

PARTICIPACIÓN DEL INTA EN EL PROYECTO EMPIR PROMETH₂O – METROLOGÍA DE TRAZAS DE HUMEDAD EN GASES DE PROCESOS ULTRA PUROS

Jaime García Gallegos ⁽¹⁾, Pedro Hernández Matas ⁽¹⁾, Tomás Vicente Mussons ⁽¹⁾, Robert Benyon Puig ⁽¹⁾, Fernando Conde García ⁽¹⁾, María Rebeca Larroca Sanz ⁽¹⁾

(1) Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial (INTA). Centro de Metrología y Calibración
Email: garciagaj@inta.es Tlf: 915201188

RESUMEN:

Las **trazas de humedad**, son el **contaminante** más importante y difícil de eliminar en **gases** de procesos **ultra puros** como, por ejemplo, Ar, H₂ y N₂. A pesar de que la fabricación de gases ultra puros es esencial en muchas áreas tecnológicas claves, como la fabricación de semiconductores, actualmente la **medida de trazas de agua** carece de **trazabilidad metrológica adecuada** en los rangos más relevantes. Por este motivo, se creó y aprobó dentro del programa **EMPIR (European Metrology Programme For Innovation And Research)** el proyecto **PROMETH2O - Metrology for trace water in ultra-pure process gases** [1], con el objetivo principal de llenar el vacío de conocimiento mediante el desarrollo de métodos trazables y mejorados para la medición de trazas de agua en concentraciones que suponen un verdadero reto: entre **5 ppm** y **5 ppb**.



1. INTRODUCCIÓN:

El Laboratorio de Temperatura y Humedad (**LabTH**) del Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial (**INTA**), de acuerdo a la **Ley 32/2014**, de 22 de diciembre, de Metrología, es el **Laboratorio Asociado (LA)** al CEM depositario de la **medida de humedad** en gases. Entre sus funciones se encuentran la de mantener y desarrollar los patrones nacionales, así como la de proporcionar la trazabilidad metrológica que satisfaga las necesidades nacionales de la industria, laboratorios de calibración y de cualquier actividad de I+D+i. Por este motivo, la participación del INTA es esencial ya que el nuevo conocimiento generado permitirá:

- Mejorar la determinación de las **propiedades termofísicas** del agua en condiciones de presión y temperatura relevantes, y en múltiples matrices gaseosas.
- Desarrollar y validar **nuevas tecnologías de medida**.
Rango: 5 ppm hasta 5 ppb, es decir, entre **-65 °C** y **-105 °C** de temperatura de escarcha.
Incertidumbre típica relativa: entre 3 % y 8%, respectivamente.
Gases: aire, N₂, Ar y H₂ a presiones de hasta **1 MPa**.
- Proporcionar una **trazabilidad metrológica** robusta y mejorar la infraestructura metrológica en todos sus niveles.

Desarrollo de:

NUEVOS PATRONES PRIMARIOS

2. OBJETIVOS (específicos del INTA)


- **Trazabilidad metrológica robusta (WP2):**
 1. Desarrollo y caracterización del generador de humedad patrón primario para mezclas de gases húmedos en el rango de trazas de humedad (Basado en el *principio de saturación de un gas*)
 2. Validación de nueva tecnología de medidas de humedad desarrollada por la **Universidad de Valladolid (UVA)** [2]:
 Nuevo **higrómetro** basado en un **resonador cuasi-esférico de microondas** (Fig 1).



Fig. 2 Resonador cuasi-esférico de microondas de la UVA [2]

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL:

- **Trazabilidad metrológica robusta (WP2):**
 1. Montaje y caracterización del nuevo generador de humedad patrón primario de baja del INTA (Fig. 2).
 2. Suministrar la capacidad de medida de humedad necesaria a la UVA:

<u>Sistema de generación</u>	+	<u>Sistema de medida de referencia</u>
Generadores comerciales de saturación: Ej. Thunder Scientific 2500 y 3900		Higrómetros ópticos: Ej. MBW DP30 y 373-LX
 3. Validación **resonador cuasi-esférico de microondas** [2] como de nueva tecnología de medidas de humedad, mediante medidas trazables.
- **Medida del *enhancement factor* de mezclas de gases húmedos (WP2):**
 1. Medidas con generador patrón mejorado de baja (INTA) e higrómetro mejorado basado en microondas (UVA) para la determinación de la tensión de vapor de agua en N₂, Ar y H₂ en el rango de temperatura de (-75 a -30) °C y de presiones de (0.1 a 1) MPa.
 2. Evaluación de la no idealidad de las mezclas de gases. Comparación generadores de mezcla de gases húmedos por saturación y de cantidad de sustancia.

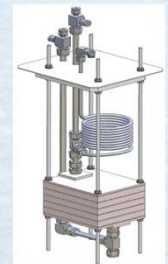


Fig. 2 Esquema saturador del nuevo generador de humedad de rango bajo [3]

4. IMPACTO POTENCIAL

- **Desarrollo de patrones primarios de generación y medida de humedad**
- **Transferencia del conocimiento**
 - Diseminación de los resultados en: **WG-Hu** necesario para una futura intercomparación del **CIPM**.
EURAMET TC-T para informar a toda la comunidad metrológica europea.
 - **"Stakeholders"** del proyecto → Fabricantes de: - Equipos e instrumentos de medida / - Gases puros y mezclas.

6. REFERENCIAS:

- [1] V. Fericola. Metrology for trace water in ultra-pure process gases. 20IND06 PROMETH2O. JRP Protocol. (Mayo, 2021)
- [2] TERMOCAL. Dpto. de Ingeniería Energética y Fluidomecánica. Instituto de Bioeconomía de la Universidad de Valladolid (UVA)
- [3] S. Wettstein & D. Mutter (2018). Design and Validation of the MBW Standard Humidity Generators. TEMPMEKO 2016. International Journal of Thermophysics. 39:116.

5. AGRADECIMIENTOS

- Equipo de **TERMOCAL** de la **UVA** por la estrecha colaboración mantenida durante todos estos años.
- Iniciativa **EMPIR** cofinanciada por el **Programa Europeo Horizonte 2020** y los estados participantes, para el desarrollo de Proyectos de Investigación Conjuntos