

doi: 10.12068/j.issn.1005-3026.2024.05.013

时间比值法测量水蒸气流导

耿健^{1,2}, 王晓冬¹, 郭美如^{1,2}, 任正宜²

(1. 东北大学 机械工程与自动化学院, 辽宁 沈阳 110819;

2. 兰州空间技术物理研究所 真空技术与物理重点实验室, 甘肃 兰州 730000)

摘要: 目前很少有方法能够测量水蒸气通过小孔的流导. 通过理论与实验相结合的方法分析了使用压升法测量水蒸气流导的可行性, 该方法测量结果的误差随着进气量的减小而增加, 这是因为水蒸气具有较强的吸附特性. 为了准确得到水蒸气进气压力与流导之间的关系式, 基于压升法提出了时间比值法. 该方法通过测量压力变化的时间计算流导, 有效地减小了水蒸气吸附作用对测量结果的影响. 使用该方法搭建了一个可以提供流量为 $3.7 \times 10^{-9} \sim 1.5 \times 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ 的装置. 流导测量值与理论值一致性较好. 时间比值法的相对标准不确定度是 3.3%.

关键词: 水蒸气; 流导; 不确定度; 测量

中图分类号: TB 753

文献标志码: A

文章编号: 1005-3026(2024)05-0707-06

Conductance Measurement of Water Vapor by the Time-Ratio Method

GENG Jian^{1,2}, WANG Xiao-dong¹, GUO Mei-ru^{1,2}, REN Zheng-yi²

(1. School of Mechanical Engineering & Automation, Northeastern University, Shenyang 110819, China;
2. Science and Technology on Vacuum Technology and Physics Laboratory, Lanzhou Institute of Physics, Lanzhou 730000, China. Corresponding author: WANG Xiao-dong, E-mail: xdwang@mail.neu.edu.cn)

Abstract: There are currently few methods available to measure the conductance of water vapor through an orifice. The feasibility of the pressure rising method to measure the conductance of water vapor is analyzed by combining theory with experiment, indicating that the measurement error of this method increases with the decrease of intake volume, which is due to the strong adsorption characteristic of water vapor. To accurately obtain the relationship between the conductance of water vapor and the inlet pressure, a new method called the time-ratio method is proposed. This method calculates conductance by measuring the time of pressure change, reducing the effect of water vapor adsorption on the measurement effectively. Based on this method, a device is developed to provide a flow rate in the range of $3.7 \times 10^{-9} \sim 1.5 \times 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$. The measurement and theoretical values of conductance have good consistency, and the relative standard uncertainty of this time-ratio method is 3.3%.

Key words: water vapor; conductance; uncertainty; measurement

水蒸气的微小标准流量可以被应用在质谱计校准、分压力测量和材料表面吸附研究等方面^[1-7]. 在真空计量领域气体的标准流量通常由固定流导法流量计提供. 该流量计由一个直径为微米量级的小孔与稳压室构成. 流量计提供的气体标准流量可根据气体通过小孔的流导计算得到. 为了获得水蒸气的标准流量需要先测量水蒸气通过小孔时的流导.

目前许多研究已经在流导的测量上取得了进展. Guo等^[8]给出了一种新的测量小孔流导的方法, 测量了氮气的流导, 并且实现 $10^{-1} \sim 10^{-13} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ 标准流量的提供. Wei等^[9]搭建了一个可以提供混合气体的标准流量供给装置, 使用压升法测量了混合气体通过小孔的流导, 并根据小孔的尺寸对混合气体的流导进行了理论计算. Fedchak等^[10]

收稿日期: 2023-04-17

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(61971209).

作者简介: 耿健(1992-), 男, 辽宁阜新人, 东北大学博士研究生; 王晓冬(1963-), 男, 辽宁沈阳人, 东北大学教授, 博士生导师.

使用恒压流量计精确测量了一个直径为 $20\ \mu\text{m}$ 小孔的流导,给出了压力为 $10\sim 10^6\ \text{Pa}$ 范围内氮气与氩气流导的变化规律. Jitschin 等^[11]利用薄板孔与文丘里管研究了气体的流动状态,给出了一种测量流导的方法. Jousten 等^[12]给出了一种提供气体微小流量的全金属气体流量计,该流量计与膨胀法装置连用可以形成 $4\times 10^{-13}\ \text{mol}\cdot\text{s}^{-1}$ 的微小标准流量. Varoutis 等^[13]使用直接模拟蒙特卡洛法计算了气体通过不同尺寸小孔的流导,计算结果与测量结果一致性较好.但是在上述文献中没有给出详细的提供水蒸气标准流量的方法.

