 + \alpha(T-T_0)] \quad (2.25)$$

donde ρ_0 es la resistividad a temperatura T_0 y α es el coeficiente de temperatura para la resistividad en ($^{\circ}\text{C}^{-1}$).

Así, se puede expresar a la temperatura en función de la resistencia por medio de la ecuación (2.25)

$$T - T_0 = \frac{1}{\alpha} \left[\frac{\rho}{\rho_0} - 1 \right] \quad (2.26)$$

o bien; se puede tomar a la temperatura en función de la resistencia combinando (2.24) con (2.26); es decir

$$T - T_0 = \frac{1}{\alpha} \left[\frac{R}{R_0} - 1 \right] \quad (2.27)$$

Sustituyendo (2.27) en (2.23); y teniendo en cuenta que el área A , es circular de radio a , se obtiene

$$\frac{I^2 R}{(2\pi a l) \frac{1}{\alpha} \left(\frac{R}{R_0} - 1 \right)} = \frac{4}{3} \alpha_r \Lambda_{\text{aire}} P \sqrt{\frac{273.16^\circ K}{T_0}} \quad (2.28)$$

en (W cm² K⁻¹).

Si en la expresión anterior se sustituyen los valores de los parámetros del pirani 3; a saber:

| | |
|-------------------------------------|--------------------------------------------|
| Corriente del filamento I: | (32 ± 0.1) mA. |
| Radio de la sección transversal a: | 10.429 micras. |
| Longitud real del filamento l: | 28.321 cm. |
| Coefficiente de temperatura α: | 4.5 (10 ⁻³) °C ⁻¹ . |
| Resistencia a 20°C R ₀ : | 45.67 Ω. |

Se obtiene que la ecuación (2.28) se puede escribir de la forma

$$\frac{\bar{E}_0}{T-T_0} = \left[\frac{I^2 \alpha}{2\pi a l} \right] \left[\frac{R}{\frac{R}{R_0} - 1} \right] = 2.483 (10^{-5}) \left[\frac{R}{\frac{R}{R_0} - 1} \right] \quad (2.29)$$

en (W cm² K⁻¹). Lo anterior, permitió hacer una gráfica de E₀/(T-T₀) en función de P con los mismos valores para R presentados en la figura 2.8.

Al hacer una regresión lineal de los datos que generaron la gráfica anterior, -abarcando todo el intervalo-, se obtuvieron los valores siguientes:

| | |
|-----------------------------------------------|----------|
| Ordenada al origen : | 0.001042 |
| Desviación estandar de la ordenada al origen: | 0.001325 |

Pendiente : $6.03(10^{-5})$

Desviación estandar de
la pendiente: $5.4(10^{-7})$

Coefficiente de correlación: 0.992514

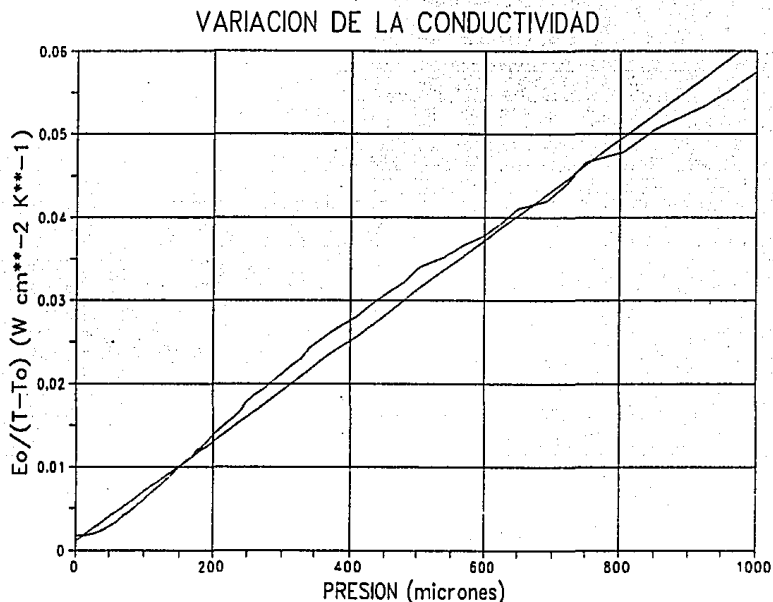


Figura 2.8 Curva para determinación de la conductividad térmica molecular.

Con los resultados anteriores se obtiene un resultado experimental para la conductividad térmica molecular Λ_0 de $4.685(10^{-5}) \text{ W cm}^{-2} \text{ K}^{-1} \mu^{-1}$. Aunque este valor está muy por encima del valor predicho teóricamente, cabe señalar que el intervalo de presión tomado es demasiado extenso. En un caso extremo se hizo una determinación de Λ_0 en un intervalo reducido que va desde 20 hasta 40 micrones dando como resultado un valor experimental para Λ_0 de $1.624(10^{-5}) \text{ W cm}^{-2} \text{ K}^{-1} \mu^{-1}$, lo cual es más congruente con la teoría. Otro detalle importante que no hay que perder de vista es el de añadir un factor de corrección debido a la forma helicoidal del

filamento, no contemplada en el modelo teórico desarrollado.

2.7 Variación de la resistencia con la presión

Para concluir este capítulo, hay que recordar que la energía perdida por unidad de área (flujo de calor), en un medidor que utiliza el principio de conducción térmica está formada en esencia por la energía de radiación E_R y por la energía de conducción E_C . El valor de la presión para el cual ambas energías son iguales es de aproximadamente 10^{-2} Torr. Para el filamento del pirani que se encuentra a una temperatura T dentro de un tubo cuya pared está a la temperatura T_0 , La energía perdida por unidad de área está dada por

$$\frac{I^2}{2\pi^2 r^3} \rho_0 [1 + \alpha(T - T_0)] = \sigma T^4 - \sigma_0 T_0^4 + K \Lambda_0 P (T - T_0) \quad (2.30)$$

donde K es una constante cuyo valor se determinó en la ecuación (2.28).

También, al observar la curva de trabajo para el pirani construido al final, se nota que cuando la presión desciende por debajo de los 5 micrones, la curva tiende a tomar un valor constante en forma asintótica. Este hecho se explica considerando los dos factores siguientes: primero, si en la ecuación (2.30) se hace $P=0$, se obtiene un valor constante para $T - T_0$ (esto se sabe sin tener que resolver la ecuación); segundo, a través de la relación (2.25) se sabe que la resistencia es proporcional a $T - T_0$, por lo tanto, hablar del comportamiento de la resistencia es hablar del comportamiento de la temperatura.

Finalmente, resulta interesante mencionar que la sensibilidad S del pirani con la variación en la presión, definida como

$$S \doteq \frac{dT}{dP} \quad (2.31)$$

implica que su valor máximo varía inversamente con el cuadrado de la temperatura absoluta de la pared del tubo del pirani T_0 , es

decir, para lograr una mayor sensibilidad a bajas presiones, se recomienda meter en un baño de mezcla frigorífica al tubo del medidor.

Referencias

- [1] Brophy. Electronics for scientists
- [2] Cornwell, Keith THE FLOW OF HEAT, Van nostrand Reinhold Company, c. Keith Cornwell, 1977.
- [3] DIEFENDERFER, JAMES A., Instrumentación Electrónica, McGRAW-HILL, 1986.
- [4] Manual para tubos de vacío RCA.
- [5] ROTH, A. VACUUM TECHNOLOGY, North-Holland, 3rd ed. 1990.
- [6] Tipler, Paul A. Física Moderna, URMO, S. A. DE EDICIONES, 1976.
- [7] Dushman, Saul SCIENTIFIC FOUNDATINS OF VACUUM TECHNIQUE, John Wiley & Sons, 1949.

3. PROCESAMIENTO DE LA SEÑAL DEL TRANSDUCTOR

En general, cuando se tiene un transductor que entrega una señal eléctrica analógica de salida, hace falta definir el uso que se va a dar a esta señal; el cual puede ser para medición, control, aviso, etc. Si se pretenden exhibir los valores transducidos en las unidades apropiadas en que se está efectuando el fenómeno físico, como ocurre en este caso en particular, surge el problema de modelación de una curva de tipo no lineal como los resultados obtenidos en el capítulo anterior. Como solución a tal problema, se hicieron ensayos y pruebas usando varias técnicas de linealización, las cuales se describen y analizan a lo largo de este capítulo; encontrándose que es una combinación de dos de estas técnicas la que más se ajusta al problema, debido a la naturaleza de la curva.

3.1 Sistema de adquisición de datos

El propósito de un sistema de adquisición de datos en términos generales es el de producir información útil que pueda ser captada por algún operario, y/o que pueda ser digitalizada y transmitida desde una estación remota hacia un centro de control, sin requerir de ninguna interpretación adicional.

La reducción analógica de datos consiste en extraer información significativa de una ó más entradas analógicas. Un caso se presenta cuando hay una sola entrada que captura grandes cantidades de datos individuales, a partir de los cuales sólo se necesita una medida consistente; por ejemplo el valor RMS (root mean square), el valor pico (ó valle), el valor medio, el valor medio absoluto, la integral, etc. La reducción en la que se involucra más de una variable de entrada viene siendo la suma (escalar, vectorial, de norma); productos ó razones (lineales, logarítmicos) ó multiplexión. Otro caso de reducción ocurre cuando los datos abarcan un intervalo de variación muy amplio y la frecuencia de datos es baja, entonces conviene efectuar una compresión de amplitud; por ejemplo, una compresión logarítmica ofrece, entre otras ventajas, un considerable incremento en la razón señal-ruido y una disminución de la resolución digital requerida para su conversión.

Cuando la medición es no-lineal y solamente se requiere exhibición de datos, entonces, la reducción consiste en *linealizar*

y escalar los datos.

Un sistema de adquisición de datos de un solo canal se muestra en la figura 3.1, y está compuesto por un *transductor de entrada* que envía su señal a un *convertidor* en donde puede, ya sea preamplificarse, demodularse, etc. La etapa siguiente es la de *reducción*, donde pueden llegar otras entradas, inclusive de señales de otros tipos de transductor; para ser, como ya se discutió previamente, multiplexadas, comprimidas, linealizadas, etc. Posteriormente pasan a una etapa en la cual las lecturas son exhibidas vía pantallas ó medidores analógicos; y digitalizadas para enviarse a través de una interface, al puerto de una computadora.

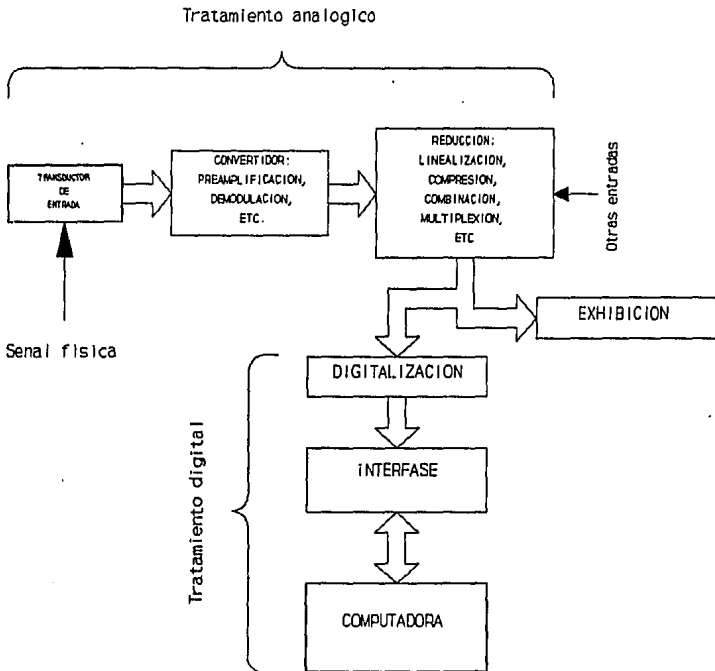


Figura 3.1 Un tipo de sistema de adquisición de datos.

3.2 Modelado de funciones no-lineales

El *modelado de funciones* se aplica para generar electrónicamente una relación matemática ó empírica entre una variable dependiente -salida- y una ó más variables independientes -entradas-, por ejemplo, una parábola, una función seno, etc. Se parte de una fórmula ó de una tabla de datos, y se va construyendo con *elementos operacionales ideales* para obtener una aproximación lo suficientemente cercana con la cual, llegado el momento, pase a la fase de implementación empleando *elementos operacionales reales*. Los elementos operacionales ideales son bloques que representan una función analítica cuyo símbolo se pinta en su interior, y en el exterior tiene sus entradas y salidas. Entre estos elementos los más usuales son, ver figura 3.2, el multiplicador, el divisor, el sumador, el amplificador de ganancia infinita, el modulo de valor absoluto, el diferenciador, el sumador, el amplificador de ganancia infinita, el logaritmo, el valor absoluto, etc.

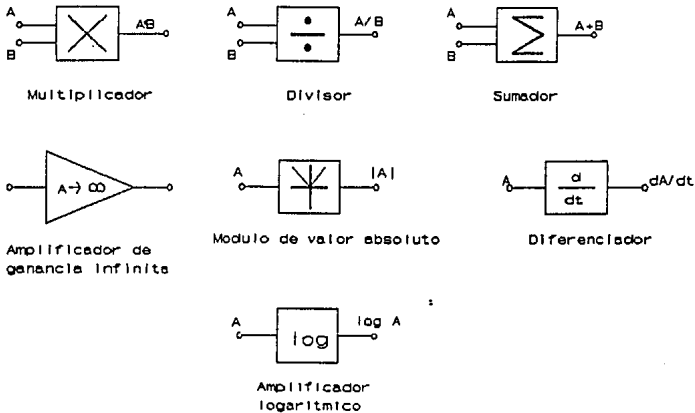
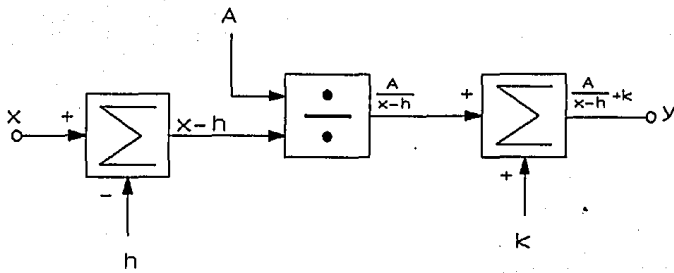
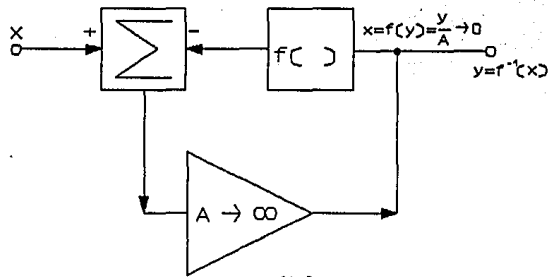


Figura 3.2 Elementos operacionales ideales.

Con estos elementos operacionales analógicos se pueden efectuar combinaciones para obtener funciones racionales, o bien funciones inversas; ver figura 3.3.



(a)



(b)

Figura 3.3 (a) La función racional $y=A/(x-h)+k$. (b) La función inversa $y=f^{-1}(x)$.

También se pueden plantear ecuaciones implícitas tan simples como por ejemplo $y^2=x$, hasta una ecuación diferencial de cualquier orden, como sería por ejemplo, $d^2x/dt^2=-kx/m$, cuya implementación con elementos ideales se puede ver en la figura 3.4.

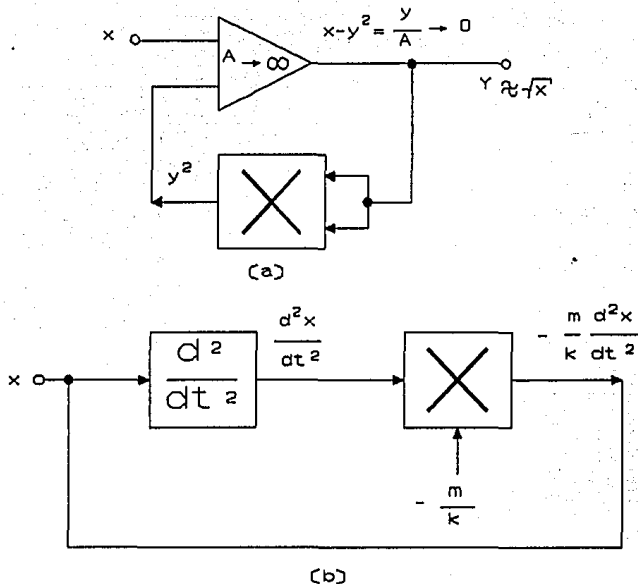


Figura 3.4 Resolución de ecuaciones implícitas. (a) La función $y^2=x$.
 (b) La ecuación diferencial $d^2x/dt^2=-kx/m$.

El modelado de funciones también permite reproducir funciones de forma completamente arbitraria, es decir, funciones que no están gobernadas por alguna relación analítica conocida, o bien que no son fácilmente manejables. Las formas más importantes para modelado de funciones arbitrarias se pueden dividir en dos categorías principales, éstas son: *aproximaciones suaves* y *aproximación por segmentación lineal*.

Las aproximaciones suaves requieren para su realización, de métodos matemáticos para llegar a obtener una expresión que se aproxime tanto como se desee. La búsqueda de esta expresión matemática puede empezar proponiendo una "ley natural" del fenómeno; también se pueden visualizar desviaciones simples de la linealidad como son $\log x$, $1/x$, e , x , etc; otra forma es el empleo de series de potencias con exponentes enteros ó fraccionarios, series de Fourier, etc. Los elementos necesarios para una implementación ideal siguen siendo los elementos operacionales.

La *aproximación por segmentación lineal* descrita a grandes rasgos consiste en ir sumando segmentos de ganancia ΔS_2 , $\Delta S_3, \dots$, a S_1 consecutivamente, los cuales tienen contribución nula antes de llegar a su valor umbral de activación respectivo; esto es, si $x < x_{i2}$,

-el valor umbral de ΔS_2 -, sólo S_1 , contribuye; si $x_{12} < x < x_{23}$ -el valor umbral de ΔS_3 -, contribuye la suma $S_1 + \Delta S_2$, y así sucesivamente. En la figura 3.5 se observa un ejemplo simple del modelado de una función con tres segmentos, incluyendo su implementación con elementos operacionales ideales.

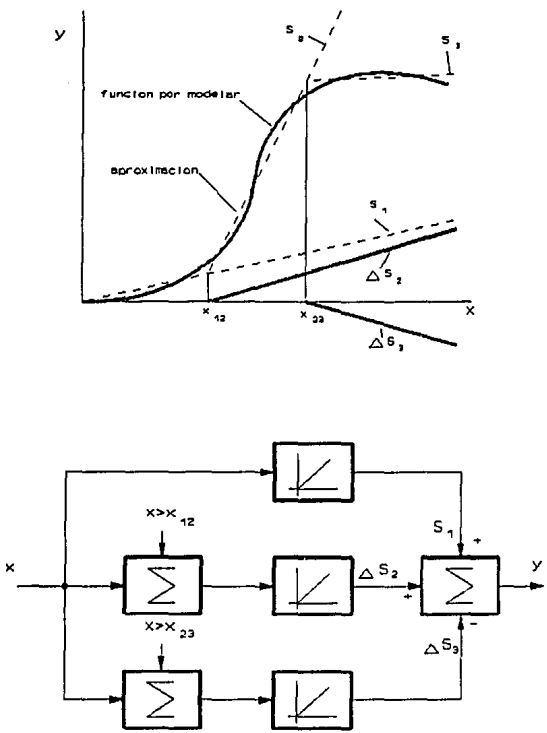


Figura 3.5 Técnica de aproximación por segmentación lineal e implementación con elementos operacionales ideales.

Ya se mencionó anteriormente que el modelado de funciones no tiene como principal objetivo linealizar funciones; otras aplicaciones importantes son la calibración; la simulación de relaciones no-lineales en computadoras analógicas; generación de funciones dependientes del tiempo de forma arbitraria, etc.

