# 光学压力计的标定及应用

聂中梁<sup>1</sup>,王新广<sup>2</sup>,王 进<sup>1\*</sup>,杨远超<sup>4</sup>,胡常乐<sup>1</sup>,孙 羽<sup>3</sup>,胡水明<sup>1,2</sup> (1.中国科学技术大学合肥微尺度物质科学国家研究中心,合肥 230026; 2.中国科学技术大学化学物理系,合肥 230026;

3. 深圳综合粒子设施研究院, 广东 深圳 518107; 4. 中国计量科学研究院, 北京 100029)

摘要:搭建了基于光学谐振腔的气体压力测量装置,即光学压力计。使用测量不确定度为 0.001 1%(*k*=1)的活 塞压力计,对两套独立的光学压力计进行标定,并对光学压力计的测量不确定度进行了系统的分析与评定,最终 得到其压力测量的合成标准不确定度。利用该光学压力计对一台标称测量不确定度为 0.025% 的商用电容薄膜 真空计进行多次校准。结果表明,在校准后的 1 年时间内,该薄膜压力计电容薄膜真空计的测量不确定度可达 0.003%,大幅度提高了该商用电容薄膜真空计的测量不确定度。该光学压力计具有较好的长期稳定性,可应用于 校准各种商用压力计,提高实际测量不确定度。

关键词:真空计量;压力计;Fabry-Perot腔;气体折射率
中图分类号:TB772
文献标志码:A
DOI: 10.12446/j.issn.1006-7086.2024.05.001

## 文章编号:1006-7086(2024)05-0467-06

#### **Calibration and Application of Optical Manometer**

NIE Zhongliang<sup>1</sup>, WANG Xinguang<sup>2</sup>, WANG Jin<sup>1\*</sup>, YANG Yuanchao<sup>4</sup>, HU Changle<sup>1</sup>, SUN Yu<sup>3</sup>, HU Shuiming<sup>1,2</sup> (1. Hefei National Research Center of Physical Sciences at the Microscale, University of Science and Technology of China, Hefei 230026, China; 2. Department of Chemical Physics, University of Science and Technology of China, Hefei 230026, China; 3. Institute of Advanced Science Facilities, Shenzhen 518107, Guangdong, China; 4. National Institute of Metrology, Beijing 100029, China)

Abstract: We developed an instrument for gas pressure calibration based on optical resonance cavities, the so-called optical pressure gauge. Two independent optical pressure gauges were calibrated by a piston pressure gauge with a stated uncertainty of 0.001 1%(k=1). The uncertainty budget of the optical pressure gauge was systematically analyzed, and the overall uncertainty of the system was obtained. The optical pressure gauge was used to calibrate a commercial capacitance diaphragm gauge with a stated uncertainty of 0.025% several times during a period over one year. The results show that the uncertainty can reach 0.003% within one year after calibration. The results demonstrate the use of the optical gauge in calibrating commercial gauges with high accuracy, and also indicate a good long-term stability of the optical pressure gauge. The instrument therefore can be applied to calibrate various commercial pressure gauges to improve the uncertainty of actual measurement.

Key words: vacuum measurement; pressure gauge; Fabry-Perot cavity; gas refractive index

0 引言

基于光学方法的气体折射率压力计是一种高

性能气体压力测量方法。这种方法将气体压力这一 宏观特性与原子或分子的微观特性联系起来<sup>[1-3]</sup>。

#### 收稿日期:2023-11-24

基金项目:中国科学院先导科技专项(XDC07010000);中央高校基本科研业务费专项资金(WK9990000105) 作者简介:聂中梁,硕士研究生,主要从事气体压力计量相关研究。E-mail: zhongliangnie@mail.ustc.edu.cn 通信作者:王进,博士,副研究员,主要从事温度、压力量子计量原级技术方法探索与研究。E-mail: jinwang@ustc.edu.cn 引文信息:聂中梁,王新广,王进,等.光学压力计的标定及应用[J].真空与低温,2024,30(5):467-472. NIE Z L, WANG X G, WANG J, et al. Calibration and application of optical manometer[J]. Vacuum and Cryogenics, 2024,

NIE Z L, WANG X G, WANG J, et al. Calibration and application of optical manometer[J]. Vacuum and Cryogenics, 2024, 30(5): 467–472.