由于压升法不适合测量低进气量时水蒸气的流导,本文给出一种新的流导测量方法——时间比值法,用来测量低进气量时水蒸气的流导.

本文搭建了一个水蒸气流导测量装置并利用压升法和时间比值法联合测量水蒸气通过小孔时的流导,并且对该方法的不确定度进行了评定.

1 测量装置

水蒸气流导测量装置原理如图 1 所示.其中包括供气装置、流量计和测试罩 3 部分.供气装置由气瓶和稳压室组成.稳压室与小孔连接,组成固定流导法流量计,该流量计可长时间稳定地向测试罩内通入微小流量的气体;测试罩的放气率为 $6.2\times 10^{-11}\ \text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$,测试系统的本底压力最低为 $7\times 10^{-6}\ \text{Pa}$. 3 个电容薄膜真空计(A, B, C)的量程分别设为 $13.3\ \text{Pa}$, $1\ 333\ \text{Pa}$, $133\ 333\ \text{Pa}$.

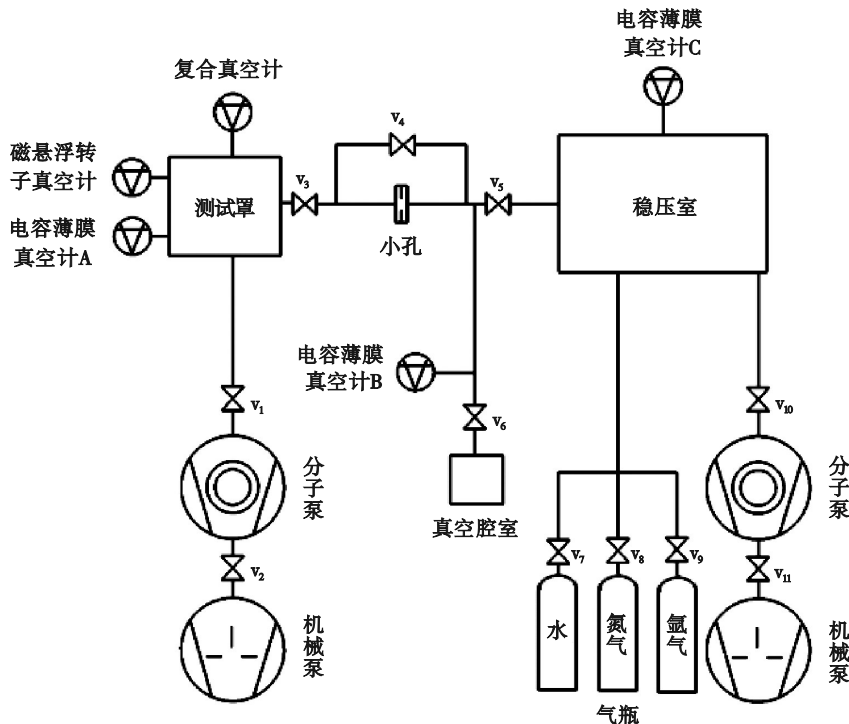


图 1 小孔流导测量装置

Fig. 1 Orifice conductance measurement device

注: $v_1\sim v_{11}$ 为真空阀门

2 测量方法

2.1 时间比值法

研究人员常使用压升法^[8,14]测量气体(氮气、氩气或氦气等)的流导,因此首先使用压升法测量水蒸气的流导.测量流导需要先测量测试罩的容积.使用静态膨胀法^[15]测量测试罩及连接管路的容积,测量原理如图 1 所示.测量前将一定量的气体充入真空腔室内,并将稳压室与管道抽真空.将真空腔室中的气体等温膨胀到测试罩中,

使用电容薄膜真空计 B 测量真空腔室膨胀前后的压力.测试罩的容积由式(1)给出.

$$V_2 = \frac{p_1 V_1}{p_1'} - V_1 \quad (1)$$

式中:真空腔室的容积 V_1 为 $516\ \text{mL}$;测试罩的容积 V_2 为 $2\ 317.1\ \text{mL}$; p_1 与 p_1' 为真空腔室内气体膨胀前后的压力, Pa.