Hasta el momento sólo se han contemplado bloques operacionales para modelar funciones en forma ideal ignorando por completo las características prácticas de estos elementos. El pasar al terreno de lo práctico, de lo real, implica hacer consideraciones ajenas al aspecto teórico, así por ejemplo surgen problemas de selección de componentes, errores asociados con sensibilidad, corrimientos térmicos, velocidad de respuesta, estabilidad, etc. Todos estos detalles se comentan en las secciones siguientes de este capítulo donde se plantean varias formas de modelar una función más o menos arbitraria, en las cuales surgen elementos que idealmente resolverían rápidamente el problema, pero la implementación real genera varias versiones que son sometidas a una selección sistemática de acuerdo a las características que se necesitan en el diseño final.

El modelado de funciones no-lineales también se puede realizar usando técnicas digitales, ya sea combinando hardware con software; usando ROM's (*read only memory*) junto con convertidores A/D y D/A, etc. De esta forma se puede establecer un compromiso entre sencillez, economía, rapidez y capacidad, del cual surge la mejor opción para una determinada aplicación.

3.3 Método de aproximación por segmentación lineal

La mayoría de los transductores tienen una relación no-lineal entre la variable medida y su salida eléctrica, sin embargo, a veces son suficientemente lineales en intervalos en los cuales son bastante útiles. Por otra parte, el problema de los transductores lineales que se encuentran disponibles es que presentan desventajas tales como ser poco sensibles, de elevado precio, de difícil implementación, etc. Una vía para la solución a estas limitantes consiste en modelar la función no-lineal que entrega el transductor para transformarla en una relación lineal que represente a la variable que se está midiendo en forma directa.

A continuación se discute en forma general la técnica de *aproximación por segmentación lineal*, haciendo referencia a las variables del sistema que se desarrolló en este trabajo, lo cual no interfiere con la aplicabilidad a otro sistema.

La idea fundamental del método consiste en hacer una partición del intervalo completo donde está definida la curva por linealizar, de tal forma que a cada subintervalo resultante le corresponda un tramo de curva para que sea "ajustado" linealmente. Entonces la curva quedará representada por n segmentos como se muestra en la figura 3.6; estos segmentos están definidos en la forma siguiente,

$$V(p) = m_i p + b_i, \quad (3.1)$$

$$\forall p \in [p_{i-1}, p_i], (i=1, 2, 3, \dots, n).$$

donde V es el voltaje del transductor (señal que se va a linealizar) y p es la presión (variable física de la cual depende la señal transducida).

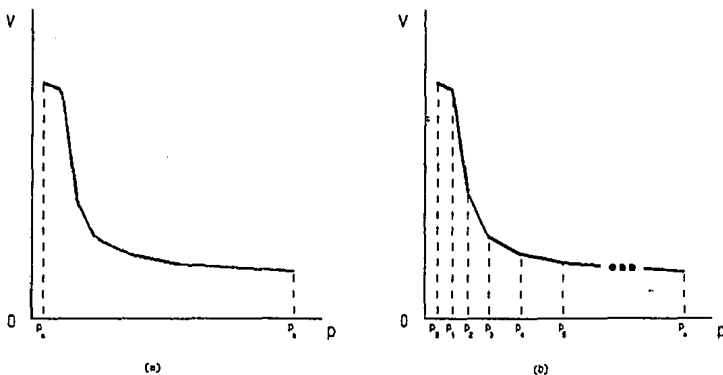


Figura 3.6 (a) Curva por linealizar. (b) Representación de la curva por segmentos de recta.

Una vez obtenidos los valores de m_i y de b_i ($i=1,2,3,\dots,n$), el paso siguiente es, bajo una transformación, alinear todos los segmentos como se ve en la figura 3.7. Al quedar alineados deberán satisfacer la relación,

$$V_0(p) = M_0 p + B_0, \quad (3.2)$$

donde V_0 es el voltaje de salida (señal ya linealizada), M_0 y B_0 son respectivamente la pendiente y la ordenada al origen finales.

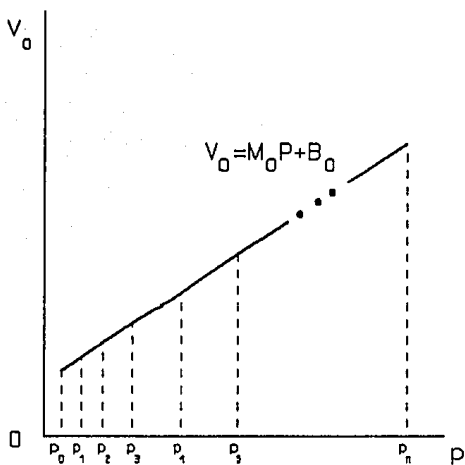


Figura 3.7 Gráfica de los segmentos ya linealizados.

Las transformaciones que linealizan a los segmentos son V_i , ($i=1,2,3,\dots,n$), y se aplican a las funciones que forman la ecuación (3.1) respectivamente, según la figura 3.8, generando el resultado final dado por la ecuación (3.2). Este proceso genera funciones correspondientes en el espacio transformado, es decir,

$$V_i^* [V(p)] = M_i V(p) + B_i, \quad (3.3)$$

tales que,

$$V_i^* [V(p)] = M_0 p + B_0,$$

$$\forall p \in [p_{i-1}, p_i], (i=1, 2, 3, \dots, n).$$

Esto es,

$$M_i(m_i p + b_i) + B_i = M_0 p + B_0,$$

$$\forall p \in [p_{i-1}, p_i], (i=1, 2, 3, \dots, n).$$

resolviendo para M_i y B_i , se obtiene,

$$M_i = \frac{M_0}{m_i}; B_i = B_0 - \frac{M_0}{m_i} b_i, \quad (3.5)$$

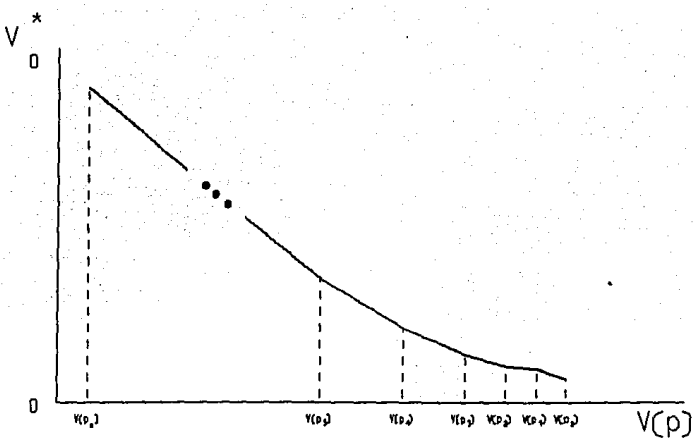


Figura 3.8 Gráfica del espacio transformado.

Nótese que cada una de las expresiones (3.3) implica multiplicar la respuesta del transductor por una constante M_i y sumarle otra de valor B_i para el segmento correspondiente. Este tipo de operaciones son de implementación electrónica sencilla mediante amplificadores operacionales. En principio bastaría construir n operadores de este tipo y aplicarles la señal proveniente del transductor; sin embargo, se tendría que vigilar la variable física bajo proceso y seleccionar manualmente el operador que corresponda al subintervalo que en ese momento esté trabajando.

Una forma de superar tal inconveniente es, como se mencionó anteriormente, empleando circuitos diodos de precisión logrando así una conmutación automática de los segmentos.

Se emplean diodos de precisión como detectores de nivel de voltaje, ajustados en aquéllos puntos donde cambia la pendiente de cada segmento, los cuales además superponen progresivamente términos a un operador base para modificar la pendiente de su respuesta -después de cada punto de conmutación-, a fin de ir generando cada uno de los segmentos correspondientes al intervalo de la variable física bajo proceso.

Este proceso se traduce analíticamente en lo siguiente: cada una de las expresiones (3.3) puede ser obtenida a partir de la inmediata anterior (ó posterior), tomando la primera (ó última) de ellas como segmento base; es decir, si

$$V_1^* = M_1 V + B_1 \quad (3.6)$$

es tomada como segmento base, entonces,

$$V_2^* = M_2 V + B_2 = V_1^* + A_1(V - C_1), \quad (3.7)$$

donde A_1 corresponde a la cantidad de modificación dependiente del segmento base para obtener la pendiente del segmento siguiente. C_1 representa el nivel de voltaje donde debe efectuarse el cambio. Sustituyendo (3.6) en (3.7), se tiene

$$M_2 V + B_2 = M_1 V + B_1 + A_1(V - C_1), \quad (3.8)$$

rearrreglando la ecuación anterior, se ve que,

$$(M_2 - M_1 - A_1)V + B_2 - B_1 + A_1 C_1 = 0, \quad (3.9)$$

resolviendo para A_1 y para C_1 , se obtiene,

$$A_1 = M_2 - M_1; C_1 = \frac{B_1 - B_2}{M_2 - M_1}. \quad (3.10)$$

Análogamente, el tercer segmento se encuentra partir del segundo, es decir,

$$V_3^* = M_3 V + B_3 = V_2^* + A_2(V - C_2), \quad (3.11)$$

donde A_2 es la cantidad de modificación de la pendiente del segundo segmento y C_2 es el nivel donde cambia el segundo segmento al tercero. Sustituyendo (3.7) en (3.11) se obtiene que,

$$M_3 V + B_3 = M_1 V + B_1 + A_1(V - C_1) + A_2(V - C_2), \quad (3.12)$$

resolviendo para A_2 y C_2 , se tiene que,

$$A_2 = M_3 - M_2; C_2 = \frac{B_2 - B_3}{M_3 - M_2}. \quad (3.13)$$

Este procedimiento se vuelve a aplicar para obtener los parámetros correspondientes al cuarto segmento y así sucesivamente hasta llegar al n -ésimo segmento en términos del primero y las modificaciones sucesivas impuestas. Por ser un proceso inductivo, se expresa de manera general en la forma siguiente,

$$V_i^* = M_1 V + B_1 + \sum_{j=2}^{j \leq i} A_{j-1} (V - C_{j-1}), \quad (3.14)$$

$$(i = 1, 2, 3, \dots, n)$$

con

$$A_{j-1} = M_j - M_{j-1}; C_{j-1} = \frac{B_{j-1} - B_j}{M_j - M_{j-1}} \quad (3.15)$$

siempre que, $2 \leq j \leq i$.

3.4 Diodos de precisión

Para la mayoría de aplicaciones, las características de un diodo semiconductor se aproximan a las del *diodo ideal*, sin embargo, cuando las señales son del orden de milivolts, el voltaje *umbral* del diodo resulta demasiado grande. Un diodo polarizado inversamente tiene una resistencia muy elevada, mientras que en polarización directa la resistencia es muy baja (en el diodo ideal la resistencia es infinita o nula cuando el diodo está polarizado inversa o directamente respectivamente).

Usando un circuito sencillo que consiste en un diodo en serie con una resistencia de carga, se comparan las curvas de transferencia de voltaje de los diodos ideal y práctico según la figura 3.9.

Los circuitos cuyas características son más cercanas a las de un diodo ideal se denominan *diodos de precisión*. Uno de los diodos de precisión más simples se puede implementar con un amplificador operacional y con un diodo en la malla de retroalimentación (ver figura 3.10).

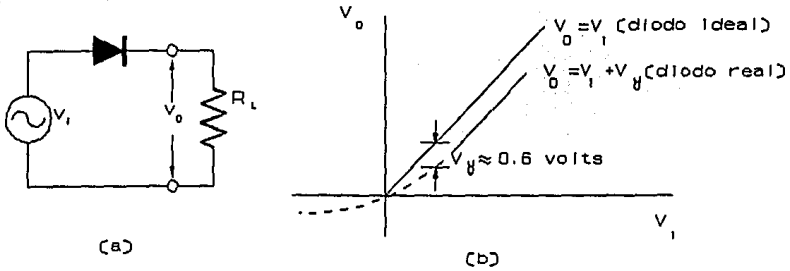


Figura 3.9 (a) Circuito para obtener la transferencia de voltaje de un diodo real. (b) Comparación de las transferencias de voltaje para los diodos ideal y real.

Una versión mejorada de un circuito diodo de precisión se muestra en la figura 3.11. Para entradas positivas el diodo D_2 no conduce y la salida es cero; para entradas negativas la salida es positiva y el diodo D_2 conduce, en consecuencia el circuito se comporta además como un amplificador inversor.

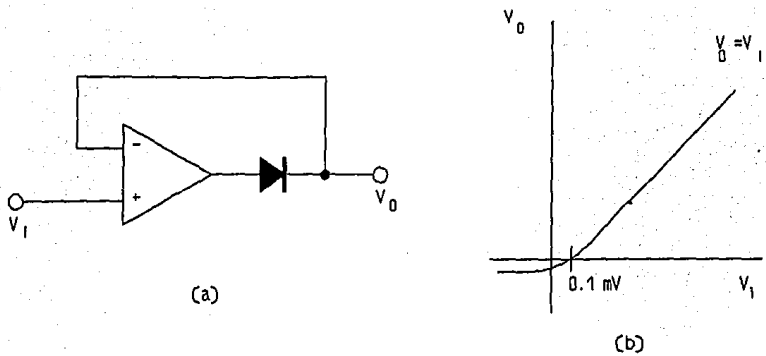


Figura 3.10 (a) Circuito "diodo de de precisión". (b) Curva de transferencia de voltaje.

Esta última versión es la que tiene mayores ventajas por su precisión y por su respuesta en un ancho de banda más amplio, además de incluir un amplificador tipo inversor.

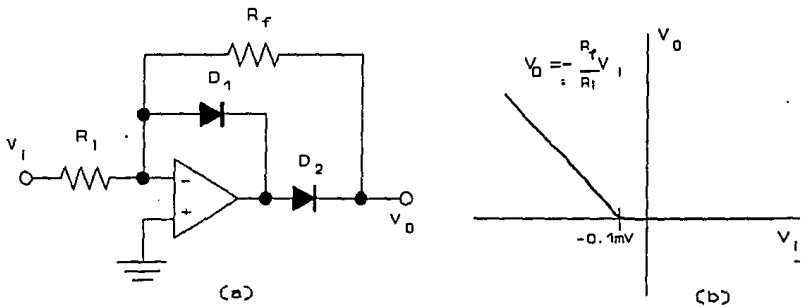


Figura 3.11 (a) Circuito diodo de precisión. (b) Curva de transferencia de voltaje.

3.5 Implementación del proceso de linealización

Para llevar a la práctica el proceso de linealización con la técnica de aproximación por segmentación se comienza con la implementación del *segmento base* dado por la ecuación (3.6). En la figura 3.12 aparece el circuito que sólo consta de un amplificador sumador.

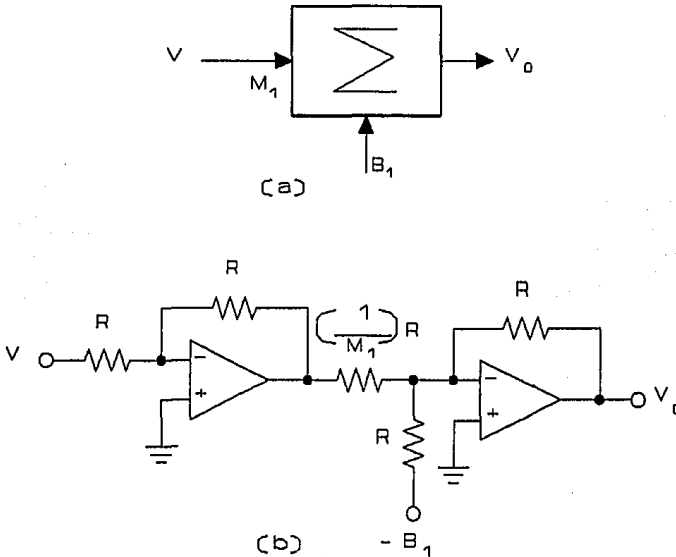


Figura 3.12 Implementación de la función $V_o = M_1 V + B_1$. (a) Diagrama de bloques. (b) Circuito electrónico.

La superposición del segmento siguiente al segmento base, según la ecuación (8), se logra colocando en paralelo al circuito base un circuito *diodo de precisión*, tal y como se muestra en la figura 3.13.

Naturalmente la superposición de los n segmentos de acuerdo a la ecuación (14) es obtenida con $n-1$ circuitos *diodos de precisión* conectados en paralelo con el segmento base.

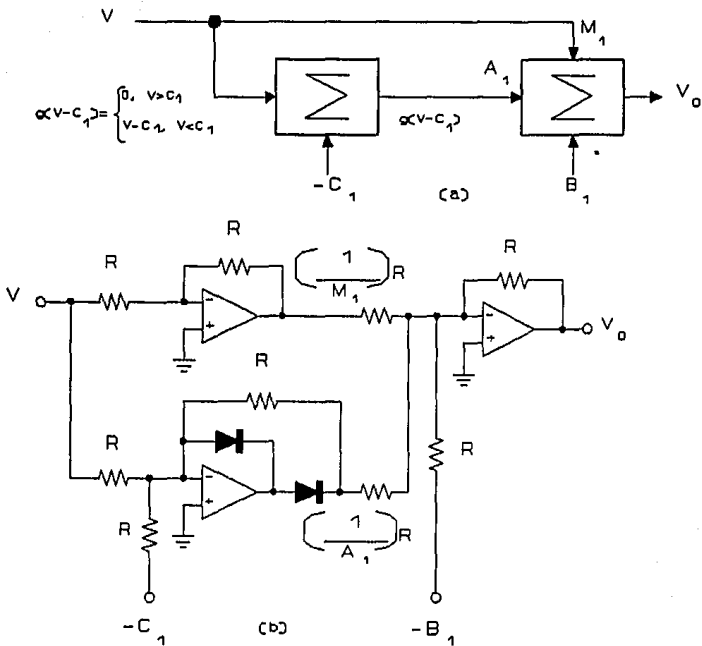


Figura 3.13 Implementación de la función $V_o = M_1 V + B_1 + A_1 (V - C_1)$. (a) Diagrama de bloques. (b) Circuito electrónico.

3.6 Fuente de corriente

Una vez que se había propuesto y aceptado el transductor que habría de usarse en este trabajo, se requirió diseñar una fuente de corriente constante estabilizada en temperatura, paramétricamente variable, a fin de obtener las curvas de comportamiento del transductor. El circuito correspondiente a tal fuente, se muestra en la figura 3.14.

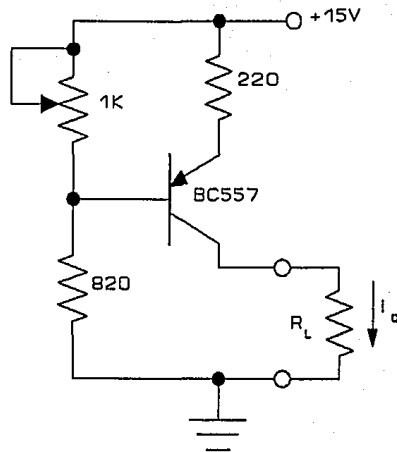


Figura 3.14 Fuente de corriente.

3.7 Desarrollo de dos versiones

Regresando a la curva de trabajo correspondiente al pirani No. 3 (el definitivo), cuyo desarrollo y análisis se hizo en el capítulo 2; y con la finalidad de aplicar la técnica de aproximación por segmentación lineal, se procedió a aproximar dicha curva por segmentos. El número inicial de estos segmentos que se propuso fue de sólo cinco; con los cuales se encontró que se podía linealizar dentro de un 5 % de error sólo en el intervalo de 10 a 110 micrones. Hubo una dispersión mucho mayor al intentar abarcar con los cinco segmentos hasta los 1000 micrones. En algunos puntos se rebasó el 1000 % de error. Tales resultados, obviamente, se consideraron no satisfactorios.

La solución inmediata fue incrementar el número de segmentos y volver a aplicar la técnica. Con nueve segmentos se logró obtener una linealización dentro de los porcentajes de error siguientes: 5 % en el intervalo de 10 a 110 micrones, 10 % para el rango de 110 a 250 micrones; e inferior a 13 % desde 250 hasta 1000 micrones; resultados que se presentan en el capítulo 5. Aún cuando se mejoró la respuesta del medidor, todavía se presentaron algunas desventajas que a continuación se resumen.