通过气体状态方程、Lorentz-Lorenz 公式将压力测 量转换成对气体折射率的测量,而折射率则与光学 谐振腔纵模频率紧密相关。最终通过激光频率的 精确测量实现气体压力量值的准确反演<sup>[4-6]</sup>。目前 美国国家标准研究院(National Institute of Standards and Technology, NIST)和中国计量科学研究院(National Institute of Metrology, China)都已经研制了基于 氮气的气体折射率压力计量标准装置<sup>[7-8]</sup>,其测量不 确定度分别为  $\sqrt{(8.8 \times 10^{-6} p)^2 + (2 \times 10^{-3})^2} (k=1; p 为$ 气体压力, Pa)和  $\sqrt{(2.3 \times 10^{-5} p)^2 + (1.3 \times 10^{-1})^2} (k=2)$ 。

电容薄膜真空计的核心组件是一个对压力敏 感的弹性膜片,会随着压力的变化发生形变,导致 对应电容发生变化,最后再将电容变化转换为电压 信号输出。该仪器具有体积小、灵敏度高、响应速 度快、与被测气体种类无关等特点,被广泛使用于 航空航天、半导体、医药、化工等众多领域<sup>[9-11]</sup>。为 满足科研及各类生产需求,压力计的测量不确定度 不断减小。商用压力计通常在出厂前经过标准化 流程校准,然后在实际测量环境下使用。然而,压 力计在运输、安装过程中会受到温度、位置和振动 等因素的影响,其性能也会降低。因此,在工作现 场对压力计进行校准是保证实际测量准确性的有 效方法。

本文介绍中国科学技术大学搭建的基于光学 谐振腔的气体压力测量装置,并使用溯源至中国计 量科学研究院压力基准<sup>[12-13]</sup>的气体活塞压力计对 两套独立的光学压力计进行了标定,分析讨论装置 在不同压力点下的测量不确定度来源。将这套光 学压力计用于校准商用电容薄膜真空计。经过长 期测量,对校准后的电容薄膜真空计的短期和长期 稳定性进行了评估,提供一种现场校准压力测量仪 器的有效方法。

## 1 测量原理及结构

光学压力计的原理是利用固定长度的谐振腔, 测量工作气体的折射率来得到气体密度,结合温度 值,得到气体压力<sup>[14-16]</sup>。实验中光学压力计测量的 公式可表达为:

$$p = \frac{2}{A_{\varepsilon}} k_{\rm B} T N_{\rm A} \left[ (n-1) + B(n-1)^2 \right]$$
(1)

$$B = \frac{2B_{\rm T}}{3A_{\rm e}} \frac{A_{\rm e}^2 + 4B_{\rm e}}{6A_{\rm e}^2} \tag{2}$$

式中: k<sub>B</sub>为玻尔兹曼常数; N<sub>A</sub>为阿伏加德罗常数, 目前国际基本数据委员会 CODATA 规定两者为无 误差的物理常数<sup>[17]</sup>; p为压力; T为温度; n为气体 折射率;  $A_{\varepsilon}$ 为气体分子的摩尔极化率; B为一个高阶 小系数;  $B_{T}$ 为第二维里系数;  $B_{\varepsilon}$ 为第二介电维里系 数。对于氩气介质,  $A_{\varepsilon}$ =4.140 686(10) cm<sup>3</sup>·mol<sup>-1[18]</sup>,  $B_{\varepsilon}$ = 1.71(11) cm<sup>3</sup>·mol<sup>-1[19]</sup>,  $B_{T}$ =-15.6(3) cm<sup>3</sup>·mol<sup>-1[20]</sup>, 其中: 括号内数字表示该数字相较于最后一位的不确定 度。即  $A_{\varepsilon}$ =4.140 686(10) cm<sup>3</sup>·mol<sup>-1</sup> 表示  $A_{\varepsilon}$ 数值为 4.140 686 cm<sup>3</sup>·mol<sup>-1</sup>, 其相对不确定度  $u_{r}$ =0.000 010/ 4.140 686≈2.4×10<sup>-6</sup>(按1/3 法则进行修约)。 $B_{\varepsilon}$ 和 $B_{T}$ 表 示相同。式(1)将压力测量转化为气体折射率的测量。