使用压升法测量流导时,稳压室中的气体通过小孔流入到测试罩内.通过小孔的流量 q_1 可以通过式(2)计算.

$$q_1 = C_0(p_2 - p_3). \quad (2)$$

式中: q_1 为通过小孔流入测试罩的流量, $\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$; p_2 为稳压室内气体的压力, Pa ; p_3 为测试罩内气体的压力, Pa ; C_0 为通过压升法得到的水蒸气的流导, $\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$.当 p_3 比 p_2 小 10^3 以上时,式(2)可以简化为式(3).

$$q_1 = C_0 p_2. \quad (3)$$

流入测试罩气体的流量 q_2 引起其内部的压力升高,因此 q_2 可用式(4)表示.

$$q_2 = V_2 \frac{dp_3}{dt}. \quad (4)$$

式中: dp_3/dt 为测试罩内的压力变化率, $\text{Pa}\cdot\text{s}^{-1}$; t 为测试罩内压力变化对应的时间, s .根据流量守恒原理, q_1 与 q_2 相等,可得 C_0 的表达式如下^[8]:

$$C_0 = \frac{V_2}{t} \ln\left(1 + \frac{\delta p_3}{p_1}\right). \quad (5)$$

式中: δp_3 是经过时间 t 时测试罩内气体压力的变化量, Pa .

压升法的测量步骤如下:

1) 为了清除系统中吸附的水汽,在 $220\text{ }^\circ\text{C}$ 下烘烤系统48小时,当系统温度降低到 $23\text{ }^\circ\text{C}$ 时,测试罩内的压力为 $7.0\times 10^{-6}\text{ Pa}$;

2) 在测量开始前要关闭所有阀门,然后打开阀门 v_7 ,让指定压力的气体流入到稳压室内;

3) 打开阀门 v_4 和 v_5 使得气体通过小孔流入到测试罩内,然后关闭阀门 v_1 ,使用磁悬浮转子真空计测量测试罩内的压力;

4) 每间隔60 s记录一次数据,测量过程中稳压室内的压力变化小于1%,每组记录180个数据,当测量时间足够长时由水蒸气吸附作用引起的测量误差小.

压升法在测量氮气、氩气、氦气等气体的流导时准确度高^[8-9],这是因为这些气体吸附与脱附达到平衡的时间快且吸附量小^[16].但由于水蒸气的吸附量大且吸附与脱附达到平衡的时间长^[3-4],所以压升法不适合测量水蒸气的流导.因为有一部分水蒸气在进入测试罩内时被吸附,所以式(4)不适用于水蒸气.使用压升法测量水蒸气流导时的计算结果包含了容器壁对水蒸气的吸附速率.随着时间的增加,水蒸气的吸附与脱附会趋向平衡,所以对使用压升法测量得到的水蒸气流导结果进行拟合,当时间趋于无穷时可以计算得到接近真实流导值的结果,但是吸附速度的影响会随着进气量的减小更加明显.高进气量时压升法的水蒸气流导测量结果准确,而低进气量时的流导测量结果误差大.

为了准确测量低进气量时水蒸气的流导,本文给出一种新的测量方法.由于不同流量的水蒸气通过小孔流出相同气体总量的时间不同,低进气量水蒸气的流导可以根据进气的压力(稳压室内的压力)与时间的比值进行计算,所以命名该方法为时间比值法.时间比值法可以减小水蒸气吸附特性对流导测量的影响.影响测试罩内表面对水蒸气吸附量的因素,包括内表面在水蒸气中暴露的时间、水蒸气的压力、内表面的光洁度以及温度^[7].为了保证每一次测量开始前测试罩内水的吸附量 $q_{\text{H}_2\text{O}}$ 相等,需要满足以下条件^[17]:①当将水蒸气充入到稳压室内时,记录测试罩内气体压力变化 Δp 时所需要的时间,每次实验均在相同的压力范围内计时;②当压力到达上限时要立即抽空测试罩内的气体,并且每次实验系统的抽气时间需要相同.