El mayor inconveniente en este circuito resultó ser el excesivo tiempo empleado en la calibración, en especial de los últimos cinco segmentos, debido principalmente a la sensibilidad baja en la respuesta de la curva de trabajo en el intervalo

correspondiente (110 a 1000 micrones). Con una segunda calibración sólo se pudo disminuir el error al 10 % en el intervalo de 10 a 1000 micrones, en consecuencia para mejorar la respuesta se tendría que hacer una recalibración más fina con una inversión de tiempo considerable, sin poder garantizar la estabilidad temporal del circuito a mediano y largo plazo. Por último, se observó que en el intervalo de mayor interés (10 a 60 micrones), el primer segmento debió haber sido en realidad representado por dos segmentos para una mejor aproximación.

Por todas las desventajas presentadas por el circuito anterior, se buscó la forma de linealizar la parte de la curva de trabajo de baja sensibilidad con otra técnica. En base a la naturaleza de la curva, la linealización podría realizarse por algún método que no fuera el de aproximación por segmentación lineal. A continuación se describen algunos.

3.8 Métodos particulares de linealización por aproximación suave

La mayor parte de la respuesta en la curva de trabajo, tiene aspecto de hipérbola, según se aprecia en la figura 3.15; por lo cual se efectuó un ajuste para obtener sus parámetros, dando como resultado que para el intervalo de 60 a 1000 micrones, la curva obedece precisamente a una hipérbola de la forma

$$V_T = \frac{A}{p-h} + k \quad (3.16)$$

donde, $A = 20.8 \text{ V } \mu$, $h = 30 \mu$ y $k = 1.4704 \text{ volts}$.

Para linealizar la curva (3.16) se requiere aplicarle la función inversa, es decir,

$$V_I = \frac{0.0208}{V_T - 1.4704} + 0.030 \quad (3.17)$$

CURVA DE TRABAJO Y CURVA AJUSTADA

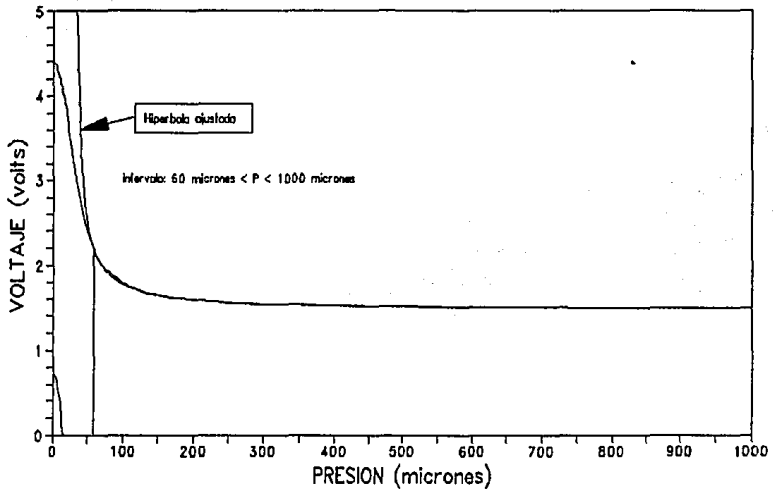


Figura 3.15 Ajuste de la curva de trabajo con una hipérbola.

De esta forma se tiene el problema de modelar una función no-lineal de la que se tiene su relación analítica; entonces, de acuerdo a lo que se discutió en la sección 3.2, se empieza con una representación de bloques operacionales ideales, lo cual se muestra en la figura 3.16.

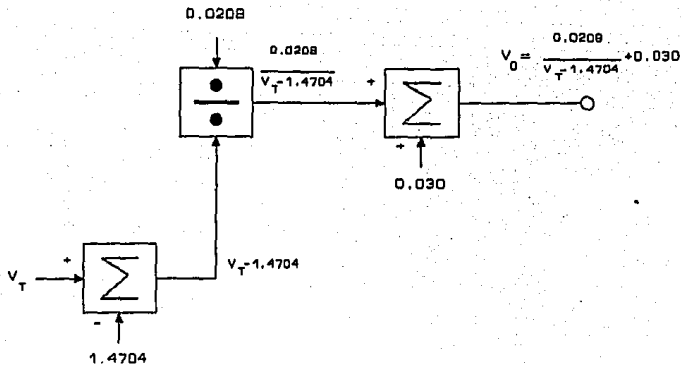


Figura 3.16 Modelado ideal de la función inversa para obtener la linealización de la curva de trabajo.

Del modelado anterior, el elemento nuevo que aparece para su implementación es el divisor. En la literatura acerca del área, este dispositivo analógico se encuentra casi siempre asociado a un multiplicador; por ello tal etapa se denominará desde aquí en adelante como *multiplicador/divisor*. Existen varias formas de implementación electrónica para el multiplicador/divisor, las que en principio se encuentran disponibles en un circuito integrado, o bien puede ser construido en forma discreta. Los métodos principales para construir multiplicadores/divisores son: por *transconductancia variable*, por *transresistencia variable*, por *modulación de pulso* ó por *logaritmo-antilogaritmo*. A continuación se dá una descripción básica de cada uno de estos métodos, resaltando sus principales características.

Método de transresistencia variable. Se puede entender como una resistencia controlada por voltaje por medio de la cual se efectúa la multiplicación/división. Esto es; se sabe que la corriente a través de una resistencia es proporcional al voltaje aplicado, e inversamente proporcional a la resistencia *-ley de Ohm-*; pero si la resistencia se hace linealmente proporcional a un voltaje de control, entonces la corriente de la resistencia se obtiene como la razón de dos señales de voltaje.

Los elementos usados para obtener resistencias controladas por voltaje son las fotoresistencias y los transistores de efecto de campo (*fet's*). Un multiplicador/divisor usando optoacopladores se

describe a continuación por ser del tipo que se utilizó en este trabajo. En la figura 3.17 se tiene un circuito constituido por dos amplificadores, uno de los cuales sirve para retroalimentar negativamente a una fotoresistencia obteniendo un valor fijo dado por $R_1=R_2V_Z/V_Y$. La condición primordial para este diseño es que las fotoresistencias estén acopladas en el mismo encapsulado a fin de lograr, inmunidad a variaciones térmicas; de este modo el amplificador restante, usado como inversor tiene un voltaje de salida $V_0=V_XV_Y/V_Z$.

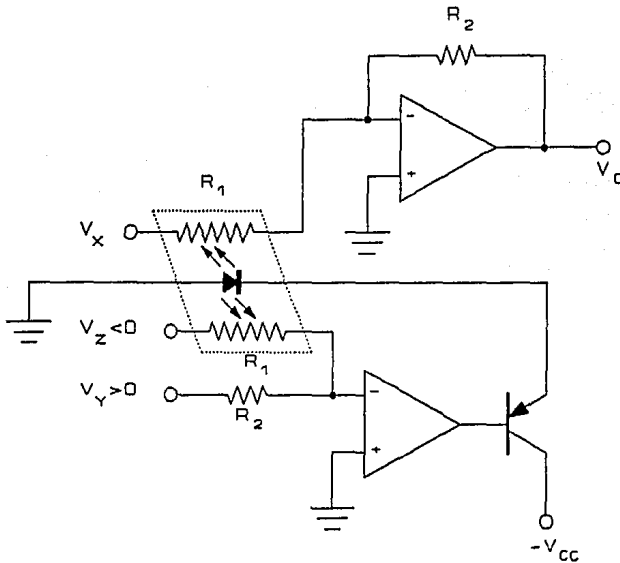


Figura 3.17 Circuito multiplicador/divisor empleando optoacopladores.

Método logaritmo-antilogaritmo. También permite implementar un multiplicador/divisor que como su nombre lo indica, se basa en la suma y sustracción de logaritmos de señales. Un diseño básico se muestra en la figura 3.18.

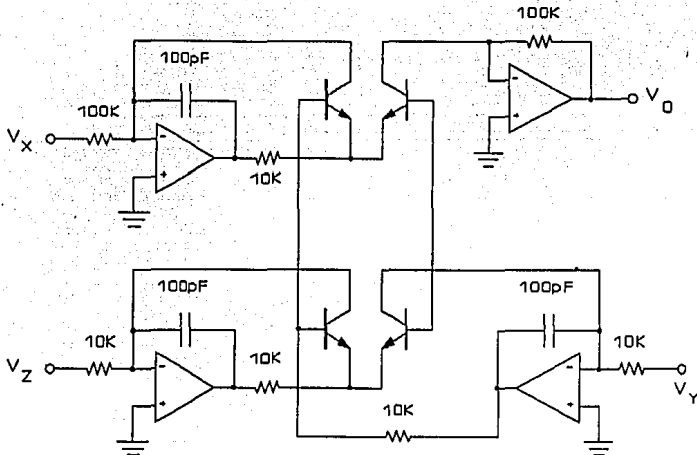


Figura 3.18 Circuito multiplicador/divisor empleando el método logaritmo-antilogaritmo.

En la deducción matemática detallada de la respuesta para la salida del multiplicador/divisor [3], se aprecia que la condición necesaria para que trabaje adecuadamente, es nuevamente que los arreglos de pares de transistores estén térmicamente acoplados. La desventaja de este circuito es que es lento en comparación con las dos versiones anteriores, pero esto no afectaría la aplicación para este trabajo. Sin embargo, el empleo de este circuito resulta no muy costeable por contener un número relativamente grande de componentes, en comparación con el de transresistencia.

3.9 Metodo de linealización por respuesta en fotoresistencia

Sin perder de vista los métodos de implementación de multiplicadores y divisores vistos en la sección anterior, se empezó por caracterizar a un optoacoplador formado por un led y una fotorresistencia. Se usó una resistencia de 1000 ohms para limitar la corriente en el "led", (ver figura 3.19), obteniendo una respuesta en la fotorresistencia de tipo hiperbólico, la que se muestra en la figura 3.20.

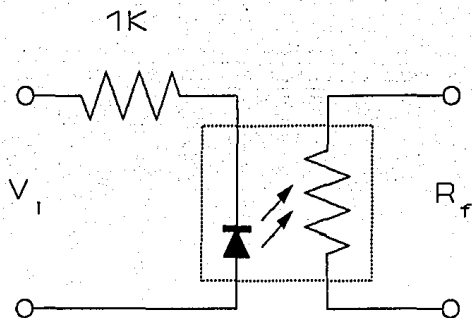


Figura 3.19 Circuito básico para obtención de la respuesta en la fotorresistencia.

CURVA DE RESPUESTA PLS 5S380

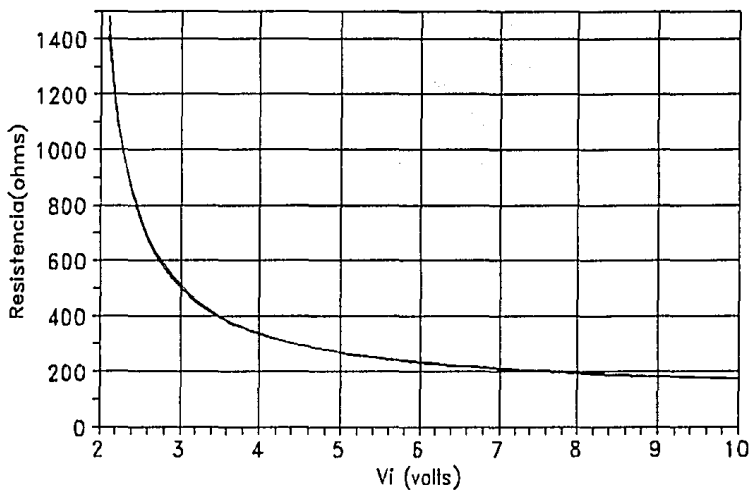


Figura 3.20 Respuesta de la fotorresistencia.

De analizar la curva anterior, se llega a que la respuesta del optoacoplador está representada por la ecuación ajustada (que también se presenta en la figura 3.20)

$$R_F = \frac{c}{V_i - a} + b \quad (3.18)$$

donde $c=520$ ohms/volt, $a=1.7$ volts y $b=110$ ohms, con $V_i \in [2, 10]$ volts.

Debido a que la respuesta de la fotorresistencia depende de la corriente que circula a través del "led", esto significa que el circuito conectado al "led" puede ser acondicionado de acuerdo a las necesidades del usuario. Sin embargo, con el arreglo de una fuente y una resistencia en serie con el "led" se tiene el inconveniente de no poder disminuir a V_i más allá de 2 volts, por esa razón se hizo la modificación mostrada en la figura 3.21.

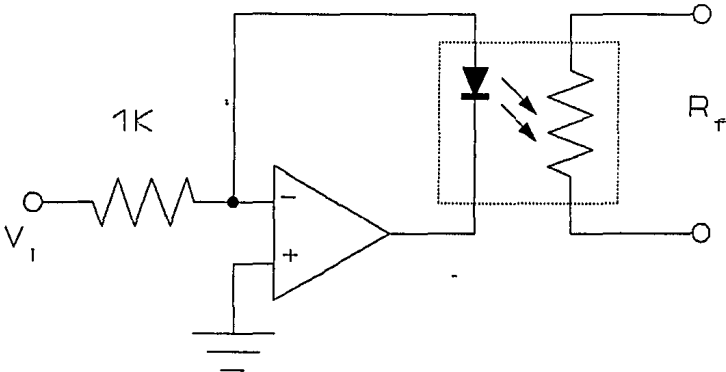


Figura 3.21 Modificación del circuito anterior para ampliar el intervalo de entrada.

Ahora el "led" está conectado en la malla de retroalimentación de un amplificador operacional, de esta forma V_i puede barrerse prácticamente desde casi cero volts.

Como la curva ajustada es de la forma,

$$R_F = \frac{440}{V_i - 0.019} + 120 \quad (3.19)$$

$$V_i \in [0.1, 10]$$

Y dado que se desea forzar la respuesta de la fotorresistencia para que se ajuste a la curva de trabajo del transductor (siendo las dos de la misma naturaleza en el intervalo ya mencionado); entonces se requiere llegar a la ecuación inversa (3.17), a partir de la ecuación (3.19); por lo que el primer paso es hacer $(V_i - V_d) - 0.019 = V_T - 1.4704$. Haciendo $V_i = V_T$, se llega a que $V_d = 1.4514$ volts, es decir, si la entrada V_i que aparece en la figura 3.18 se cambia por $V_T - 1.4514$, entonces se llega a la relación siguiente,

$$R_F = \frac{440}{V_T - 1.4704} + 120. \quad (3.20)$$

El circuito para tal respuesta, tiene la implementación electrónica que se muestra en la figura 3.22.

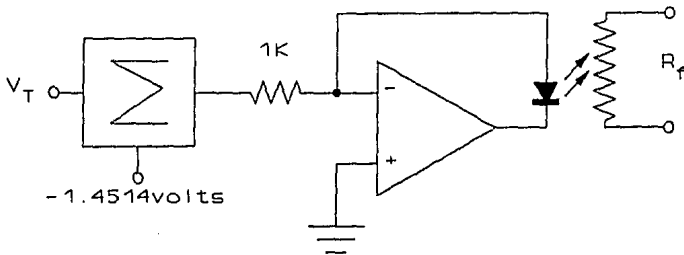


Figura 3.22 Implementación de la ecuación $R_F = (440 / (V_T - 1.4704)) + 120$.

El paso siguiente para llegar a la ecuación buscada es usar un circuito amplificador tipo no inversor, colocando la R_p en la retroalimentación y calculando los valores para R_i y V_i , es decir,

$$V_o = V_i \left(1 + \frac{R_F}{R_i} \right). \quad (3.21)$$

Sustituyendo R_p de la ecuación (3.19) en la ecuación (3.20), se tiene que,

$$V_o = V_i \left(1 + \frac{\frac{440}{R_i}}{V_T - 1.4704} + \frac{120}{R_i} \right). \quad (3.22)$$

Haciendo que V_i de la ecuación (3.17) sea igual a V_o de la ecuación (3.21), se encuentra que,

$$V_i = 24.3272 \text{ mV} \quad \text{y} \quad R_i = 514.61538 \Omega.$$

De esta forma el circuito que linealiza a la curva de trabajo en el intervalo de 60 a 1000 micrones, queda compuesto por el circuito mostrado en la figura 3.23.

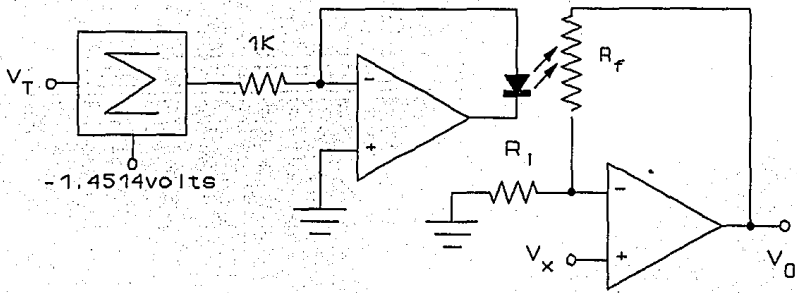


Figura 3.23 Circuito para la implementación de la función $V_o = V_x(1 + (R_f/R_i))$.

Del circuito anterior, surge el inconveniente de que es susceptible a la temperatura, por lo cual se hace una modificación por medio de otro optoacoplador que compensa al voltaje de referencia V_x . La versión ya terminada aparece en la figura 3.24, donde se describe en forma completa a los circuitos que antes estaban representados en forma esquemática.

De las ventajas más sobresalientes de este circuito se puede citar primero que el tiempo de calibración que emplea es mucho menor con respecto al del linealizador de nueve segmentos (sólo se necesitan tres "presets" para toda la curva). Otra ventaja es la de poder extrapolar la respuesta hasta los 2000 micrones, sin hacer modificaciones adicionales al circuito, sólo considerando que en esta zona la sensibilidad es bastante baja, por lo que el error resulta ser mayor, pero se puede usar como un buen indicador.

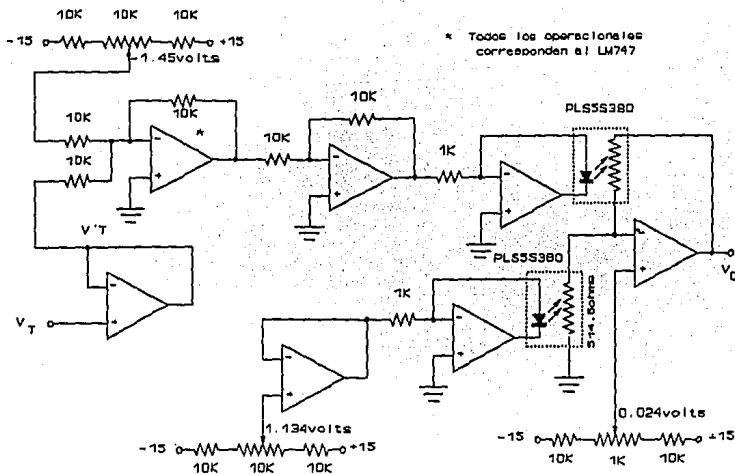


Figura 3.24 Circuito definitivo para el procesamiento de la señal en el intervalo de 60 a 2000 micrones.