对于一个法布里-珀罗式的光学谐振腔,其共 振模频率在充气前后发生变化为Δν,可得到气体 折射率*n*与Δν的关系为:

$$n-1 \approx \frac{\Delta v}{v_{\rm f}} + \frac{\Delta p}{3K} + d\Delta p$$
 (3)

式中:  $v_f$ 为激光在充气后的绝对频率; K为腔体材料的体积模量,对于超低热膨胀系数玻璃(Ultra Low-Expansion, ULE)材料  $K \approx 3.3 \times 10^{10}$  Pa; d为腔镜镜片压力形变修正系数。在常压下,式(3)后 2 项的贡献远小于第 1 项,因此这 2 项中充气前后压力变化 $\Delta p$ 只需要用近似值代入即可。

综合式(1)(3),可通过测量谐振腔模在充气后 相对高真空时的频率变化,得到频率变化与气体压 力的关系:

$$\frac{\Delta v}{v_{\rm f}} = \left(\frac{1}{AT} - \frac{1}{3K} - d\right)p - \frac{B}{A^2T^2}p^2 \qquad (4)$$
$$A = \frac{2k_{\rm B}N_{\rm A}}{3A} \qquad (5)$$

实验中设计了两套独立的气体压力测量装置, 以下分别称为1\*光学压力计和2\*光学压力计。其 中:1\*光学压力计谐振腔体材料为ULE,其体积模 量K<sub>1</sub>待定;高反射镜材料为熔融石英,压力形变修 正系数di待定。2\*光学压力计谐振腔体材料也为 ULE, 体积模量 $K_2$ 待定, 高反射镜材料也为 ULE, 因 此其压力形变修正系数d2=0。双腔气路联通并接 入一个气体活塞压力计。双腔腔体材料相同,实验 条件相同,可认为 $K_1 = K_2$ 。光学压力计测量时,将 激光锁定在光腔的某个腔模上,通过与参考激光比 较,分别得到两个光学压力计光腔纵模在高真空下 和充气压力p下的频率。本实验中对于已知的气 体在某一个压力条件下,先用活塞压力计测量p, 即可结合式(4)解出相应的K和d。在其他压力下, 认为K和d值不变,即可根据光学频率值和式(4)给 出气体压力*p*。

如图 1 是双腔比对测量压力的实验装置图,激 光器 1<sup>#</sup>为光纤激光器(Precilasers,线宽 < 10 kHz), 激光器 2<sup>#</sup>为自制外腔式半导体激光器(External Cavity Diode Laser, ECDL,线宽约 100 kHz),两束激 光的波长均为 1 566 nm。两个光学腔都使用 ULE 材料制成,长度为 10 cm,腔两端高反镜反射率为 99.9%,自由光谱范围约为 1.5 GHz,腔模线宽约为 400 kHz。两套腔体机械结构类似,光学腔外部为 不锈钢材料的真空腔体,两套系统的真空层使用不 锈钢真空管连接。真空层外部再使用一层铝合金 套筒进行控温。套筒外壁使用硅胶加热片进行加 热控温。将铂电阻温度计放置于真空层外部进行 实时温度监视。腔体之间的气路接入气体活塞压 力计(Fluke, PG7601),其相对不确定度为1.1×10<sup>-5</sup> (*k*=1),并溯源至中国计量科学研究院的压力基准。 参考激光被锁定在超稳腔上且绝对频率已知,用于 提供绝对频率,其频漂约为0.1 Hz/s。实验过程中 往两个腔体内充入待测高纯气体,分别测量两套系 统中激光器的绝对频率变化,再通过计算即可得到 腔内气体的压力值。