当稳压室两次充入压力为 p_4, p_4' 的水蒸气时,流入测试罩内水蒸气的流量与时间的关系为

$$q_3 t_1 = C_1 p_4 t_1, \quad (6)$$

$$q_3' t_2 = C_1' p_4' t_2. \quad (7)$$

式中: q_3 为稳压室内压力为 p_4 时通过小孔的进气量, $\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$; q_3' 为稳压室压力为 p_4' 时通过小孔的进气量, $\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$; C_1 为通过压升法得到的高进气压力下的水蒸气流导, $\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$; C_1' 为低进气压力下的水蒸气流导, $\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$;当进气压力为 p_4 时, t_1 为测试罩内气体压力变化 Δp 所需的时间, s ;当进气压力为 p_4' 时, t_2 为测试罩内气体压力变化 Δp 所需的时间, s .

每次实验均是在相同的压力范围内完成,所以每次实验中测试罩内水蒸气吸附量是近似相等的.

水蒸气流导 C_0 与 C_0' 的关系为

$$C_1 p_4 t_1 = C_1' p_4' t_2 = \Delta p V_2 + q_{\text{H}_2\text{O}}, \quad (8)$$

$$C_1' = \frac{C_0 p_4 t_1}{p_4' t_2}. \quad (9)$$

在时间比值法中选择高进气压力下压升法的流导测量结果作为 C_1 来计算 C_1' .

时间比值法测量步骤如下:

步骤1)~步骤3)与压升法测量过程一致;

4) 记录测试罩内气体压力从 0.1 Pa 升高到 1 Pa 所需的时间,实验测量期间稳压室内水蒸气的压力变化小于1%.

2.2 不确定度评定

在分析时间比值法测量过程中的不确定度时,需要考虑式(1)、式(5)和式(9)中相互独立的变量,结果如式(10)和式(11)所示^[18].

$$u_r^2(C'_1) = u_r^2(C_1) + u_r^2\left(\frac{p_4}{p'_4}\right) + u_r^2\left(\frac{t_1}{t'_1}\right), \quad (10)$$

$$u_r^2(C_0) = \frac{(\Delta V_2)^2}{V_2^2} + \frac{(\Delta(p_1/p'_1))^2}{(p_1/p'_1 - 1)^2} + \frac{(\Delta(\delta p_3))^2}{\left(p_1 \cdot \ln\left(1 + \frac{\delta p_3}{p_2}\right)\right)^2} + \frac{(\delta p_3)^2 \cdot (\Delta p_2)^2}{\left(p_1^2 \cdot \ln\left(1 + \frac{\delta p_3}{p_2}\right)\right)^2} + \frac{(\Delta t)^2}{t^2}. \quad (11)$$

式(10)中等号左边项为使用时间比值法测量流导的相对不确定度;等号右边第1项为使用压升法测量流导时的相对不确定度;第2项由电容薄膜真空计校准证书给出为0.04%;第3项由秒表校准证书给出,考虑人工因素不确定度为0.19%。式(11)等号左边项为使用压升法测量流导时的不确定度;等号右边第1项由真空腔室的容积校准证书给出;第2~4项分别由电容薄膜真空计和磁悬浮转子真空计的校准证书给出;第5项由秒表校准证书给出,考虑人工因素不确定度为0.19%。上述校准证书均由中国国家计量研究所颁发。

时间比值法的不确定度如表1所示。

表1 时间比值法的不确定度

Table 1 Uncertainty of the time-ratio method

$u_r(V_2)$	$u_r(C_0)$	$u_r(p_1)$	$u_r(p_2)$	$u_r(C'_0)$
0.1	3.2	1.1	3.0	3.3

3 结果与讨论

3.1 压升法测量结果

为了避免因为水蒸气的吸附特性在压力测量中引入误差,选择电容薄膜真空计A与磁悬浮转子真空计测量水蒸气的压力。这两种真空计在实验中能完成 10^{-4} ~133 Pa压力范围内的测量。多项研究证明两种真空计测量水蒸气压力的结果是准确的^[3-4]。比较电容薄膜真空计与磁悬浮转子真空计测量水蒸气压力的结果,如图2所示。可明显观察到两个真空计的测量结果在0.1~1 Pa压力范围内一致性好。当压力低于0.1 Pa时,测量结果的一致性变差,这是因为压力超出了电容薄膜真空计A的有效量程。在实验中,当压力低于0.1 Pa时,采用磁悬浮转子真空计测量水蒸气的压力;当压力高于0.1 Pa时,采用电容薄膜真空计A测量水蒸气的压力。此外,本实验中使用的孔是通过激光打孔制作的,如图3所示。