3.10 Integración final del circuito

Para completar la linealización de la curva en todo el intervalo sólo falta el subintervalo de 1 a 60 micrones, en el cual la técnica de aproximación por segmentación lineal fue la más adecuada por toda la experiencia adquirida en las anteriores versiones del linealizador. Dicho intervalo se dividió en cuatro subintervalos para ser representados por segmentos lineales, los que se muestran en la figura 3.25, esto es,

| | |
|---------------------|----------------------------------|
| 1.0 a 15.5 μ , | $V_T = -0.0253481 P + 4.4624448$ |
| 15.5 a 38.0 μ , | $V_T = -0.0529977 P + 4.840768$ |
| 38.0 a 48.0 μ , | $V_T = -0.0378096 P + 4.2725344$ |
| 48.0 a 60.0 μ , | $V_T = -0.0228 P + 3.5472$ |

PARTICION DE LA CURVA 1 A 60 MICRONES

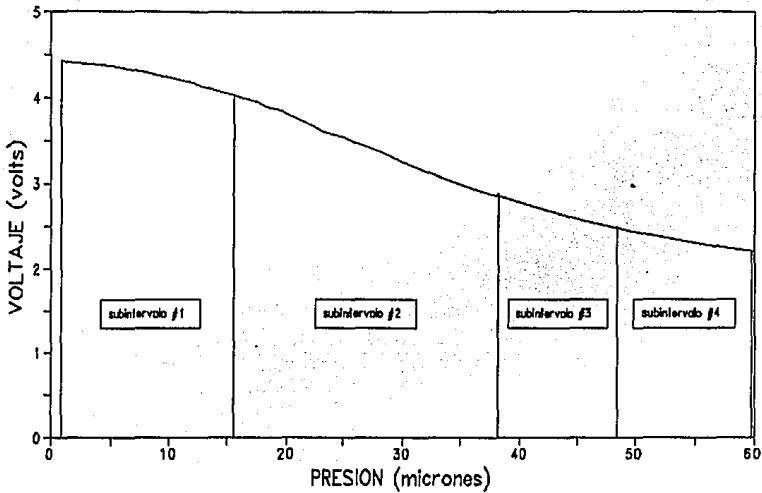


Figura 3.25 División del intervalo de 1 a 60 micrones para su representación por segmentos lineales.

Aplicando la técnica de aproximación por segmentación lineal discutida anteriormente, se encuentran los parámetros correspondientes,

| | | |
|---------------------|---------------------|-------------------|
| 1.0 a 15.5 μ , | $M_1 = -0.0390625,$ | $B_1 = 0.1732625$ |
| 15.5 a 38.0 μ , | $A_1 = 0.0194311,$ | $C_1 = 4.0899126$ |
| 38.0 a 48.0 μ , | $A_2 = -0.0066954,$ | $C_2 = 2.8419213$ |
| 48.0 a 60.0 μ , | $A_3 = -0.0177909,$ | $C_3 = 2.4620923$ |

Con los que se elaboraron los circuitos necesarios para cubrir el intervalo mencionado.

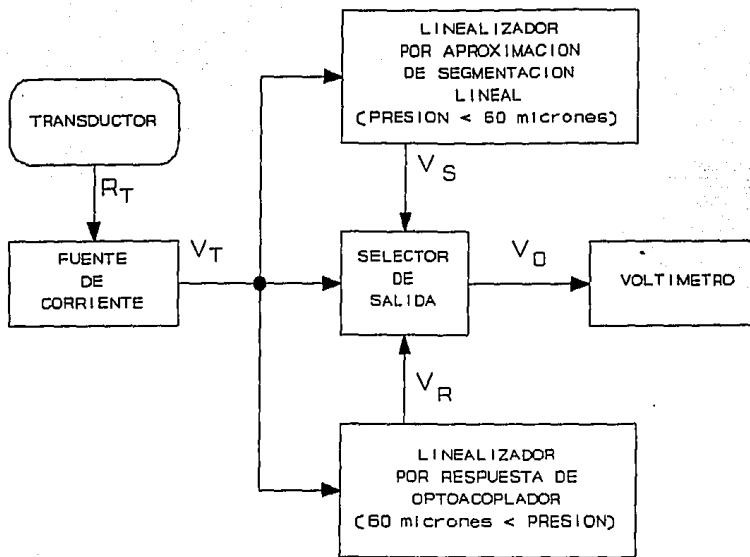


Figura 3.26 Elementos que conforman al medidor en su conjunto.

En forma general el medidor completo, está constituido por los elementos del diagrama de bloques que se ilustra en la figura 3.26.

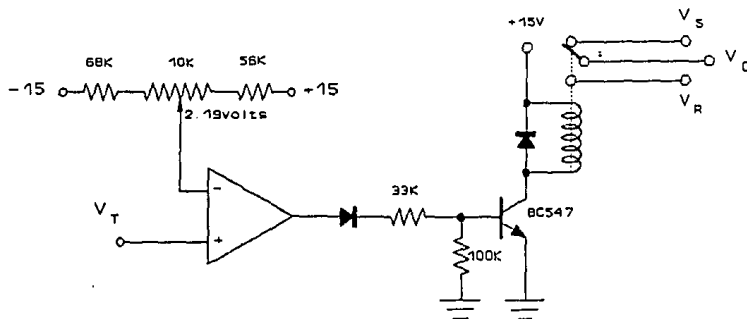


Figura 3.27 Circuito selector de intervalo.

Para hacer el cambio de intervalo automáticamente; es decir, cuando el medidor pasa del intervalo de (1 a 60 μ) al intervalo de (60 a 2000 μ), se implementó un selector que efectúa el cambio cuando V_7 tiene un valor de 2.19 volts correspondiente a 60 μ . Este selector está formado por un comparador y un relevador rápido activado por un transistor, según se muestra en la figura 3.27.

Finalmente se instaló un voltímetro de 3 1/2 dígitos a la salida del circuito para desplegar el valor de la presión que se encuentra midiendo el dispositivo.

Referencias

- [1] Coughlin, Robert F. & Driscoll, Frederick F. Circuitos Integrados Lineales y Amplificadores Operacionales, PRETINCE-HALL HISPANOAMERICANA, S. A., 1987.
- [2] Graeme & Tobey, OPERATIONAL AMPLIFIERS Design and Applications, INTERNATIONAL STUDENT EDITION, McGraw-Hill, 1971.
- [3] Graeme, Jerald G., APPLICATIONS OF OPERATIONAL AMPLIFIERS Third-Generation Techniques, INTERNAIONAL STUDENT EDITION, McGraw-Hill, 1973.
- [4] LINEAR PRODUCTS DATABOOK, Analog Devices, Inc., 1988.
- [5] Nonlinear Circuits Handbook, Edited by Daniel H. Sheingold, Analog Devices, Inc., 1976.
- [6] Schilling & Belove, ELECTRONIC CIRCUITS: DISCRETE AND INTEGRATED, International Student Edition, McGraw-Hill. c. 1968.
- [7] Transducer Interfacing Handbook. Edited by Sheingold, Daniel H., Analog Devices, Inc., 1981.

ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA

4. SISTEMA DE CONTROL PARA LINEA DE VACIO

Se inicia este capítulo con la descripción de la línea de preparación de gases para análisis isotópicos que motivó esta tesis; mostrando en particular la técnica para muestras de agua destinadas a análisis de oxígeno-18. En tal proceso, como se ve más adelante, surgen varias necesidades; una de ellas es la de medir y variar la presión (vacío) existente en diversos puntos estratégicos del sistema, a fin de conducir las sustancias gaseosas de muestras bajo preparación, por medio de válvulas de paso que sean activadas electrónicamente. Además, como las muestras necesitan sufrir cambios de estado, es decir, convertirlas del estado gaseoso al estado líquido, y de éste al sólido, hace falta efectuar cambios abruptos de temperatura, por lo que, en varias secciones del sistema de vacío se necesitan mover recipientes conteniendo baños refrigerantes (tanto de bajas temperaturas, $\sim 0^{\circ}\text{C}$; como de ultrabajas, $\sim -180^{\circ}\text{C}$), lo cual se conoce como *trampa fría*. Para otras aplicaciones, lo que se necesita es hornear las muestras ($T \sim 800^{\circ}\text{C}$) desde el exterior del sistema.

El objetivo perseguido, es hacer que los elementos descritos anteriormente sean controlados electrónicamente, obedeciendo a la programación previa del proceso de preparación. Esto requiere: tanto de conversiones *analógico-digitales* para capturar las señales producidas por los medidores, como de conversiones *digital-analógicas* para controlar a los "actuadores", como lo son: servoválvulas, posicionadores, etc. El manejo de estas señales digitalizadas, de entrada y salida, son gobernadas por computadora a través de interfases. En la computadora se elabora dicho programa para controlar el sistema de acuerdo a la muestra que se va a procesar.

A continuación se describen cada uno de los elementos antes mencionados, con todos los detalles necesarios para su integración.

4.1 Descripción de las líneas de preparación

La línea de preparación de muestras consta de cinco columnas, dispuestas en un arreglo circular. Estas columnas están unidas, en su parte superior, a un tubo central que las conecta, por una parte a una bomba mecánica que hace el prevacío, y por otra a una bomba difusora, haciendo la selección por medio de una válvula; ver figura 4.1.

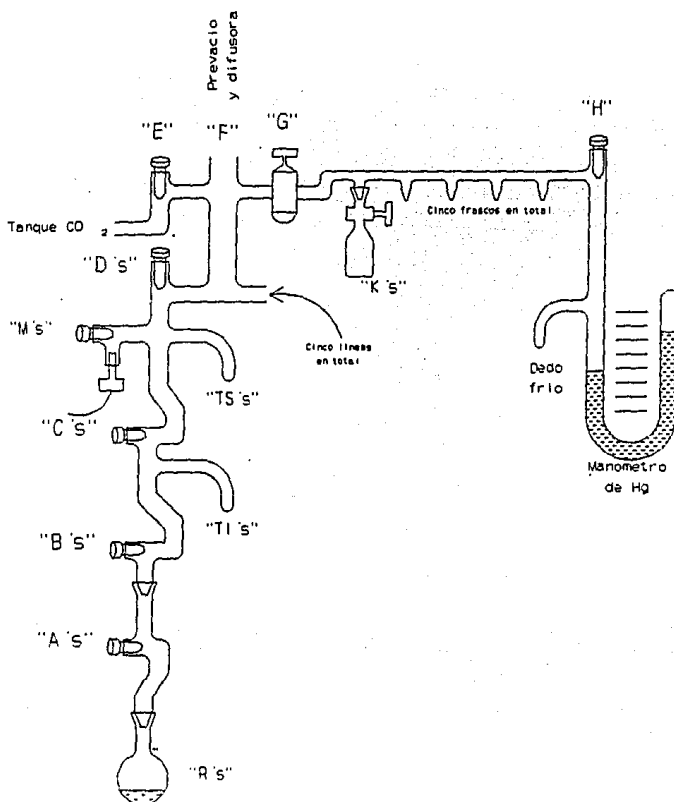


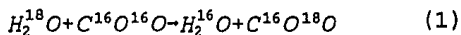
Figura 4.1. Línea de preparación de muestras.

Cada columna consta de las siguientes partes en forma descendente:

1. Válvula de paso superior "D".
2. Medidor de vacío (1 a 1000 micrones) "M".
3. Dedo frío superior (para secado del CO₂) "TS".
4. Válvula de paso intermedia "C".
5. Dedo frío inferior (para secado del CO₂) "TI".
6. Válvula de paso inferior "B".
7. Válvula de conexión entre la línea y el frasco reaccionador "A".
8. Frasco reaccionador "R".

4.2 Técnica de preparación de muestras de agua para análisis de oxígeno-18

El objetivo de esta técnica es obtener CO₂ enriquecido isotópicamente en oxígeno 18, para reflejar la composición isotópica del agua con la cual estuvo en equilibrio. La ecuación de la reacción química de intercambio en oxígeno 18 es, [12]



Este proceso requiere de bastantes horas de operación en las líneas, de ahí la necesidad de su automatización. La preparación de muestras se presenta a continuación en forma operacional y con objeto de simplificar la descripción, sólo se hace referencia a una de las cinco líneas que hay en total.

Una vez que todo el material se encuentra limpio y seco, se deposita una muestra de agua de 2 ml en el frasco reaccionador 'R', el cual es conectado a la línea de vacío. El primer paso consiste en la purificación previa de la línea; para lo cual primero se baja la temperatura de la muestra con un baño de hielo seco-etanol (~0°C) -evitando así su evaporación-, aplicando posteriormente la bomba mecánica de prevacío, seguido de un vacío por difusión, hasta llegar a diez micrones de presión en la columna correspondiente.

Después de purificar la línea una vez, la muestra es descongelada, para repetir el proceso de purificación nuevamente. Esto debe hacerse debido a que durante el descongelamiento mencionado, la muestra suelta algo de aire, conteniendo O¹⁶.

El paso siguiente es la transferencia de CO₂ a los frascos

reaccionadores. Este gas es transferido a la línea desde un tanque con regulador, justamente hasta la válvula 'B' que se encuentra cerrada (también lo está 'A'); la presión a la cual se deja que el gas invada a la línea es de 14.5 cm-Hg. Al cerrar la válvula 'D', una cantidad de CO₂ queda atrapada en esa porción de la línea.

Las muestras son congeladas a una temperatura más baja que la anterior (~-180°C), por medio de inmersión en N₂ líquido, éste congela no sólo el líquido, sino también posibles gases, O¹⁸ y O¹⁶; al abrir las válvulas 'A' y 'B' el CO₂ penetra al frasco reaccionador; lo cual se manifiesta al disminuir la presión hasta 10 micrones, debido a la condensación del CO₂ en el frasco reaccionador. Al cerrar tales válvulas, queda terminada la transferencia de CO₂ al frasco reaccionador, el cual es posteriormente descongelado y retirado para someterse a agitación en baño María a 25°C durante un mínimo de siete horas, a fin de que se lleve a cabo el intercambio isotópico predicho en la ecuación (1).

Transcurrido el tiempo anterior, -cuando ha terminado la reacción química de intercambio-, es necesario transferir el C¹⁶O¹⁸O así producido en el frasco reaccionador 'R', hacia el frasco contenedor 'K', para su análisis posterior en el espectrómetro de masas. Ello requiere de conectar nuevamente el contenedor en la línea de vacío y efectuar el proceso de purificación previa de la columna, siguiendo los mismos pasos mencionados al principio de esta técnica.

La transferencia del gas se hace mediante trampas frías que consisten en lo siguiente.

Manteniendo el frasco reaccionador congelado con la mezcla frigorífica (hielo seco-etanol), se sumerge el dedo frío inferior 'TI' en N₂ líquido a una profundidad inicial de 5 mm. Al abrir las válvulas 'A' y 'B', la diferencia de temperaturas entre la mezcla frigorífica (0°C) y el N₂ líquido (-180°C) hace que el CO₂ salga del reaccionador y quede atrapado en el dedo frío inferior. Se asegura máxima condensación del CO₂ aumentando la profundidad de inmersión del dedo frío hasta aproximadamente 50 mm.

Se mantienen estas condiciones durante tres minutos; cerrando después la válvula 'B' y abriendo momentáneamente la válvula 'D' para una purificación rápida del resto de la línea. En ese momento se sustituye el baño de N₂ líquido del dedo frío inferior (-180°C) por la mezcla frigorífica (~0°C). Este aumento de temperatura permite que el CO₂ atrapado inicialmente, pueda ascender por la línea, -a través de la válvula 'C' abierta-, durante cinco minutos. Transcurrido ese tiempo, el dedo frío superior 'TS' se sumerge 5 mm

en el N₂ líquido para empezar a condensar el CO₂. Se logra máxima condensación aumentando la profundidad de inmersión en el dedo frío superior, lo cual es notable cuando la presión alcanza un mínimo de diez micrones, momento en el que la válvula 'C' es cerrada, "acortando" la línea por la parte inferior. Nótese que hasta ahora, el gas de interés, ha sido transportado primero del frasco reaccionador al dedo frío inferior y después de éste último al dedo frío superior, operando con las diferencias de temperatura entre la mezcla frigorífica (~0° -evaporación-) y el N₂ líquido (~-180°C, condensación-), además de las válvulas de conexión correspondientes entre ellos.

En forma análoga, se efectúa el transporte final: del dedo frío superior al frasco contenedor, usando los mismos refrigerantes y tiempos a través de las válvulas 'D' y 'G'.

habiendo llegado el CO₂ al frasco contenedor, se cierra su válvula de sellado, se retiran refrigerantes descongelando al contenedor con aire caliente (no indispensable), con lo que termina el proceso de preparación de la muestra tomada como ejemplo (agua).

Otro tipo de muestras como lo son alcoholes, restos fósiles, etc; a lo más difieren de las muestras de agua, en que las primeras deben introducirse a la línea de preparación, no en estado líquido, sino en forma gaseosa; lo cual requiere del proceso previo de horneado a temperaturas controladas, del orden de 800°C.

4.3 Instrumentación del sistema de control

Haciendo una síntesis de la instrumentación necesaria para la automatización y el control del proceso de preparación de muestras, -ya con base en la técnica descrita en la sección anterior-, se requieren los equipos que a continuación se listan, en adición a la microcomputadora digital que fungirá como el control maestro de todos ellos.

- (a) Un medidor de vacío para cada uno de las cinco líneas, además del medidor correspondiente al manómetro de mercurio.
- (b) Cuatro servoválvulas para cada uno de las cinco líneas además de otras cuatro comunes a las cinco líneas.
- (c) Cuatro posicionadores por línea, para inmersión y emersión de las regiones mencionadas en las soluciones refrigerantes.
- (d) Un controlador de temperatura para gasificación previa de muestras que no sean agua.

A continuación se describen ó se dan referencias del prototipo de cada uno de los instrumentos anteriores.

4.3.(a) Medidor de presión (1 a 1000 micrones)

Al respecto no hay mayor comentario que el mencionar que a este instrumento se le dedicó gran parte de esta tesis (capítulos 2 y 3), habiendo logrado un medidor de Tecnología Nacional, comparable con las de patente extranjera, con salida de datos en forma analógica. Su integración al sistema de automatización requirió de la conversión A/D y la interfase adecuada para la comunicación con una microcomputadora; lo cual se describe en la sección de integración del sistema.

En este punto es importante subrayar que el diseño del medidor estuvo enfocado al procesamiento de la señal por métodos puramente analógicos, ya que en un principio se planteó, como primera necesidad, el tener a disposición un medidor portátil, práctico con el cual se hicieran mediciones de presión que fueran desplegadas directamente sin la intervención de ningún otro elemento de cálculo tal como una microcomputadora.

4.3.(b) Servoválvulas

Para cubrir esta parte, se dispuso de 30 servoválvulas marca *PNEUTRONICS* modelo 11103SS (ver figura 4.2). Cada una de ellas posee una entrada única para aire comprimido (40 a 60 lb/in²), el cual puede ser dirigido a cualquiera de las dos de sus salidas (*NA* -normalmente abierta y *NC* -normal cerrado-), dependiendo del estado eléctrico en que se encuentra la bobina ó solenoide que por inducción electromagnética mueve un émbolo que efectúa dicha conmutación.

Tales salidas controladas de aire comprimido se conectan a la válvula de "vacío" en la línea de preparación de muestras, la cual por diferencia de presiones permite abrir ó cerrar determinada región de tal línea.

En síntesis, la servoválvula, actúa como un relevador neumático para la válvula de "vacío" de la línea.

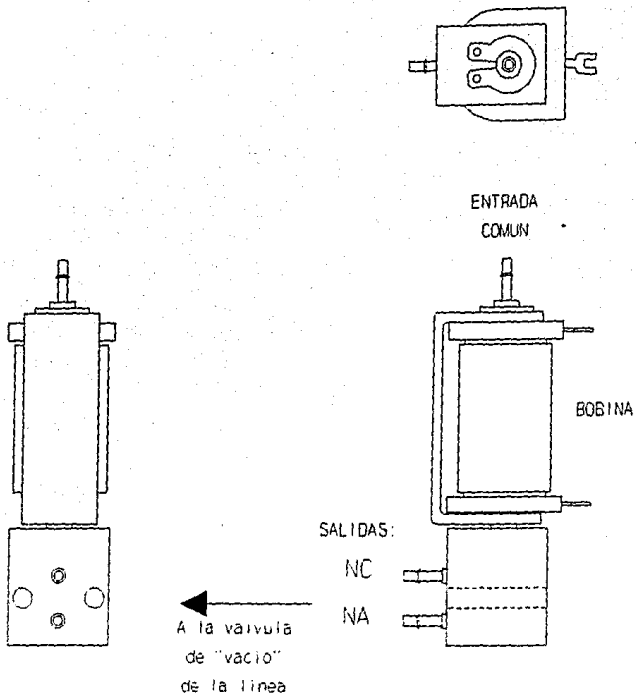


Figura 4.2 Válvula electro neumática.