G-T 为格兰泰勒棱镜; EOM 为电光调制器; ISO 为隔离器; BS 为偏振分光棱镜; PD 为光电探测器。



#### 2 结果与讨论

## 2.1 光学压力计标定

实验中,向装置中充入高纯度氩气(纯度 99.999%)至100 kPa,比较活塞压力计和两个腔体 的测量结果,结合式(4),分别得到光学压力计参数:  $K_1=K_2=3.342 \times 10^{10}$  Pa,  $d_1=1.529 \times 10^{-12}$  Pa,其中 $d_2$ 固定为零。为了验证标定后的光学压力计测量不 确定度和稳定性,再次充入高纯氩气至39 kPa,比 较活塞压力计和光学压力计示数。如图2所示,腔 体内压力达到平衡后,1\*和2\*光学压力计与活塞压 力计的测量结果相对偏差分别为-0.5 Pa(-13×10<sup>-6</sup>) 和-0.3 Pa(-8×10<sup>-6</sup>),均在活塞压力计和测量系统的 综合误差范围以内。

### 2.2 不确定度分析与评定

由图 2 可见,实验中测量不确定度对应的压力 值小于 0.05 Pa(1×10<sup>-6</sup>)。由式(4),气体压力测量 的相对不确定度可表达为式(6)形式:

$$\frac{\mathrm{d}p}{p} = \beta_1 \frac{\mathrm{d}T}{T} + \beta_2 \frac{\mathrm{d}A}{A} + \beta_3 \frac{\mathrm{d}K}{K} + \beta_4 \frac{\mathrm{d}B_{\varepsilon}}{B_{\varepsilon}} + \beta_5 \frac{\mathrm{d}B_{\mathrm{T}}}{B_{\mathrm{T}}} \quad (6)$$

式(6)的5个参数是与压力有关的变量,β<sub>i</sub>是 每个参数对应的传递系数。以氩气测量为例,在实 验过程中,腔体温度是实时记录的,温度的测量不 确定度主要来源于放置的铂电阻温度计 Pt100的 读数,经中国计量科学研究院校准后其测量不确定 度为5mK,传递至压力测量,对应为1.6×10<sup>-5</sup>。光 学腔体积模量由活塞压力计校准得到,其测量不确 定度目前受限于活塞压力计。第二介电维里系数  $B_ε$ 和第二维里系数 $B_T$ 两项绝对值与温度有关,且 这两项的传递系数 $β_4$ 与 $β_5$ 随着测量的压力点增大 而增大。在实验温度下 $B_ε$ 的不确定度为 6.4%,传 递系数约 2×10<sup>-5</sup>,传递至压力测量上的测量不确定 度小于 1×10<sup>-6</sup>。 $B_T$ 数值的测量不确定度 0.6%,传递 系数约 6×10<sup>-4</sup>,传递至压力测量的不确定度小于 4×10<sup>-6</sup>。





此外,气体纯度也会影响测量不确定度,当使 用高纯气体时,对压力测量不确定度的影响约 1×10<sup>-6</sup>。在评定系统不确定度时还需要考虑实验过 程中与压力无关的误差项,这些误差项产生的测量 不确定度直接以压力的形式给出。将腔体抽气并 关闭两端金属阀,测得频率漂移为1.0 Hz/s,引入此 项作为对光学频率的实时修正,测量不确定度为 7.7×10<sup>-3</sup> Hz/s。实验过程中,装置温度平衡为3h 左右,传递至压力测量上,引入的最大偏差为 0.2 mPa。当温度稳定时,实验中测量发现拍频频 率存在周期性变化,变化范围约2kHz,传递至压力 测量的为4mPa。在实验温度下光腔的线膨胀系 数为3×10<sup>-9</sup> K<sup>-1</sup>,测量不确定度约为10%<sup>[14]</sup>,将温差 与线膨胀系数的乘积作为光腔热膨胀的修正,修正 后此项对应的激光频率变化约 0.3 kHz, 对应压力 测量的影响约为 0.5 mPa。已知参考激光频率漂移 约为 0.1 Hz/s, 拟合漂移速率的误差对应于气体压 力的影响小于 0.1 mPa。

表1为100 kPa 压力下高纯氩气的测量不确定 度评定结果。测量结果中不确定度来源最大的两 项为温度和体积模量。

under 100 kPa pressure conditions			
Tab. 1	Measurement uncertainty of argon gas		
表1	100 kPa 压力条件下氩气的测量不确定度		