在使用压升法测量流导前,需要先标定测试罩的容积。用等温膨胀法测量容积的结果如表2所示,分别进行了3次标定,测试罩及进气管路的容积平均值为2 317.2 mL。

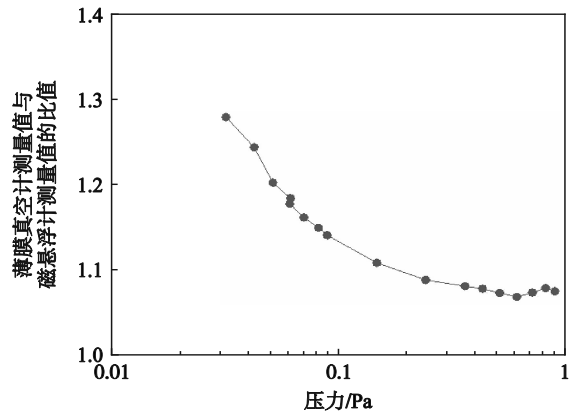


图2 薄膜真空计和磁悬浮转子计的测量结果比值

Fig. 2 Ratio of capacitance diaphragm gauge and spinning rotor gauge



图3 通过激光打孔制作的小孔

Fig. 3 Orifice which is made by laser drilling

表2 膨胀法测量测试罩及管路容积的结果

Table 2 Volume measurement results of the test dome and pipeline by the expansion method

容积/mL	初始压力/Pa	平衡压力/Pa	容积/mL
679	5 058	1 146	2 317.8
679	1 036	234.8	2 316.9
679	315	71.4	2 616.6

为了得到标准的流量,用压升法测量水蒸气的流导,不同进气压力下流导的测量结果如图4所示。可观察到低进气量下水蒸气的流导随着测量时间的增加而增加。当进气压力稳定时,小孔的流导应该是常数,所以低进气量的测量结果误差大。随着测量时间的增加,测试罩内表面对水蒸气的吸附逐渐接近饱和,高进气量下水蒸气流导的测量曲线很快可以达到水平,所以高进气量的测量结果准确。进气压力为3 023 Pa时,流导的

测量结果为 $5.4 \times 10^{-9} \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$, 这个流导作为时间比值法的起始参考值.

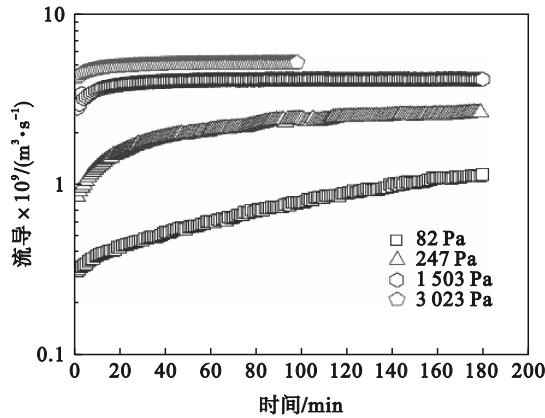


图 4 压升法水蒸气流导测量结果

Fig. 4 Measurement results of water vapor conductance by the pressure rising method

3.2 时间比值法测量结果

使用第 2.1 节的时间比值法测量水蒸气流导. 在进气压力为 3 023 Pa 时 5 次测量结果如表 3 所示, 并用式(9)计算测量结果. 选用 5 次测量的压力与时间乘积的平均值计算流导. 单个进气压力下 5 次测量结果的实验标准偏差为 6.65×10^{-12} , 相对实验标准偏差为 0.125%.

表 3 时间比值法 5 次测量的结果
Table 3 Five results of the time ratio method

次数	压力/Pa	时间/s	流导/(Pa·m ³ ·s ⁻¹)
1	3023	174.22	5.34E-9
2	3023	174.35	5.34E-9
3	3023	174.30	5.34E-9
4	3023	174.39	5.34E-9
5	3023	173.92	5.35E-9
平均值	3023	174.24	5.34E-9
实验标准偏差	—	—	6.65E-12
相对实验标准偏差	—	—	0.125%

通过时间比值法得到的水蒸气流导与进气压力之间的关系如图 5 所示. 可明显地观察到 3 次重复实验的测量结果一致性好, 并且当压力低于 400 Pa 时水蒸气的流导为 $3.67 \times 10^{-9} \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$.