4.3.(c) Posicionadores de refrigerantes

Recordando que esta parte surge por la necesidad de someter algunas secciones de la línea a un baño con una mezcla frigorífica (hielo seco-etanol, o bien, N_2 líquido. La finalidad de esta etapa consiste en que de una forma práctica y directa sea cambiada la temperatura en el interior del reaccionador, los dedos fríos y el contenedor, al hacer variar el nivel de la mezcla frigorífica.

Depositada la mezcla en el interior de un recipiente aislado térmicamente, se necesita un dispositivo que, desde una base de referencia, desplace verticalmente al recipiente proporcionalmente

a una señal eléctrica proveniente de un convertidor D/A en la interfase de salida de la computadora.

Un *servomecanismo* se adapta a lo deseado; en la figura 4.3 se presenta este tipo de dispositivo en forma esquemática. El motor produce una torca proporcional al voltaje de error v_e a la entrada del amplificador. Cuando v_e sea cero, el motor se detendrá, lo cual ocurre siempre que v_d iguale a v_i . Puesto que v_d es proporcional a x_0 , en consecuencia se tiene que x_0 es proporcional a v_i en el reposo.

Se puede en principio usar un motor de c. d., sin embargo, la creciente popularidad de los motores a pasos (*stepping motor*) también hace posible su aplicación.

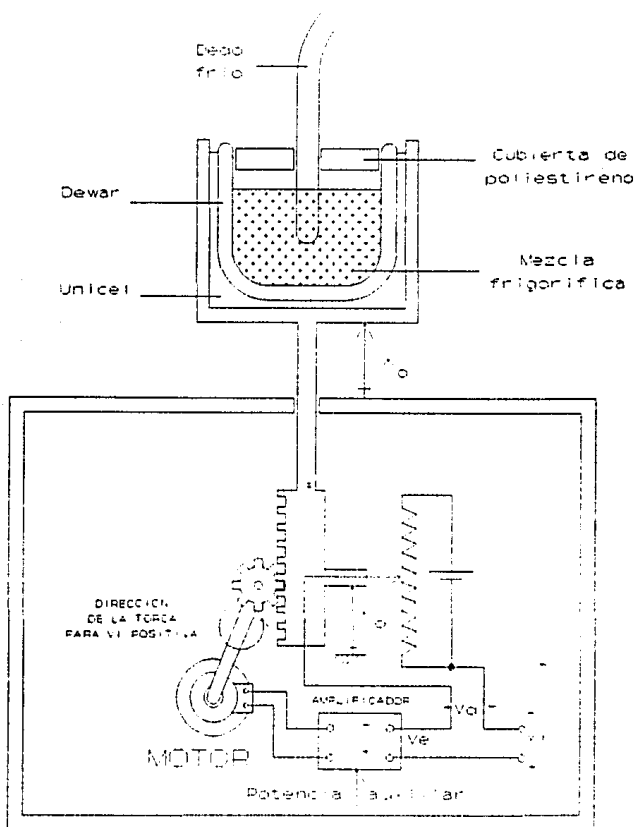


Figura 4.3 Sistema de congelamiento con servomecanismo.

Los motores a pasos funcionan básicamente mediante una secuencia de cuatro pasos, para cuatro señales de entrada (SW1 a SW4) con niveles *TTL*; lo que permite hacer girar al eje del motor con un desplazamiento angular de 1.8° por paso (200 pasos por revolución). Tal secuencia se ilustra en la tabla 4.1.

De acuerdo a lo anterior, es posible predeterminar y efectuar cualquier desplazamiento angular deseado en este tipo de motores, controlando la cantidad de pasos en las señales que se envían a este actuador; es decir, el servomecanismo de la figura 4.3 puede llevarse a cabo con este tipo de motores mediante un sistema a lazo abierto; sin embargo, por seguridad, se prefirió seguir el esquema a lazo cerrado; para lo cual se incluye (para confirmar el desplazamiento de referencia), a un potenciómetro deslizable que puede ser construido con alambre enrollado para producir un voltaje V_d .

Tabla 4.1 Secuencia de entrada de cuatro pasos para el motor a pasos.

| | SW1 | SW2 | SW3 | SW4 |
|---|-----|-----|-----|-----|
| 1 | on | off | on | off |
| 2 | on | off | off | on |
| 3 | off | on | off | on |
| 4 | off | on | on | off |
| 1 | on | off | on | off |

La diferencia de V_{ref} y V_d es convertida a su valor absoluto; esta señal controla a un oscilador que genera una onda cuadrada con una frecuencia proporcional a la señal de entrada.

Esto se consigue por medio de un circuito integrado LM566 que es un oscilador controlado por voltaje (*VCO -voltage controlled oscillator-*). El tren de pulsos a la salida del oscilador está montado sobre una señal de c. d. cuya magnitud es del doble de la amplitud de la señal, y se tiene que eliminar para ser compatible con los circuitos *TTL*.

De la señal anterior y por medio de "flip-flops" *J-K*, son generadas cuatro señales de onda cuadrada a una frecuencia de la mitad de la señal de entrada. Estos pulsos están desfasados 90°, uno con respecto al otro y en forma consecutiva; además, invirtiendo el orden de los pasos se logra obtener la secuencia en sentido opuesto. Estas dos secuencias son las entradas de cuatro multiplexores de dos entradas y una salida controlados por un selector común de un bit. La señal para el selector proviene de un comparador cuya salida se adecúa para que sea "uno" ó "cero" según corresponde digitalmente.

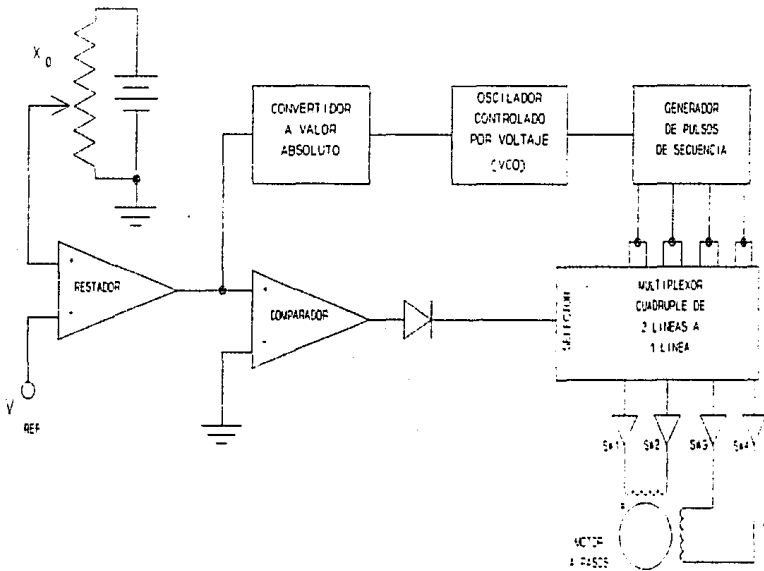


Figura 4.4 Diagrama de bloques del servomecanismo.

El voltaje de control del VCO, enviado por la computadora a través de un convertidor *D/A*, permite gobernar la velocidad del desplazamiento.

En la figura 4.4 se muestra el diagrama a etapas del servomecanismo; y en la figura 4.5 se presenta el circuito correspondiente.

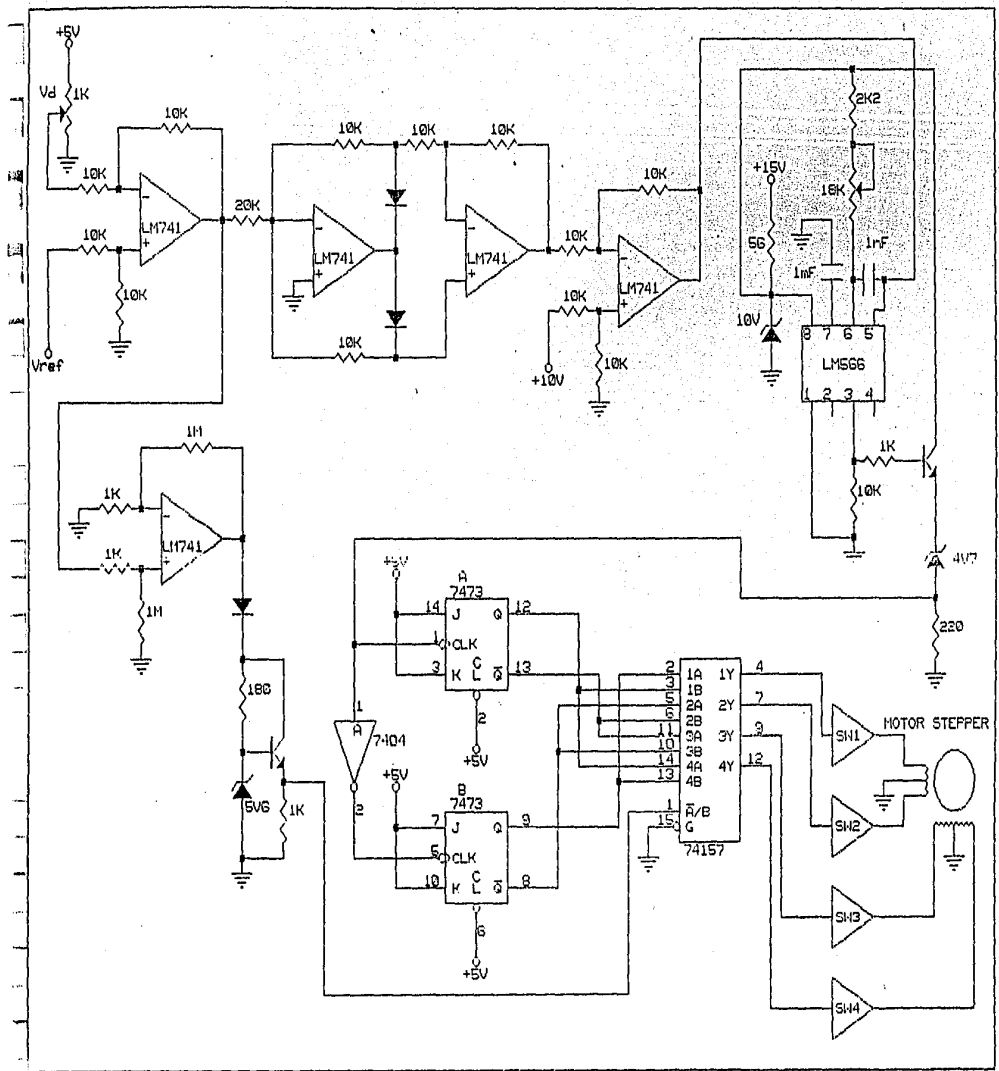


Figura 4.5 Circuito electrónico del servomecanismo.

4.3.(d) Controlador de temperatura

Como ya se comentó anteriormente, sólo se ha presentado un tipo de análisis de muestras, -el del agua-; sin embargo, existe una amplia variedad de muestras para ser analizadas, entre ellas se encuentran muestras radioactivas cuyo proceso requiere hornearlas, fuera de la línea de preparación, a temperaturas hasta de 1000°C. Por esta razón también se incluyó en el proyecto de automatización, la implementación de un controlador de temperatura con capacidad para controlar valores en el rango de 350°C a 1000°C.

Dado que en la actualidad este tipo de instrumento se ha desarrollado, -en México-, en múltiples y variadas formas; a fin de no duplicar esfuerzos innecesarios, sólo se seleccionó el más adecuado a este trabajo, construyéndolo con los diseños existentes.

En la figura 4.6 se muestra el diagrama de bloques del controlador basado en la técnica analógica de *modulación de ancho de pulso (PWM)* [9].

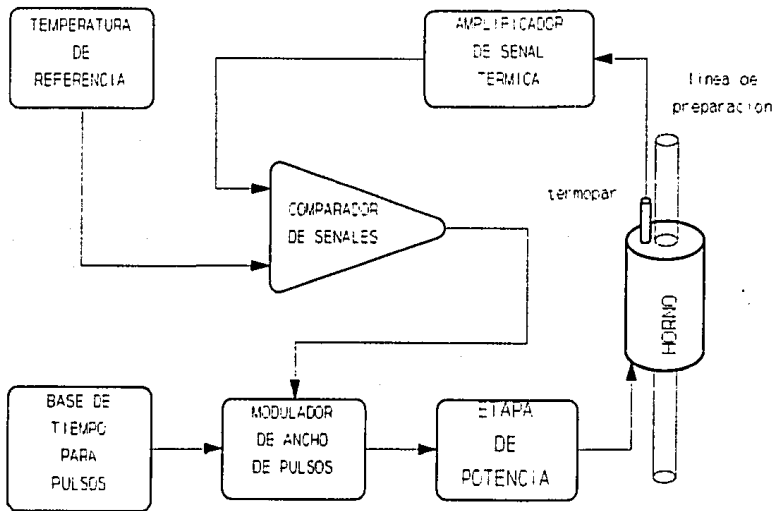


Figura 4.6 Diagrama de bloques para el control de temperatura.

Al respecto, sólo se considera necesario explicar brevemente su principio de funcionamiento.

Se usa como transductor un termopar tipo 'K' adecuado al

intervalo de temperatura a controlar. La señal que proporciona éste, es compensada en sus uniones frías contra cambios ambientales de calor, antes de entrar al amplificador de instrumentación; cuya función principal consiste en proporcionar un escalamiento adecuado a la temperatura a controlar. El comparador de señales proporciona la cantidad error existente entre la salida de dicho amplificador y un voltaje de alta regulación, usado como temperatura de referencia. La señal de error se usa para controlar el tiempo del ciclo de trabajo (modulador de ancho de pulsos) de una señal rectangular, -pulsos-, generada por una base de tiempo a frecuencia constante.

Los pulsos así modulados, adquieren potencia a través de la etapa del mismo nombre, para finalmente alimentar la calefacción eléctrica del horno cuya temperatura se controla por variación del valor eficaz (*RMS*) del voltaje de calefacción, en función de la señal proporcionada por el termopar.

4.4 Integración del sistema

Existen dos formas generales para establecer la comunicación entre los elementos mencionados y la computadora. Estas son, ya sea a través de puerto serie, o bien, por puerto paralelo. Debido a la cantidad de elementos a controlar, que necesitaron de varias señales para la toma de decisiones, -todo esto en forma relativamente rápida-, se decidió utilizar una comunicación en paralelo, en particular el protocolo IEEE 488 que se describe a continuación.

4.5 El bus IEEE 488

Originalmente el "bus" IEEE 488 fue diseñado con el propósito de ser usado como interfase de instrumentación electrónica, para microprocesadores dedicados, el cual cumplió tal finalidad hasta que Hewlett-Packard extendió su uso al campo computacional, además del de la instrumentación.

En este protocolo de comunicación, un sistema típico está formado por "receptores" y "transmisores", bajo las ordenes de un controlador. Una tarjeta de microprocesador puede actuar como controlador, "oyente" y "locutor". A menudo al "bus" IEEE 488 se le denomina *HPIB*, o más generalmente *GPIB* (*General Purpose Interface Bus*).

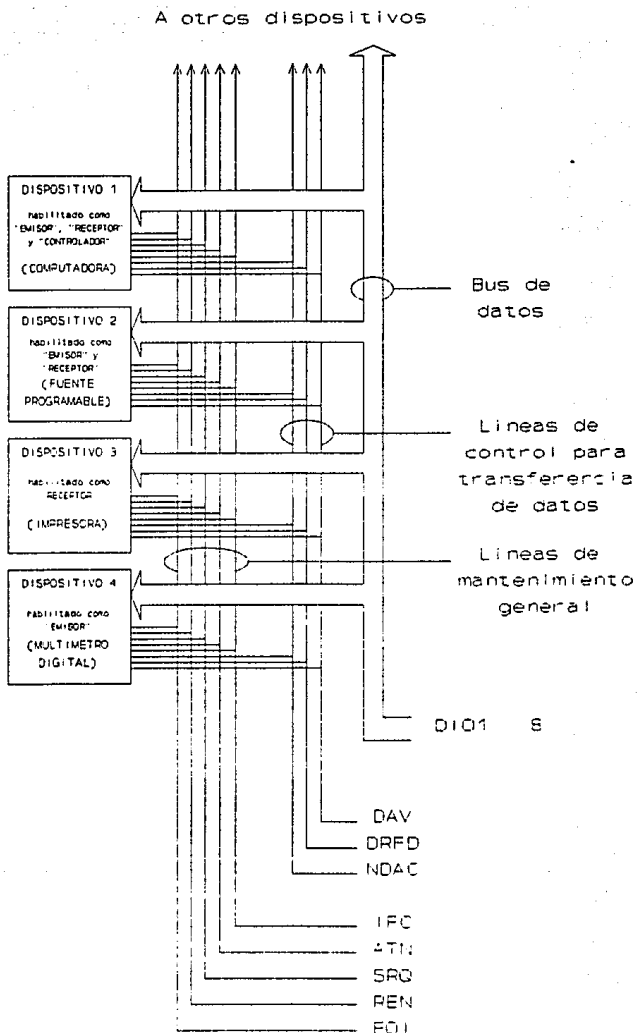


Figura 4.7 Configuración para el GPIB.

El "bus" de la interfase GPIB está constituida por 16 líneas de señales y 8 líneas de tierra, ver figura 4.7. Las 16 líneas mencionadas están agrupadas en 8 líneas de datos, 3 líneas de reconocimiento ("handshake") y 5 líneas de manejo general. Las líneas de datos DI01 hasta DI08 transportan datos y mensajes de comandos. Todos los comandos y la mayoría de datos usan 7 bits en un conjunto, en código ASCII, mientras que el octavo bit DI08 no se usa, ó es usado para paridad.

Una interface de tipo "receptora" descrita en términos generales, según la figura 4.8, está compuesta por un habilitador que deja pasar los datos siempre que la línea ATN sea verdadera, de lo contrario los datos se consideran comandos propios del dispositivo. Cuando recibe un comando de direcciones para "receptores", reconociendo su dirección particular entonces manda una señal que activa un habilitador -junto con ATN en falso- para transferir datos al dispositivo.

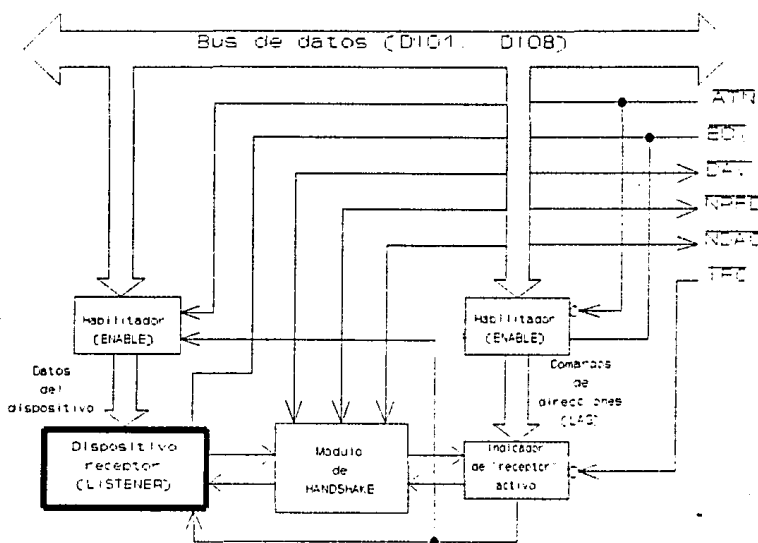


Figura 4.8 Interfase "receptora".

Análogamente, una interfase tipo "emisora" se puede entender en la misma forma que la "receptora", pero teniendo en

consideración que el habilitador de datos permite la transferencia con dirección hacia el exterior del dispositivo, según se aprecia en la figura 4.9.