	•	
参数	测量不确定度	$\Delta p/mPa$
Т	$1.6 \times 10^{-5}$	
$A_{\epsilon}$	$2.5 \times 10^{-6}$	
K	$1.1 \times 10^{-5}$	
$B_{arepsilon}$	$1.0 \times 10^{-6}$	
$B_{\mathrm{T}}$	$4.0 \times 10^{-6}$	
气体纯度	$1.0 \times 10^{-6}$	
放气及漏气		0.2
光频波动		4.0
ULE 腔体热膨胀		0.5
参考激光漂移		< 0.1
总计	2.0×10 <sup>-5</sup>	4.0
合成标准不确定度( <i>k</i> =1) $\sqrt{(2 \times 10^{-5} p)^2 + (4 \times 10^{-3})^2}$		

与压力无关的误差项总计对结果的影响为4mPa, 最终的合成标准不确定度为 $\sqrt{(2 \times 10^{-5} p)^2 + (4 \times 10^{-3})^2}$ (*k*=1)。如图3所示,虚线为计算不确定度曲线; 红色点为不同的实验条件下,使用两个光学压力计 同时进行测量,得到的相对偏差。



图 3 不确定度曲线与两台光学压力计测量的相对偏差 Fig. 3 Uncertainty curve and the relative deviation between two optical pressure gauges

由图 3 可以看出,在 10~100 kPa 范围内测量 不确定度保持在低于 2×10<sup>-5</sup> 水平,在更低压力下测 量不确定度会略有增加,但均在表 1 所给出的误差 范围之内。

2.3 校准电容薄膜真空计

用光学压力计气路连通商用电容薄膜真空计 (Inficon Cube CDGSci)对其进行校准。该电容薄膜 真空计的标称测量不确定度为 0.025%, 重复性优 于 0.005%。图 4 为在 70 kPa 附近, 光学压力计和 电容薄膜真空计示值的 7 h 连续监测结果。对比 两台压力计的示值, 二者偏差在-0.1 Pa 和 0.3 Pa 之 间,相对偏差小于 5×10<sup>-6</sup>。对比同时记录的两个光 学腔体的温度,7h内两个腔体温度均漂移了约 10mK,来源于腔体漏热的影响。可以看到,电容 薄膜真空计的示值和光学压力计的示值具有很好 的相关性,但电容薄膜真空计的短期涨落较大。同 时,两者存在一个显著的偏差。用光学压力计示数 (*p*<sub>2</sub>)对该电容薄膜真空计示数(*p*<sub>m</sub>)进行修正,即根 据以上测量,可以得到校准系数:*α* = *p*<sub>2</sub>/*p*<sub>m</sub>。





Fig. 4 Comparison of readings of two optical gauges and a commercial capacitance monometer (Inficon Cube CDGSci) at 70 kPa

在 2~100 kPa 范围内对光学压力计示值与薄膜 压力计示值线性拟合,取斜率作为校准系数α。图 5 为先后多次校准得到的α变化。







总的时间跨度达到1年时间,可以看到校准系 数平均值为0.999359,修正量超过0.06%,校准后 1年内漂移小于0.003%。这表明,其具有很好的长期稳定性,校准并修正后,电容薄膜真空计测量不确定度可以减小至约0.003%,显著优于其出厂标称值。

## 3 总结

搭建了两套基于气体折射率测量的光学压力 计,压力测量范围可覆盖 0.1~100 kPa。利用中国计 量科学研究院提供的测量不确定度为 1.1×10<sup>-5</sup> 的 气体活塞式压力计标准装置对两套独立运行的光 学压力计进行标定,获得光学压力计的压力变形系 数等参数。分析得到光学压力计的压力测量不确 定度为  $\sqrt{(2\times10^{-5}p)^2 + (4\times10^{-3})^2}(k=1)$ 。利用该装 置对一台标称不确定度为 0.025% 的电容薄膜真空 计进行多次比对测量。结果表明,在长达 1 年的比 对测量时间内,该电容薄膜真空计在校准后其测量 不确定度优于 0.003%,大幅度提高了该商用电容 薄膜真空计的测量不确定度。该光学压力计系统 具有较好的长期稳定性,可应用于校准各种商用压 力计,提高实际测量的不确定度。