为了证明时间比值法测量结果的准确性, 对比了氮气、氩气和氙气的流导测量结果, 如图 6 所示. 氮气与氙气的流导是使用压升法测量得到的, 可明显地观察到 3 种气体的流导变化规律一致. 当稳压室内气体压力低于 400 Pa 时, 3 种气体的流导值是常数. 由于水蒸气的黏滞系数高, 所以当稳压室内气体压力高于 400 Pa 时, 水蒸气的

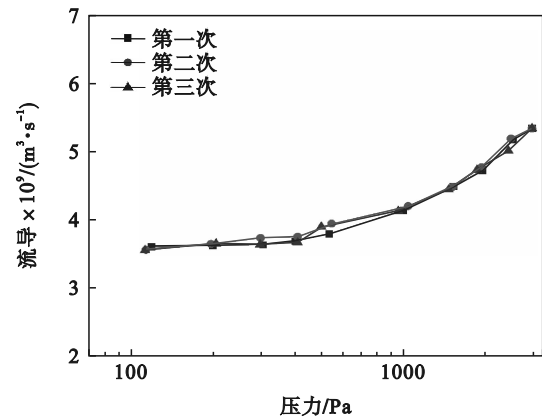


图 5 水蒸气流导与进气压力之间的关系

Fig. 5 Relationship between water vapor conductance and inlet pressure

流导随着压力升高变化得更加明显. 在实验中稳压室内气体压力低于 400 Pa 时, 使用测量结果的平均值计算流量, 当压力高于 400 Pa 时, 使用拟合式(12)~式(14)计算 3 种气体的流导.

$$C_{\text{水蒸气}} = 3.48 \times 10^{-9} + 6.47 \times 10^{-13} \times p, \quad (12)$$

$$C_{\text{氮气}} = 2.82 \times 10^{-9} + 2.94 \times 10^{-13} \times p, \quad (13)$$

$$C_{\text{氩气}} = 2.37 \times 10^{-9} + 2.44 \times 10^{-13} \times p. \quad (14)$$

式中: p 为稳压室的压力, Pa.

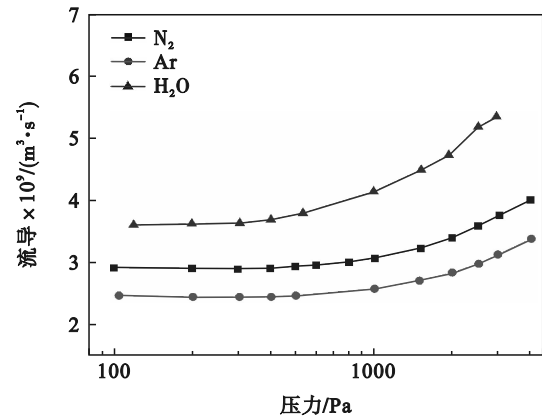


图 6 水蒸气、氮气和氩气的流导测量结果

Fig. 6 Measurement results of H₂O, N₂ and Ar

在已知小孔尺寸时, 分子流条件下小孔的流导可以通过式(15)计算得到^[9].

$$C = \sqrt{\frac{kT}{2\pi m}} A \alpha. \quad (15)$$

式中: C 为分子流条件下小孔的流导, $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$; α 是孔口的压力系数; k 是玻尔兹曼常数; T 是气体温度, K; m 是气体的相对分子质量; A 是小孔的截面积, m^2 .

不同种类气体通过同一个小孔的流导的比值可以表示为式(16).

$$\frac{C}{C'} = \sqrt{\frac{m_2}{m_1}} \quad (16)$$

式中: C 和 C' 为两种不同气体的流导, $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$; m_1 和 m_2 为两种气体的相对分子质量.

3 种气体流导的比值如表 4 所示. 从表 4 可知时间比值法的测量结果与理论值一致性好.