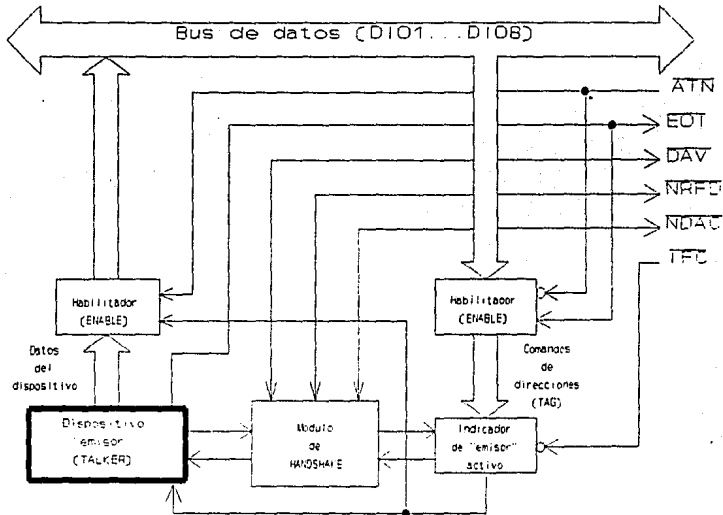


Figura 4.9 Interfase "emisora".

A continuación se da una explicación breve de las líneas que utiliza este tipo de comunicación.

Líneas de reconocimiento

Tres líneas controlan asincrónicamente la transferencia de los "bytes" de mensaje entre los sistemas en comunicación. Este proceso se llama "three-wire interlocked handshake" y garantiza que los "bytes" de mensaje sobre las líneas de datos sean enviados y recibidos sin errores de transmisión.

NRFD (not ready for data) indica cuando un dispositivo está o no listo para recibir un "byte" de mensaje. La línea está manejada por todos los dispositivos cuando reciben comandos y por todos los oyentes cuando reciben mensajes de datos.

NDAC(not data accepted) indica cuando un dispositivo ha ó no ha aceptado un byte de mensaje. La línea es manejada por todos los dispositivos cuando reciben comandos y por los oyentes cuando reciben mensajes de datos.

DAV(data valid) avisa cuando la señal sobre las líneas de datos son estables(válidas) y pueden ser aceptadas seguramente por los dispositivos. El controlador maneja la línea DAV cuando manda comandos y el locutor maneja la línea DAV cuando manda datos.

Una vez que el dato está en el "bus", el "emisor" checa que **NRF**D sea falsa, indicando que todos los dispositivos conectados al bus estén listos para enviar datos. Al mismo tiempo **NDAC** tiene que ser verdadero desde la transferencia del último byte. Si estas condiciones no se cumplen, el locutor espera hasta que **NRF**D y **NDAC** tengan el estado correcto. Si el locutor es un controlador, **NRF**D y **NDAC** tienen que permanecer estables por lo menos 100ns después de que **ATN** se ponga en verdadero.

Una vez que las líneas **NRF**D y **NDAC** están en estado adecuado, el "emisor" manda la línea **DAV** a verdadero, indicando que los datos en el "bus" son válidos. La línea **NRF**D cambia a verdadero y la línea **NDAC** a falso una vez que todos los dispositivos conectados al "bus" han aceptado los datos. Cada dispositivo libera la línea a su propia velocidad, pero la línea **NDAC** no cambiará a falso hasta que el dispositivo más lento haya aceptado el "byte" de datos.

Después que la línea **NDAC** se hace verdadera, el locutor pone entonces la línea **DAV** en falso para indicar que los datos en el "bus" ya no son válidos. En ese momento, la línea regresa al estado de falso que tenía originalmente. Finalmente, la línea **NRF**D es liberada por cada uno de los dispositivos a sus respectivas velocidades, hasta que la línea **NRF**D (por fin) se convierte en falsa cuando el dispositivo más lento está listo; quedando preparado el "bus" para repetir la secuencia con el siguiente "byte" de datos.

Líneas de Mantenimiento General

Se usan cinco líneas para gobernar el flujo de información a través de la interfase; éstas son:

ATN(attention) El controlador maneja **ATN** como verdadero cuando

él usa las líneas de datos para enviar comandos. Es falso cuando permite que un locutor envíe mensajes de datos.

IFC(interface clear) El controlador maneja la línea IFC para inicializar el "bus".

REN(remote enable) El controlador maneja la línea REN para poner a los dispositivos en modo de programación remoto ó local.

SRQ(service request) Cualquier dispositivo puede manejar la línea SRQ para hacer petición de servicio asíncrona al controlador.

EOI(end of identify) La línea EOI sirve a dos propósitos. Un "emisor" usa tal línea para marcar el final de una cadena de mensajes; o bien, el controlador usa la línea EOI para indicar a los dispositivos que identifiquen su respuesta en un "poll" paralelo.

Para construir una interfase GPIB, se parte de un circuito integrado que es la parte medular de la interfase, el 96LS488 [8], que es un circuito "TTL- LSI" que contiene toda la lógica necesaria para hacer que cualquier instrumento se pueda habilitar ya sea como "receptor", como "emisor", o como ambos; de acuerdo a los estándares del bus IEEE-488 para instrumentación programable. El 96LS488 tiene entradas para que la dirección de memoria de la interfase se pueda hacer simple ó doble; su velocidad se pueda hacer alta ó baja, etc.; de acuerdo a los requerimientos de los instrumentos y sistemas a utilizar. Este microcircuito opera con una sola fuente de 5 V y un reloj de 10 MHz para operar al reconocimiento del "bus" a una capacidad máxima de 1 MHz para la razón de datos.

4.6 Interfaces para la computadora

Una interfase requerida para el sistema de automatización, basada en el GPIB, es la que se encarga del manejo de servoválvulas y posicionadores de refrigerantes; las cuales necesitan de señales de entrada individuales para su activación; por esta razón la interface es del tipo "receptor" (listen) exclusivamente. Por otra parte la interfase por medio de la cual se hace la lectura de los medidores de presión, es del tipo "emisor" (talker). Ambos tipos de

interfaces se integran en un módulo cuyo diagrama de bloques se presenta en la figura 4.10.

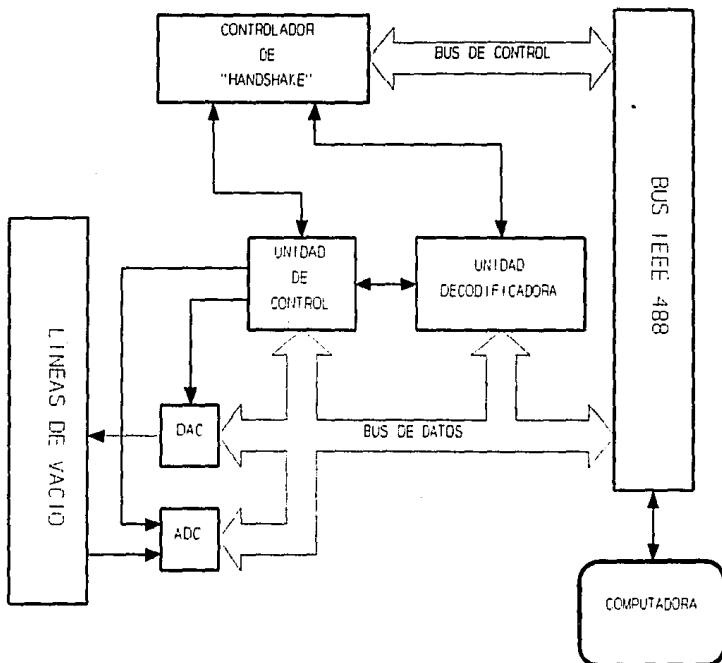


Figura 4.10 Diagrama de bloques para el sistema de automatización de líneas de vacío.

A continuación se describen brevemente cada uno de los tipos de interface mencionados.

4.6.(a) Interfase "receptora"

Como ya se mencionó, el diseño de esta interface tiene como parte medular el circuito integrado 96LS488 -que implementa virtualmente todas las funciones de la interfase IEEE-488-; y está apoyado en una lógica sencilla que tiene por objeto, en primer lugar, analizar un byte de inicio de secuencia que lleva un código de inicialización (ver figura 4.11); posteriormente los siguientes cuatro bytes de datos son aceptados y conforme va entrando cada byte se multiplexa a un latch de ocho bits, generando de esta forma

32 salidas independientes, -una para cada válvula-, según se muestra en la figura 4.12.

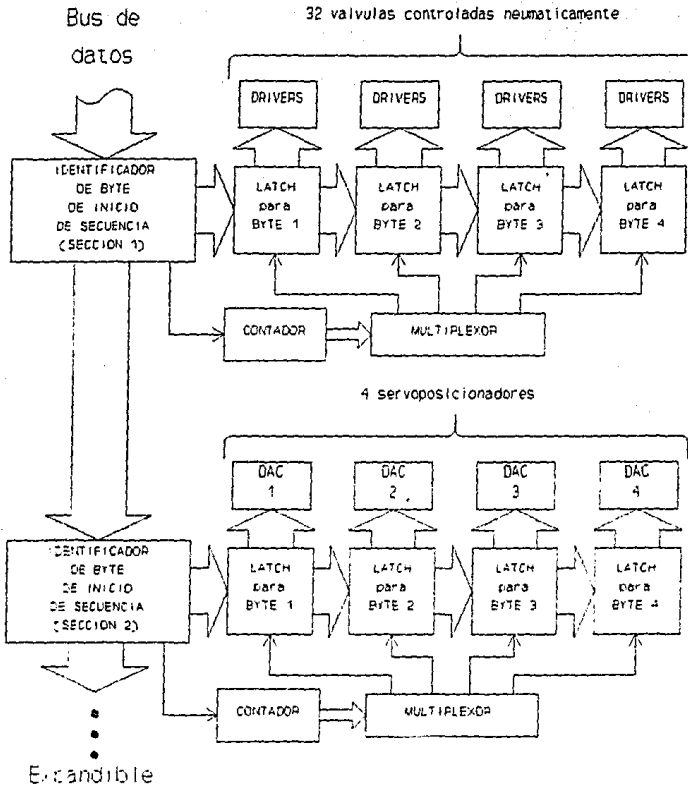


Figura 4.11 Estructura del dispositivo "receptor".

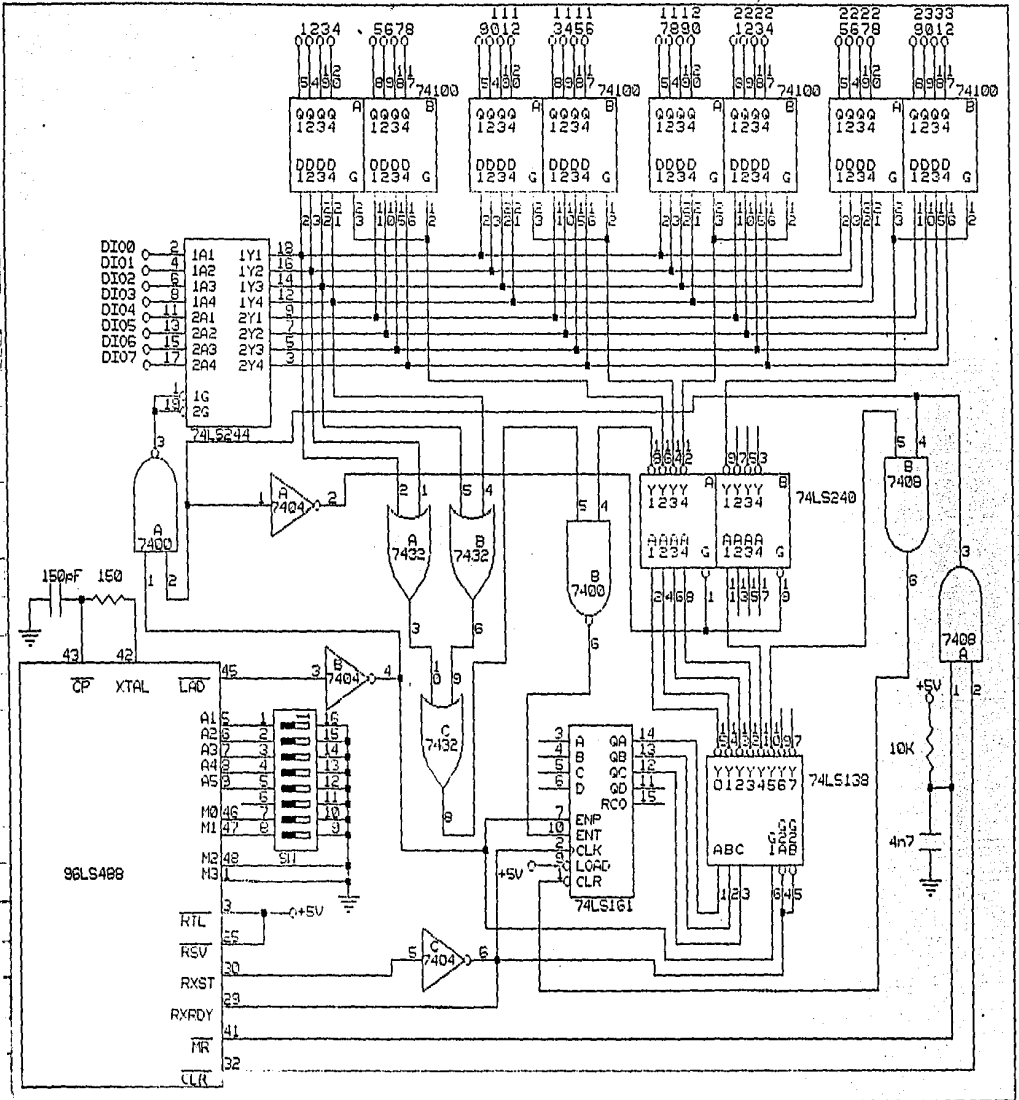


Figura 4.12 Interfase para control de válvulas.

Modo de direccionamiento.

Con las entradas para modo de direccionamiento ($M_0 - M_3$), se escoge uno de los catorce posibles modos de operación que corresponde a los valores $M_0=H$, $M_1=M_2=M_3=L$, cuya función es ser sólo oyente y tener modo simple de direccionamiento.

Para definir la dirección del instrumento, las líneas de entrada ($A_1 - A_3$) se conectan a un microswitch que fija los valores de la dirección.

Reloj de la interfase.

La forma de implementar el reloj para el sistema es aprovechando el "buffer-inversor" tipo *Schmitt-Trigger* incluido en el microcircuito, a fin de obtener un oscilador de relajación al conectar un condensador y una resistencia en una malla de retroalimentación; obteniéndose así una frecuencia de 10 Mhz.

4.6.(b) Interfase "emisora"

Puesto que el circuito integrado *96LS488* puede programarse como "receptor" y "emisor" simultáneamente, la forma de implementación para la interfase "emisora" tiene la misma estructura que la interfase "receptora" en cuanto a multiplexión de dispositivos se refiere. Los elementos que caracterizan a esta interfase son los convertidores A/D; acerca de los cuales se discute a continuación.

Se proporciona una salida para la señal analógica que contiene la información de la medición ya procesada. De esta forma, todo está preparado para incluir un convertidor A/D en la interfase sensora, y que ésta se encargue de enviar la señal ya digitalizada de la medición a la computadora cada vez que ella la solicite. Para esta aplicación en especial -entrada de la señal de presión digitalizada-, es necesario un convertidor con una resolución mínima de 10 bits en un intervalo de 0 a 1 volt, ya que la región de interés está comprendida entre 1 y 20 milivolts, llegando a ser un valor crítico el de 1 milivolt que corresponde a 1 micrón. Para tal objetivo, se usó el convertidor *ADC1001*, el cual es compatible con el bus de 8 bits; debido a que cada palabra es leída en 2 bytes de 8 bits, cada uno formateados con justificación izquierda, e iniciando la lectura con el byte más significativo, (ver tabla 4.2).

Tabla 4.2 Secuencia de bytes para el ADC1001.

| | DB7 | DB6 | DB5 | DB4 | DB3 | DB2 | DB1 | DB0 |
|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| BYTE1 | bit9 | bit8 | bit7 | bit6 | bit5 | bit4 | bit3 | bit2 |
| BYTE2 | bit1 | bit0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |

Ya en la realidad la prueba se hizo con un *ADC0805*, que es similar al *ADC1001*. Por otro lado, para la toma de decisiones en base a valores de presión (ver secuencia de preparación de muestras), con el diseño actual de la línea de preparación no es relevante tomar cinco medidas simultáneas, -una por cada línea vertical-; sino, más bien, al tomar una medida de cualquiera de los transductores, se obtiene la presión existente en todas las líneas a ese nivel. La solución inmediata para no tener que construir cinco medidores, fué la de conectar un selector de 5 posiciones operado en forma manual. La opción siguiente, un poco más elaborada, es usar un multiplexor digital, controlado desde la computadora.

4.7 Sistema de control general

Una vez adaptada la línea de preparación de muestras para su automatización (ver figura 4.13), al ser instalados los medidores, las servoválvulas, los servoposicionadores de refrigerantes para dedos fríos, etc, dicha línea toma un aspecto diferente. El resto del trabajo para su operación, es el de elaborar la programación ("software") adecuada a la preparación de cada muestra en particular. La microcomputadora utilizada para establecer comunicación con los elementos de la línea, vía las interfases, fué la *HP-86*; equipo que desde luego no hace depender de ninguna manera a las interfases desarrolladas en este trabajo.

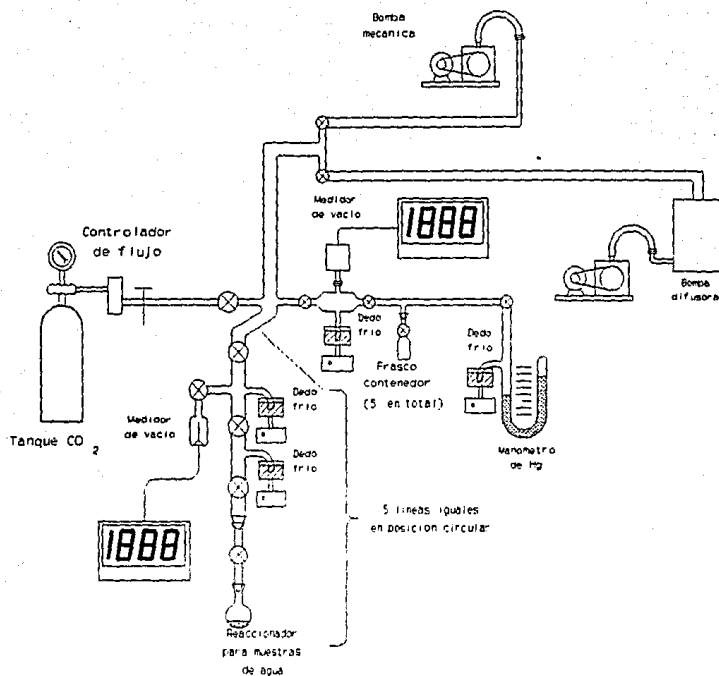


Figura 4.13 Esquema de la línea de preparación de muestras automatizada.

Referencias

- [1] ARTWICK Bruce A. Microcomputer Interfacing, PRETINCE-HALL, INC., c. 1980.
- [2] Burton, D. P. & Dexter A. L. Microprocesor Systems Handbook, Analog Devices, Inc, 1977.
- [3] Data acquisition Linear Devices, National Semiconductor Corporation, ed. 1989.

- [4] DOEBELIN Ernest O. MEASUREMENT SYSTEMS Application and Design, INTERNATIONAL STUDENT EDITION, McGraw-Hill, Inc., 1966, 1975.
- [5] Interconexión de Periféricos a Microprocesadores, Publicaciones Marcombo, S. A., c. 1984.
- [6] LESEA Austin & Rodney Zaks. Microprocessor Interfacing Techniques, 2a. ed., SYBEX Inc., c. 1977, 1978.
- [7] MILLMAN Jacob. MICROELECTRONICS: Digital and Analog Circuits and Systems, INTERNATIONAL STUDENT EDITION, McGraw-Hill, Inc., c. 1979.
- [8] 96LS488 General Purpose Interfacing Bus (GPIB) Circuit, FAIRCHILD, 1981.
- [9] RIVERA, H. M. Estudio de Propiedades Magnéticas en Sólidos mediante una Balanza Termomagnética, Tesis de licenciatura en Física, Fac. de Ciencias, U.N.A.M., 1992.
- [10] THE INTEGRATED CIRCUITS CATALOG for Design Engineers, 1a. ed., Texas Instruments Inc.
- [11] The TTL Data Book, Texas Instruments, c. 1985, 1988.
- [12] Epstein y Mayeda, Geochimica et Cosmochimica Acta 4:213-224, 1953.