#### 参考文献:

- MAY E F, PITRE L, MEHL J B, et al. Quasi-spherical cavity resonators for metrology based on the relative dielectric permittivity of gases[J]. Review of Scientific Instruments, 2004, 75(10): 3307–3317.
- [2] PENDRILL L R. Refractometry and gas density[J]. Metrologia, 2004, 41(2): S40.
- [3] EGAN P, STONE J A. Absolute refractometry of dry gas to ±3 parts in 10<sup>9</sup>[J]. Applied Optics, 2011, 50(19): 3076–3086.
- [4] 许玉蓉, 刘洋洋, 王进, 等. 基于气体折射率方法的真空计量 [J]. 物理学报, 2020, 69(15): 250-256.
- [5] 范栋, 李得天, 习振华, 等. 量子真空计量中的气体折射率 测量方法研究 [J]. 中国激光, 2021, 48(23): 49-56.
- [6] 郑一鸣, 王旭迪, 吴俊. 真空计量的量子化研究进展 [J]. 真空, 2023, 60(6): 9-14.
- [7] EGAN P, STONE J A, RICKER J E, et al. Comparison measurements of low-pressure between a laser refractometer and ultrasonic manometer[J]. Review of Scientific Instruments, 2016, 87(5): 053113.
- [8] YANG Y C, RUBIN T, SUN J P. Characterization of a vacuum pressure standard based on optical refractometry using nitrogen developed at NIM[J]. Vacuum, 2021, 194; 110598.
- [9] 侯少毅, 胡强, 卫红, 等. 电容薄膜真空计用金属膜片电容 传感器设计 [J]. 自动化与信息工程, 2021, 42(3): 35-39.
- [10] 贾春旺. 电容薄膜真空计及其相关技术研究 [D]. 兰州: 兰州理工大学, 2022.
- [11] 李刚, 韩晓东, 周超, 等. MEMS 电容薄膜真空计关键技术研究 [J]. 真空与低温, 2022, 28(4): 403-408.

- [12] YANG Y C, YUE J. Calculation of effective area for the NIM primary pressure standards[J]. PTB Mitteilungen: Amts-und Mitteilungsblatt der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt Braunschweig - Berlin, 2011, 121(3): 266–269.
- [13] SHARIPOV F, YANG Y C, RICKER J E, et al. Primary pressure standard based on piston-cylinder assemblies. Calculation of effective cross sectional area based on rarefied gas dynamics[J]. Metrologia, 2016, 53(5): 1177–1184.
- [14] 刘洋洋, 胡常乐, 孙羽, 等. 双腔比对折射率法测定气体压力 [J]. 物理学报, 2022, 71(8): 61-66.
- [15] 李得天,张虎忠,葛金国,等. 真空全压力测量新技术 [J]. 真空与低温, 2022, 28(4): 375-391.
- [16] 范栋,李得天,习振华,等. 基于 Fabry-Perot 腔的光学真 空测量技术研究 [J]. 东北大学学报(自然科学版), 2023, 44(7): 989–995.
- [17] MOHR P J, NEWELL D B, TAYLOR B N, et al. Data and analysis for the CODATA 2017 special fundamental constants adjustment[J]. Metrologia, 2018, 55(1): 125–146.
- [18] GAISER C, FELLMUTH B. Polarizability of helium, neon, and argon: New perspectives for gas metrology[J]. Physical Review Letters, 2018, 120(12): 123203.
- [19] GARBEROGLIO G, HARVEY A H. Path-integral calculation of the second dielectric and refractivity virial coefficients of helium, neon, and argon[J]. Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology, 2020, 125: 125022.
- [20] LANG J, PRZYBYTEK M, LESIUK M. Thermophysical properties of argon gas from improved two-body interaction potential[J/OL]. arXiv Preprint: 2304.14719[2023-11-29]. https://arxiv.org/abs/2304.14719.

(责任编辑:郭 云)