表 4 分子流条件下流导比值
Table 4 Conductance ratio under the molecular flow conditions

气体	流导测量结果	与氮气流导 的理论比值	与氮气流导 的测量比值
	$\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$		
水蒸气	3.7×10^{-9}	0.80	0.79
氩气	2.5×10^{-9}	1.19	1.18
氮气	2.9×10^{-9}	—	—

4 结 语

本文使用压升法测量了氮气、氩气和水蒸气通过小孔的流导. 因为水蒸气的吸附特性强且吸附与脱附达到平衡的时间长, 压升法测量低进水量水蒸气流导的误差大. 水蒸气的高进气量可以很快让测试罩内壁对水蒸气的吸附接近饱和, 此时压升法测量水蒸气流导的结果准确. 为了测量低进水量下水蒸气的流导, 给出一种名为时间比值法的流导测量方法, 该方法能够减小测试罩内表面吸附作用对水蒸气流导测量的影响. 使用时间比值法的水蒸气流导测量结果计算水蒸气的流量. 根据这两种方法搭建了可以提供 $3.7 \times 10^{-9} \sim 1.5 \times 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ 范围内标准水蒸气流量的装置. 时间比值法的相对标准不确定度为 3.3%.

参考文献:

- [1] Dong M, Sun W J, Wu C Y, et al. An UHV standard with option to be used as partial pressure standard [J]. *Metrologia*, 2020, 57(2): 025017.
- [2] Li M X, Dylla H F. Model for the outgassing of water from metal surfaces [J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 1993, 11(4): 1702-1707.
- [3] Sefa M, Šetina J, Erjavec B. Investigation of a method for measurement of water vapor coverage on technical surfaces [J]. *Vacuum*, 2016, 131: 201-208.
- [4] Sefa M, Šetina J, Erjavec B. Study of water vapor pressure equilibration in a vacuum system [J]. *Vacuum*, 2013, 98: 3-7.
- [5] Yoshida H, Ebina T, Arai K, et al. Development of water vapor transmission rate measuring device using a quadrupole mass spectrometer and standard gas barrier films down to the $10^{-6} \text{ g m}^{-2} \text{ day}^{-1}$ level [J]. *Review of Scientific Instruments*, 2017, 88(4): 043301.
- [6] Yoshida H, Arai K, Kobata T. In-situ calibration method for ionization gauges and quadrupole mass spectrometers by combining the standard conductance element and the conductance modulation method (SCE-CM method) [J]. *Vacuum*, 2014, 101: 433-439.
- [7] Dobrozemsky R. Summary abstract: sorption dynamics of water vapor under atmospheric conditions [J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 1987, 5(4): 2520-2521.
- [8] Guo M R, Ren Z Y, Cheng Y J, et al. A new high precision, broad range gas micro-flow calibration apparatus [J]. *Vacuum*, 2019, 164: 428-435.
- [9] Wei N F, Feng Y, Sun W J, et al. Experimental study on the conductance of pure and binary gas mixtures [J]. *Vacuum*, 2021, 189: 110277.
- [10] Fedchak J A, Defibaugh D R. Accurate conductance measurements of a pinhole orifice using a constant-pressure flowmeter [J]. *Measurement*, 2012, 45(10): 2449-2451.
- [11] Jitschin W. Gas flow measurement by the thin orifice and the classical Venturi tube [J]. *Vacuum*, 2004, 76(1): 89-100.
- [12] Jousten K, Menzer H, Niepraschk R. A new fully automated gas flowmeter at the PTB for flow rates between 10^{-13} mol/s and 10^{-6} mol/s [J]. *Metrologia*, 2002, 39(6): 519-529.
- [13] Varoutis S, Valougeorgis D, Sazhin O, et al. Rarefied gas flow through short tubes into vacuum [J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 2008, 26(2): 228-238.
- [14] Geng J, Wang X D, Guo M R, et al. Research on measuring method of pumping speed for miniature sputter ion pump [J]. *Measurement*, 2022, 190: 110736.
- [15] Avdiaj S, Šetina J, Erjavec B. Volume determination of vacuum vessels by gas expansion method [J]. *MAPAN-Journal of Metrology Society of India*, 2015, 30(3): 175-178.
- [16] Redhead P A. Effects of readsorption on outgassing rate measurements [J]. *Journal of Vacuum Science Technology A: Vacuum Surfaces and Films*, 1996, 14(4): 2599-2609.
- [17] Geng J, Wang X D, Ren Z Y, et al. Study on the water detection using the flowmeter method at low temperatures [J]. *Measurement Science and Technology*, 2023, 34(10): 105015.
- [18] Kessel W. Measurement uncertainty according to ISO/BIPM-GUM [J]. *Thermochimica Acta*, 2002, 382(1/2): 1-16.