5. Evaluaciones y conclusiones

De acuerdo al proyecto de trabajo de esta tesis, su desarrollo puede clasificarse en dos partes principales:

- 1°. El diseño y construcción de un sistema medidor de bajas presiones partiendo desde la manufactura del transductor necesario, hasta el despliegue de voltajes análogos a dichas presiones; todo ello, desde luego, respaldado por la fundamentación física correspondiente, lo cual comprendió básicamente las áreas de mecánica, termodinámica e instrumentación, y de esta última, particularmente el área de electrónica analógica.
- 2°. La planeación, selección; y en algunos casos la implementación de los elementos restantes necesarios a la automatización pretendida, además de su integración en un sistema de control; lo que comprendió en su mayoría, la aplicación de la electrónica digital.

La forma en la que se presenta todo el trabajo prácticamente coincide con su desarrollo cronológico, a lo largo del cual, -invariablemente-, se tuvo que seguir la metodología científica, es decir, una vez determinado el fenómeno a estudiar, fue indispensable observar, experimentar, evaluar, predecir comportamientos, obtener resultados y retroalimentar el método hasta alcanzar el objetivo particularmente deseado.

De acuerdo a lo anterior, la mayoría de las evaluaciones y resultados parciales que requirió cada una de las partes de este trabajo, se incluyeron durante su desarrollo; a saber, los resultados y conclusiones del transductor pirani elaborado, se encuentran en el capítulo 2; lo referente al sistema medidor de vacío, se presenta en el capítulo 3; y lo que corresponde al sistema de control numérico se encuentra en el capítulo 4 anterior.

Por las razones anteriores, se dedica este capítulo exclusivamente a:

- (a) La presentación de los resultados más relevantes, -incluyendo la metodología de evaluación-, del sistema completo de medición de vacío (transductor y etapas de procesamiento); con las conclusiones parciales pertinentes.

(b) Las conclusiones generales de todo el trabajo.

No se incluye evaluación final del sistema numérico de control, debido a que por una parte, las necesarias se usaron en el desarrollo del capítulo 4; y por la otra, dada la naturaleza digital de esa parte, su evaluación final se resume a decir un "sí" ó un "no" de su funcionamiento. Afortunadamente en este trabajo se llegó a decir un "sí".

5.1 Evaluación del sistema medidor de vacío

De acuerdo a lo mencionado en la sección 3.7, la evaluación del circuito linealizador de 9 segmentos, -que determinó el uso posterior de dos métodos de proceso para la señal del pirani 3-, consistió en lo siguiente.

Inicialmente se hizo una aproximación del linealizador a la curva de trabajo del pirani 3, simulando el comportamiento de este último mediante una resistencia manualmente variable. Posteriormente se instaló el transductor en la línea de vacío, evaluando el sistema en conjunto. En un principio, la curva previamente calibrada presentó una dispersión considerablemente alta, -sobre todo en los 4 últimos segmentos (presiones grandes); por lo que se efectuó una segunda calibración directamente sobre la línea de vacío, lo cual permitió obtener los resultados que se encuentran en la tabla 5.1; donde los valores de la primera columna son de $P(\mu)$ la presión absoluta existente en la línea de vacío, la cual fué medida indirectamente a través del voltaje V_{ref} (mV) del medidor *Edwards*, según la curva de calibración usada como patrón (sección 2.5). Los valores de V_0 (mV) corresponden a la presión medida por el conjunto pirani 3 y circuito linealizador de 9 segmentos, mediante lectura directa del voltaje análogo a la misma. En las columnas ΔP y $\Delta P/P$ se muestran las diferencias entre la presión medida por el sistema desarrollado: V_0 (mV); y la presión patrón (μ); es decir los errores absolutos y relativos (%) en cada caso.

Con los resultados de dicha tabla, se elaboró la gráfica mostrada en la figura 5.1, usando la relación existente con el voltaje V_{ref} (mV) del medidor *Edwards*, a fin de "encimar" los valores medidos con la curva usada como patrón, para efectos de comparación.

Por otra parte, en la figura 5.2 se presenta sólo la gráfica de los valores medidos por el sistema desarrollado, traducidos al voltaje V_{ref} (mV) antes mencionado, indicando los puntos de conmutación entre segmentos adyacentes.

Tabla 5.1 Resultados de la evaluación para el linealizador de 9 segmentos. Los valores realzados representan los puntos de conmutación entre dos segmentos consecutivos.

| Presión (μ) | Vref (mV) | Vo (mV) | ΔP | $\Delta P/P$ (%) |
|----------------------|--------------|------------|------------|---------------------|
| 8.0 | 6.0 | 10.4 | 2.4 | 30.0 |
| 10.0 | 8.0 | 11.3 | 1.3 | 13.0 |
| 12.0 | 10.0 | 12.6 | 0.6 | 5.0 |
| 13.5 | 12.0 | 14.0 | 0.5 | 3.7 |
| 15.0 | 14.0 | 15.4 | 0.4 | 2.7 |
| 17.0 | 16.0 | 16.6 | -0.4 | -2.4 |
| 18.5 | 18.0 | 18.0 | -0.5 | -2.7 |
| 20.0 | 20.0 | 19.5 | -0.5 | -2.5 |
| 21.5 | 22.0 | 20.9 | -0.6 | -2.8 |
| 23.0 | 24.0 | 22.8 | -0.2 | -0.9 |
| 25.0 | 26.0 | 24.2 | -0.8 | -3.2 |
| 26.5 | 28.0 | 26.1 | -0.4 | -1.5 |
| 28.0 | 30.0 | 27.9 | -0.1 | -0.4 |
| 30.0 | 32.0 | 30.0 | 0.0 | 0.0 |
| 32.0 | 34.0 | 31.9 | -0.1 | -0.3 |
| 34.0 | 36.0 | 34.0 | 0.0 | 0.0 |
| 36.0 | 38.0 | 36.0 | 0.0 | 0.0 |
| 38.0 | 40.0 | 38.2 | 0.2 | 0.5 |
| 40.0 | 42.0 | 40.1 | 0.1 | 0.3 |
| 42.5 | 44.0 | 41.9 | -0.6 | -1.4 |
| 45.0 | 46.0 | 43.9 | -1.1 | -2.4 |
| 47.0 | 48.0 | 46.0 | -1.0 | -2.1 |
| 50.0 | 50.0 | 48.0 | -2.0 | -4.0 |
| 52.0 | 52.0 | 50.3 | -1.7 | -3.3 |
| 55.0 | 54.0 | 53.1 | -1.9 | -3.5 |
| 57.0 | 56.0 | 55.2 | -1.8 | -3.2 |
| 60.0 | 58.0 | 57.5 | -2.5 | -4.2 |
| 62.0 | 60.0 | 60.7 | -1.3 | -2.1 |
| 64.0 | 62.0 | 63.9 | -0.1 | -0.2 |
| 67.0 | 64.0 | 66.4 | -0.6 | -0.9 |
| 70.0 | 66.0 | 68.3 | -1.7 | -2.4 |
| 72.0 | 68.0 | 70.9 | -1.1 | -1.5 |
| 75.0 | 70.0 | 73.3 | -1.7 | -2.3 |
| 77.0 | 72.0 | 76.1 | -0.9 | -1.2 |
| 80.0 | 74.0 | 78.3 | -1.7 | -2.1 |
| 83.0 | 76.0 | 80.1 | -2.9 | -3.5 |
| 86.0 | 78.0 | 84.8 | -1.2 | -1.4 |
| 90.0 | 80.0 | 87.0 | -3.0 | -3.3 |
| 91.0 | 82.0 | 89.8 | -1.2 | -1.3 |
| 94.0 | 84.0 | 92.2 | -1.8 | -1.9 |
| 97.0 | 86.0 | 95.0 | -2.0 | -2.1 |
| 100.0 | 88.0 | 96.8 | -3.2 | -3.2 |
| 103.0 | 90.0 | 99.1 | -3.9 | -3.8 |
| 106.0 | 92.0 | 101.5 | -4.5 | -4.2 |
| 111.0 | 94.0 | 104.1 | -6.9 | -6.2 |
| 115.0 | 96.0 | 106.8 | -8.2 | -7.1 |

| Presión (μ) | Vref (mV) | Vo (mV) | ΔP | $\Delta P/P$ (%) |
|----------------------|--------------|------------|------------|---------------------|
| 120.0 | 98.0 | 109.0 | -11.0 | -9.2 |
| 122.0 | 100.0 | 110.8 | -11.2 | -9.2 |
| 125.0 | 102.0 | 114.6 | -10.4 | -8.3 |
| 127.0 | 104.0 | 118.3 | -8.7 | -6.9 |
| 130.0 | 106.0 | 122.5 | -7.5 | -5.8 |
| 133.0 | 108.0 | 126.5 | -6.5 | -4.9 |
| 138.0 | 110.0 | 130.0 | -8.0 | -5.8 |
| 141.0 | 112.0 | 134.6 | -6.4 | -4.5 |
| 144.0 | 114.0 | 138.2 | -5.8 | -4.0 |
| 147.0 | 116.0 | 140.9 | -6.1 | -4.1 |
| 151.0 | 118.0 | 144.8 | -6.2 | -4.1 |
| 155.0 | 120.0 | 148.6 | -6.4 | -4.1 |
| 160.0 | 122.0 | 149.9 | -10.1 | -6.3 |
| 163.0 | 124.0 | 151.0 | -12.0 | -7.4 |
| 167.0 | 126.0 | 152.5 | -14.5 | -8.7 |
| 171.0 | 128.0 | 157.0 | -14.0 | -8.2 |
| 175.0 | 130.0 | 160.0 | -15.0 | -8.6 |
| 180.0 | 132.0 | 164.8 | -15.2 | -8.4 |
| 183.0 | 134.0 | 170.9 | -12.1 | -6.6 |
| 188.0 | 136.0 | 176.9 | -11.1 | -5.9 |
| 190.0 | 138.0 | 181.0 | -9.0 | -4.7 |
| 198.0 | 140.0 | 188.3 | -9.7 | -4.9 |
| 201.0 | 142.0 | 192.5 | -8.5 | -4.2 |
| 208.0 | 144.0 | 198.4 | -9.6 | -4.6 |
| 210.0 | 146.0 | 203.0 | -7.0 | -3.3 |
| 216.0 | 148.0 | 207.0 | -9.0 | -4.2 |
| 220.0 | 150.0 | 210.0 | -10.0 | -4.5 |
| 226.0 | 152.0 | 212.0 | -14.0 | -6.2 |
| 231.0 | 154.0 | 215.0 | -16.0 | -6.9 |
| 235.0 | 156.0 | 220.0 | -15.0 | -6.4 |
| 240.0 | 158.0 | 226.0 | -14.0 | -5.8 |
| 246.0 | 160.0 | 230.0 | -16.0 | -6.5 |
| 252.0 | 162.0 | 237.0 | -15.0 | -6.0 |
| 255.0 | 164.0 | 240.0 | -15.0 | -5.9 |
| 265.0 | 166.0 | 242.0 | -23.0 | -8.7 |
| 267.0 | 168.0 | 251.0 | -16.0 | -6.0 |
| 272.0 | 170.0 | 263.0 | -9.0 | -3.3 |
| 280.0 | 172.0 | 279.0 | -1.0 | -0.4 |
| 286.0 | 174.0 | 292.0 | 6.0 | 2.1 |
| 291.0 | 176.0 | 303.0 | 12.0 | 4.1 |
| 298.0 | 178.0 | 311.0 | 13.0 | 4.4 |
| 285.0 | 180.0 | 321.0 | 36.0 | 12.6 |
| 311.0 | 182.0 | 330.0 | 19.0 | 6.1 |
| 320.0 | 184.0 | 340.0 | 20.0 | 6.3 |
| 316.0 | 186.0 | 350.0 | 34.0 | 10.8 |
| 333.0 | 188.0 | 361.0 | 28.0 | 8.4 |
| 340.0 | 190.0 | 371.0 | 31.0 | 9.1 |
| 347.0 | 192.0 | 382.0 | 35.0 | 10.1 |
| 355.0 | 194.0 | 389.0 | 34.0 | 9.6 |

| Presión (μ) | Vref (mV) | Vo (mV) | ΔP | $\Delta P/P$ (%) |
|----------------------|--------------|------------|------------|---------------------|
| 362.0 | 196.0 | 398.0 | 36.0 | 9.9 |
| 370.0 | 198.0 | 407.0 | 37.0 | 10.0 |
| 380.0 | 200.0 | 418.0 | 38.0 | 10.0 |
| 385.0 | 202.0 | 427.0 | 42.0 | 10.9 |
| 395.0 | 204.0 | 436.0 | 41.0 | 10.4 |
| 400.0 | 206.0 | 440.0 | 40.0 | 10.0 |
| 410.0 | 208.0 | 448.0 | 38.0 | 9.3 |
| 420.0 | 210.0 | 460.0 | 40.0 | 9.5 |
| 430.0 | 212.0 | 469.0 | 39.0 | 9.1 |
| 440.0 | 214.0 | 482.0 | 42.0 | 9.5 |
| 450.0 | 216.0 | 499.0 | 49.0 | 10.9 |
| 460.0 | 218.0 | 516.0 | 56.0 | 12.2 |
| 470.0 | 220.0 | 523.0 | 53.0 | 11.3 |
| 480.0 | 222.0 | 542.0 | 62.0 | 12.9 |
| 490.0 | 224.0 | 552.0 | 62.0 | 12.7 |
| 500.0 | 226.0 | 561.0 | 61.0 | 12.2 |
| 510.0 | 228.0 | 563.0 | 53.0 | 10.4 |
| 520.0 | 230.0 | 578.0 | 58.0 | 11.2 |
| 530.0 | 232.0 | 589.0 | 59.0 | 11.1 |
| 540.0 | 234.0 | 600.0 | 60.0 | 11.1 |
| 560.0 | 236.0 | 607.0 | 47.0 | 8.4 |
| 570.0 | 238.0 | 615.0 | 45.0 | 7.9 |
| 580.0 | 240.0 | 621.0 | 41.0 | 7.1 |
| 590.0 | 242.0 | 627.0 | 37.0 | 6.3 |
| 605.0 | 244.0 | 638.0 | 33.0 | 5.5 |
| 620.0 | 246.0 | 660.0 | 40.0 | 6.5 |
| 630.0 | 248.0 | 673.0 | 43.0 | 6.8 |
| 645.0 | 250.0 | 701.0 | 56.0 | 8.7 |
| 660.0 | 252.0 | 723.0 | 63.0 | 9.5 |
| 670.0 | 254.0 | 729.0 | 59.0 | 8.8 |
| 680.0 | 256.0 | 740.0 | 60.0 | 8.8 |
| 690.0 | 258.0 | 749.0 | 59.0 | 8.6 |
| 710.0 | 260.0 | 758.0 | 48.0 | 6.8 |
| 720.0 | 262.0 | 777.0 | 57.0 | 7.9 |
| 730.0 | 264.0 | 793.0 | 63.0 | 8.6 |
| 750.0 | 266.0 | 810.0 | 60.0 | 8.0 |
| 760.0 | 268.0 | 821.0 | 61.0 | 8.0 |
| 775.0 | 270.0 | 841.0 | 66.0 | 8.5 |
| 780.0 | 272.0 | 858.0 | 78.0 | 10.0 |
| 800.0 | 274.0 | 867.0 | 67.0 | 8.4 |
| 820.0 | 276.0 | 889.0 | 69.0 | 8.4 |
| 830.0 | 278.0 | 899.0 | 69.0 | 8.3 |
| 845.0 | 280.0 | 911.0 | 66.0 | 7.8 |
| 855.0 | 282.0 | 918.0 | 63.0 | 7.4 |
| 870.0 | 284.0 | 927.0 | 57.0 | 6.6 |
| 890.0 | 286.0 | 943.0 | 53.0 | 6.0 |
| 900.0 | 288.0 | 950.0 | 50.0 | 5.6 |
| 920.0 | 290.0 | 956.0 | 36.0 | 3.9 |
| 930.0 | 292.0 | 973.0 | 43.0 | 4.6 |

| Presión (μ) | Vref (mV) | Vo (mV) | ΔP | $\Delta P/P$ (%) |
|----------------------|--------------|------------|------------|---------------------|
| 950.0 | 294.0 | 975.0 | 25.0 | 2.6 |
| 960.0 | 296.0 | 982.0 | 22.0 | 2.3 |
| 980.0 | 298.0 | 989.0 | 9.0 | 0.9 |
| 1000.0 | 300.0 | 990.0 | -10.0 | -1.0 |

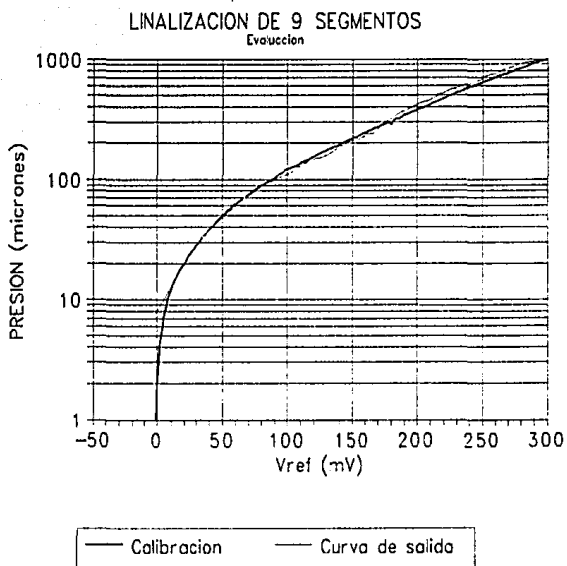


Figura 5.1 Comparación entre la curva de calibración y la curva de salida del linealizador de 9 segmentos.

CURVA DE SALIDA
Y PUNTOS DE CONMUTACION

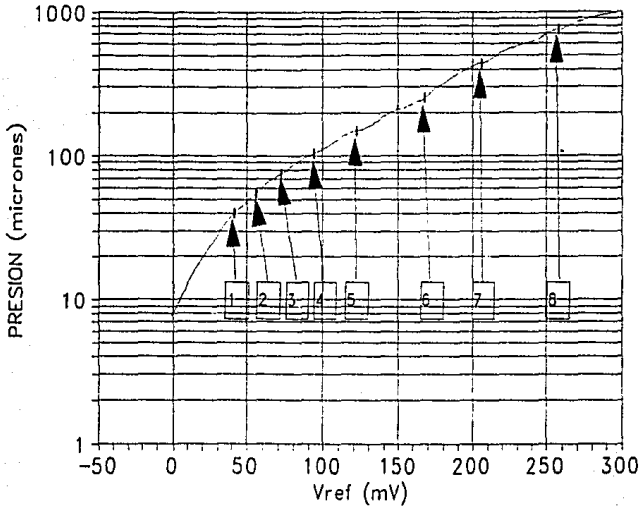


Figura 5.2 Ubicación de los puntos de conmutación de la salida del linealizador de 9 segmentos.

De analizar la tabla 5.1 y las gráficas anteriores, se observó lo siguiente.

- i) En el rango de presiones bajas: 0 a 110 micrones, -aproximado por los primeros 4 segmentos-, el error relativo no excede el 5 % de la medida, excepto en los primeros valores (0 a 10 micrones) donde el error absoluto es comparable a la medida.
- ii) Para las presiones entre 110 y 250 micrones, -segmentos 5 y 6, el error relativo llega a superar el 5 % pero no excede al 10 %. Es notable que los valores altos de error aparecen con más frecuencia en las proximidades de los puntos de unión de segmentos adyacentes.
- iii) Para el rango de 250 a 1000 micrones, -segmentos 7, 8 y 9-, los errores relativos llegan a ser mayores al 10 % e inferiores al 13 %; reafirmandose la acumulación de valores altos alrededor de los puntos de conmutación.

La primera conclusión que surge de lo anterior, es que los porcentajes relativamente grandes de error en la región de los últimos 5 segmentos y su notable acumulación en los puntos de conmutación, se debe a que un intervalo tan amplio (110 a 1000 micrones) fué aproximado con pocos segmentos.

El aumentar el número de éstos, en esa región, hubiese sido una solución satisfactoria si no hubiese aparecido un inconveniente mayor: la calibración de cada uno de esos segmentos que además de involucrar tiempos excesivos por estar operando al transductor en una región de mínima sensibilidad, no permiten garantizar la estabilidad temporal en la respuesta a mediano y largo plazo (meses).

De hecho, una segunda calibración sobre los últimos cinco segmentos a los que se refieren los puntos (ii) e (iii) anteriores, sólo redituó la disminución del error a valores inferiores al 10 % para todo el intervalo de operación del sistema (10 a 1000 micrones).

Aún cuando el problema que motivó este trabajo, -la preparación de muestras para análisis isotópicos-, tiene como región de mayor interés el rango de 10 a 60 micrones; y permite incertidumbres de hasta un 20 %; los resultados obtenidos se consideraron no satisfactorios, simplemente por versatilidad en lo desarrollado.

Con base en lo anterior, se efectuó la linealización de la región menos sensible del transductor usando los métodos de aproximación suave descritos en las secciones 3.8 a 3.10. El resultado logrado, -como ya se mencionó-, es un sistema que utiliza la aproximación por segmentación lineal en el rango de 1 a 60 micrones (mediante 4 segmentos) y el método de transresistencia variable (fotoresistencia) para el rango de 60 a 1000 micrones.

La caracterización de este conjunto, que fué el definitivo, se presenta en la tabla 5.2 y figura 5.3 siguientes, donde se siguieron los mismos métodos de evaluación que en el linealizador de 9 segmentos. Se muestran los resultados obtenidos sin incluir al voltaje V_{ref} de la cabeza *Edwards*, a fin de observar más directamente la linealidad de la respuesta obtenida.

Tabla 5.2 Resultados de la evaluación para el linealizador de dos etapas.

| Presión (μ) | Vo (mV) | ΔP | $\Delta P/P$ (%) | Presión (μ) | Vo (mV) | ΔP | $\Delta P/P$ (%) |
|----------------------|------------|------------|---------------------|----------------------|------------|------------|---------------------|
| 0.5 | 1.0 | 0.5 | 100.0 | 47.3 | 48.0 | 0.7 | 1.5 |
| 2.0 | 2.0 | 0.0 | 0.0 | 48.5 | 49.0 | 0.5 | 1.0 |
| 4.0 | 3.0 | -1.0 | -25.0 | 50.2 | 50.0 | -0.2 | -0.4 |
| 5.0 | 4.0 | -1.0 | -20.0 | 51.4 | 52.0 | 0.6 | 1.2 |
| 6.3 | 5.0 | -1.3 | -20.6 | 52.2 | 53.0 | 0.8 | 1.5 |
| 6.7 | 6.0 | -0.7 | -10.4 | 54.2 | 55.0 | 0.8 | 1.5 |
| 9.1 | 8.0 | -1.1 | -12.1 | 54.8 | 56.0 | 1.2 | 2.2 |
| 9.3 | 9.0 | -0.3 | -3.2 | 56.5 | 58.0 | 1.5 | 2.7 |
| 10.7 | 11.0 | 0.3 | 2.8 | 58.4 | 59.0 | 0.6 | 1.0 |
| 12.0 | 12.0 | 0.0 | 0.0 | 59.3 | 60.0 | 0.7 | 1.2 |
| 12.7 | 13.0 | 0.3 | 2.4 | (ocurre el cambio) | | | |
| 14.4 | 14.0 | -0.4 | -2.8 | 61.6 | 64.0 | 2.4 | 3.9 |
| 15.9 | 16.0 | 0.1 | 0.6 | 63.5 | 66.0 | 2.5 | 3.9 |
| 18.5 | 18.0 | -0.5 | -2.7 | 65.6 | 68.0 | 2.4 | 3.7 |
| 19.9 | 20.0 | 0.1 | 0.5 | 69.0 | 71.0 | 2.0 | 2.9 |
| 21.1 | 21.0 | -0.1 | -0.5 | 70.4 | 73.0 | 2.6 | 3.7 |
| 22.6 | 22.0 | -0.6 | -2.7 | 80.0 | 83.0 | 3.0 | 3.8 |
| 23.3 | 23.0 | -0.3 | -1.3 | 86.3 | 89.0 | 2.7 | 3.1 |
| 24.8 | 24.0 | -0.8 | -3.2 | 94.5 | 97.0 | 2.5 | 2.6 |
| 25.2 | 25.0 | -0.2 | -0.8 | 97.6 | 100.0 | 2.4 | 2.5 |
| 26.6 | 26.0 | -0.6 | -2.3 | 104.0 | 107.0 | 3.0 | 2.9 |
| 28.5 | 28.0 | -0.5 | -1.8 | 111.5 | 115.0 | 3.5 | 3.1 |
| 29.7 | 29.0 | -0.7 | -2.4 | 117.5 | 121.0 | 3.5 | 3.0 |
| 30.4 | 30.0 | -0.4 | -1.3 | 128.0 | 133.0 | 5.0 | 3.9 |
| 32.0 | 32.0 | 0.0 | 0.0 | 133.5 | 137.0 | 3.5 | 2.6 |
| 33.5 | 33.0 | -0.5 | -1.5 | 136.5 | 141.0 | 4.5 | 3.3 |
| 34.4 | 34.0 | -0.4 | -1.2 | 143.5 | 149.0 | 5.5 | 3.8 |
| 35.6 | 35.0 | -0.6 | -1.7 | 152.0 | 159.0 | 7.0 | 4.6 |
| 37.0 | 36.0 | -1.0 | -2.7 | 160.0 | 166.0 | 6.0 | 3.8 |
| 38.8 | 38.0 | -0.8 | -2.1 | 171.0 | 178.0 | 7.0 | 4.1 |
| 39.6 | 39.0 | -0.6 | -1.5 | 186.5 | 193.0 | 6.5 | 3.5 |
| 40.0 | 40.0 | 0.0 | 0.0 | 224.0 | 230.0 | 6.0 | 2.7 |
| 41.1 | 42.0 | 0.9 | 2.2 | 239.0 | 244.0 | 5.0 | 2.1 |
| 42.3 | 43.0 | 0.7 | 1.7 | 286.0 | 293.0 | 7.0 | 2.4 |
| 43.0 | 44.0 | 1.0 | 2.3 | 668.0 | 680.0 | 12.0 | 1.8 |
| 43.9 | 45.0 | 1.1 | 2.5 | 965.0 | 955.0 | -10.0 | -1.0 |
| 45.2 | 46.0 | 0.8 | 1.8 | | | | |

EVALUACION
MEDIDOR DE PRESION

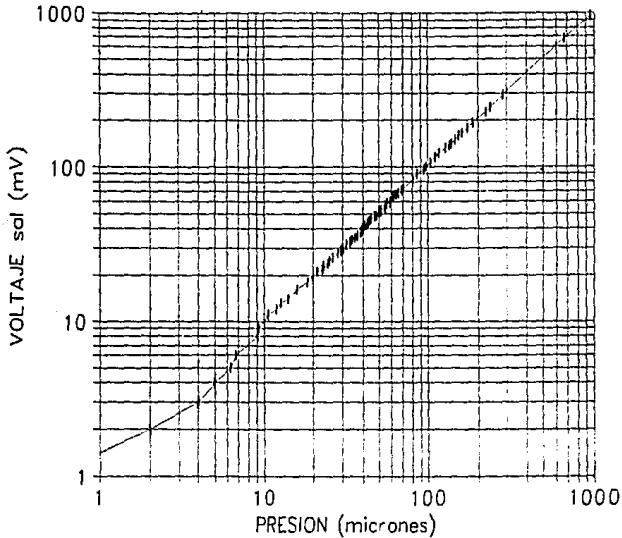


Figura 5.3 Curva de salida del linealizador de 2 etapas.

De los datos anteriores, se pueden hacer los comentarios siguientes.

- i) Al igual que con el método de linealización anterior, en este caso para presiones bajas, los primeros resultados (0 a 9 micrones), presentan errores relativos demasiado grandes, debido a que el error absoluto es comparable con la medida. Esto es irrelevante ya que el intervalo de presiones de mayor interés, como ya se mencionó, es de 10 a 60 micrones.
- ii) En el rango de 10 a 60 micrones, comparando con la evaluación anterior, se observa una ligera disminución del error relativo. En este caso, el máximo error encontrado fué de 3.2 %, que apareció una única vez; mientras que en el linealizador de nueve segmentos el error análogo alcanzó el 4.2 %, existiendo 7 lecturas donde dicho error fué igual ó mayor al 3.2 %.
- iii) La parte más importante, fué la de haber disminuído el error en el rango de 60 a 1000 micrones, el cual en este caso, no excedió el 4.6 %.

Las conclusiones inmediatas al respecto son, de que el haber aumentado el número de segmentos 2 a 4 en la región de 1 a 60

micrones, redituó una mejor aproximación al valor real de la lectura de presión. Por otra parte, el haber usado la técnica de linealización por aproximación suave, en el rango de 60 a 1000 micrones, permitió disminuir el error relativo, de un 13 %, a un 4.6 % como máximo.

5.2 Conclusiones generales

Las conclusiones finales de todo el trabajo, se puntualizan a continuación.

- i) Las necesidades específicas planteadas desde el principio para un medidor de presiones bajas impuso un nuevo diseño a desarrollar, diferente al de todos los ya existentes -por lo menos en nuestros laboratorios-, y que además pudiese ser más accesible en su precio comparado con los de patente. El resultado fué un medidor para el cual el desarrollo del transductor y del circuito para procesar la señal entregada fueron de tecnología nacional, lo cual implica todas las ventajas conocidas, tales como fácil mantenimiento, disponibilidad inmediata de refacciones y desde luego abatimiento en costo por unidad -aún tratándose de prototipo-.
- ii) En este trabajo fueron aplicadas las técnicas de procesamiento de señales, en particular las de linealización, debido a la naturaleza de la señal que se presentó; de esta forma, estas técnicas -desarrolladas en buena parte en este trabajo de tesis-, son aplicables a transductores que entreguen señales de forma arbitraria, para ser modeladas según algún requerimiento. En concreto, se les dió a estas técnicas un tratamiento para obtener la mayor versatilidad posible en cuanto a la aplicación a un problema físico.
- iii) Aún cuando no era indispensable el haber desarrollado la "computarización" de la instrumentación para efectuar la automatización planeada, dado que en el mercado ya existen tarjetas de comunicación que efectúan las mismas funciones -éstas son de patente extranjera-, inclusive mejores a las desarrolladas; el propósito de haberlas incluido en este trabajo fué el tener una alternativa que desde el punto de vista docente por ejemplo, tiene un amplio potencial. Sin embargo, si fué indispensable incluir el desarrollo de algunos elementos para controlar la línea de vacío, con la propiedad de ser operados por medio de señales eléctricas -los cuales originalmente tenían que ser operados manualmente-.

APENDICE

Secuencia de pasos en el proceso manual de la preparación de muestras de agua para análisis de ^{18}O .

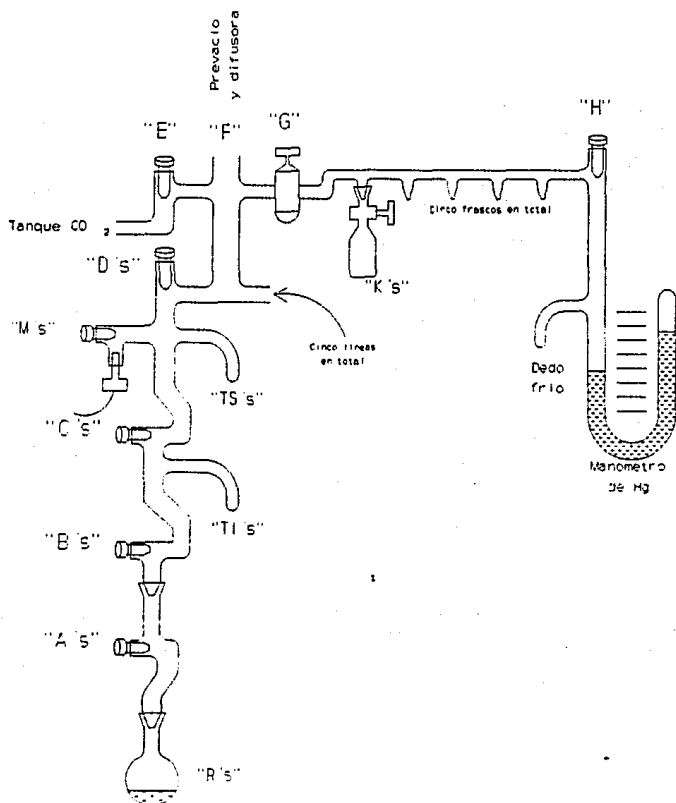


Figura A1. Línea de preparación de muestras.

1. El material: frascos reaccionadores, pipetas y válvulas de conexión, tienen que estar completamente secos.
2. Con una pipeta volumétrica se toman 2 ml del agua por

- analizar, se seca la parte exterior de ésta con una toalla, se deposita el agua en el frasco reaccionador y éste se conecta a la línea de vacío por medio de su válvula de conexión. Se utiliza una pipeta para cada muestra (cinco en total).
3. Se congelan las muestras con una mezcla frigorífica de hielo seco-etanol durante diez minutos.
 4. Transcurridos los diez minutos la válvula "F" se conecta en posición de prevacío y se abren las válvulas "A" y "B", el resto de las válvulas se encuentran abiertas, excepto la "E".
 5. Recuperado el vacío a 100 micrones, la válvula "F" se conecta en posición difusora, una vez que el vacío llega a 10 micrones se cierran las válvulas "A" de cada columna.
 6. Cerradas estas válvulas se retira la mezcla frigorífica de los frascos reaccionadores y se procede a descongelar las muestras.
 7. Descongeladas las muestras, se procede a congelarlas nuevamente con la misma mezcla durante un lapso de diez minutos. Basados los diez minutos de congelación, la válvula "F" se conecta en posición de prevacío y se abren las válvulas "A" nuevamente.
 9. Recuperado el vacío hasta 100 micrones, la llave "F" se conecta en posición de difusora, hasta que que el vacío llegue a diez micrones.
 10. Una vez que las muestras se encuentran a un vacío de diez micrones, se cierran las válvulas "A" y "B".
 11. La válvula "F" se conecta en posición de prevacío y se abre la válvula "E", recuperando el vacío a 100 micrones se conecta la difusora, una vez que el vacío llega a diez micrones, se cierra la llave "E".

La siguiente fase corresponde a la transferencia del CO₂ del tanque a los frascos reaccionadores.

12. Se transfiere el CO₂ del tanque hasta el regulador de presión, el primer manómetro marca 45 kg/cm². Se cierra la llave del tanque, se abre poco a poco la llave del regulador de presión hasta que el segundo manómetro marca 1.4 kg/cm². Se cierra la llave.
13. Se cierra la llave "F" y se abre la "E" poco a poco, hasta que el manómetro de mercurio marca 14.5 cm de altura se cierra la llave "E". Para esto, las llaves "G", "H", "D" y "C", se encuentran abiertas.
14. Una vez introducido el CO₂ a las columnas se procede a cerrar las llaves "D".
15. Cerradas estas llaves, se les retira la mezcla frigorífica a las muestras, y éstas se introducen en frascos Dewar que contienen N₂ líquido.
16. Se procede a abrir las válvulas "B" y "A", una vez que el

vacío se recupera hasta diez micrones, se cierran nuevamente estas válvulas. Con esto se termina la transferencia de CO₂ a los frascos reaccionadores.

17. Se retiran los frascos reaccionadores con todo y válvula de unión. Se ponen en agitación en un baño María a 25°C durante siete horas como mínimo.

Terminada la reacción de intercambio isotópico (siguiente día de su preparación), se procede a la extracción del CO₂.

18. Los frascos reaccionadores se conectan a la línea de igual manera que el día anterior y se congelan las muestras con la mezcla frigorífica, hielo seco-etanol, durante diez minutos. Durante el lapso de congelamiento la llave "F" se conecta en posición de prevacío y se abre únicamente la llave "B" de cada columna; el resto de las llaves están abiertas excepto "E"; recuperado el vacío a 100 micrones se conecta la difusora.
19. Terminado el tiempo de congelación, el dedo frío inferior se introduce en un Dewar que contiene N₂ líquido, el N₂ debe cubrir únicamente 0.5 cm del dedo frío.
20. Se cierran las válvulas "D" y se abren las válvulas "A", se tiene que seguir este orden. El CO₂ de la reacción queda en el dedo frío. Se sube el nivel del N₂ líquido hasta la mitad del dedo y se esperan tres minutos.
21. Pasado este tiempo, se cierra la válvula "B" y se abren las válvulas "D" e inmediatamente se cierran, hasta entonces se retira la mezcla frigorífica de los frascos reaccionadores.
22. Se quita el Dewar con N₂ líquido del primer dedo frío e inmediatamente éste, el dedo frío se introduce en otro Dewar que contiene la mezcla frigorífica, la mezcla debe cubrir por completo al dedo frío.
23. Transcurriendo cinco minutos de la operación anterior, el dedo frío superior se introduce en un Dewar que contiene N₂, el N₂ únicamente debe tocar 0.5 cm del dedo frío. Las llaves "D" permanecen cerradas; recuperado el vacío hasta diez micrones se cierran las válvulas "C".
24. Cerrada la llave "C", se quita el Dewar del dedo frío superior y éste se introduce rápidamente en otro Dewar que contiene la mezcla frigorífica, la mezcla debe cubrir completamente al dedo frío. Pasados cinco minutos, se procede a transferir el CO₂ de cada columna a cada frasco contenedor, éstos tienen que estar al vacío.
25. Para la columna número 1, las llaves "E" y "F" se cierran, la "G" y la "H" están abiertas. Se abre la llave "D" y con el manómetro se mide la presión de CO₂.

26. El CO₂ se atrapa en el primer frasco contenedor, el cual se encuentra introducido en un Dewar que contiene N₂ líquido; atrapado el CO₂, el vacío debe ser de diez micrones. Se cierra la llave del frasco contenedor y se conecta la bomba difusora.
27. Columna número 2: Se cierra la llave "D" de la columna número 1, también la llave "F". Se abre la llave "D" de esta columna número 2 y se mide la presión con el manómetro. Se atrapa el CO₂ en el segundo frasco contenedor, el cual se encuentra sumergido en un Dewar que contiene N₂ líquido. Esta misma operación se repite para las demás columnas.

Terminado el procedimiento anterior, las muestras de CO₂ se encuentran listas para su análisis isotópico en el espectrómetro de masas.

Tabla de presiones

$$1 \text{ Pa} \cong 1 \frac{\text{N}}{\text{m}^2} = 10 \frac{\text{dinas}}{\text{cm}^2}$$

$$1 \text{ atm} = 1.013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$$

$$1 \text{ psi} \cong 1 \frac{\text{lb}}{\text{in}^2} = 6891 \text{ Pa}$$

$$1 \text{ Torr} \cong 1 \text{ mmHg} = 133.3 \text{ Pa} = 1.333 \text{ milibar}$$

$$1 \text{ micrón} \cong 10^{-3} \text{ Torrs} = 1.3332 \text{ microbares}$$

$$1 \text{ microbar} \cong 1 \frac{\text{dina}}{\text{cm}^2} = 0.75 \text{ micrones}$$

$$1 \text{ milibar} = 0.75 \text{ Torrs}$$

$$1 \frac{\text{newton}}{\text{cm}^2} = 0.1 \text{ bar}$$

$$1 \text{ bar} = 750.06 \text{ Torrs}$$
