

# Kalibrierung von Vakuummetern im Bereich von 30 Pa bis $10^5$ Pa durch direkten Vergleich mit einem Normal

## Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Zweck und Geltungsbereich</b>	2
<b>2</b>	<b>Begriffe und Abkürzungen</b>	2
<b>3</b>	<b>Räumlichkeiten und Umgebungsbedingungen</b>	2
<b>4</b>	<b>Gerätetechnische Gegebenheiten</b>	3
4.1	Kalibriermethode	3
4.2	Qualitätsanforderungen	3
4.3	Kalibriereinrichtung	4
4.4	Normale und Messmittel	6
<b>5</b>	<b>Kalibrierverfahren</b>	7
5.1	Vorbereiten der Prüflinge	7
5.2	Qualitätsanforderungen	8
5.3	Durchführung und Auswertung der Kalibrierung	9
5.3.1	Durchführung bei Membranvakuummetern	9
5.3.2	Auswertung	10
5.4	Messunsicherheit der Kalibrierwerte	10
5.5	Kalibrierschein	11
<b>6</b>	<b>Validierung</b>	11
<b>7</b>	<b>Ergebnisse von Vergleichen</b>	11
<b>8</b>	<b>Mitgeltende Unterlagen</b>	12
<b>9</b>	<b>Literatur</b>	12
<b>10</b>	<b>Anhang: Messunsicherheitsbudgets für verschiedene Geräte und Beispielkalibrierschein</b>	13

Erstellt: Abteilung 7, Fachbereich 7.3 AG Vakuummetrologie	Geprüft: Leiter 7.3	Genehmigt: QMV-7	Ausgabe-Nr.: 03	Kurzbezeichnung: 7.3-AA-DIR	Seite von Seiten 1 von 18
am: .....	am: .....	am: .....			

## 1 Zweck und Geltungsbereich

AG für Vakuummetrologie: Kalibrierung von Vakuummetern zwischen  $1 \cdot 10^3$  Pa und  $1 \cdot 10^5$  Pa durch direkten Vergleich mit einem Sekundärnormal und zwischen 30 Pa und  $1 \cdot 10^4$  Pa durch direkten Vergleich mit der Druckwaage FRS5, welche von 30 Pa bis  $1 \cdot 10^3$  Pa als Primärnormal angesehen wird. Der Druckbereich  $> 1 \cdot 10^3$  Pa wird in der PTB mit den Primärnormalen der AG Druck (3.23) dargestellt. Um Kosten für die PTB und den Kunden zu sparen, werden jedoch typische Vakuummessgeräte, die sowohl unterhalb als auch oberhalb  $1 \cdot 10^3$  Pa kalibriert werden müssen, bei der AG für Vakuummetrologie kalibriert, wenn an die Kalibrierung oberhalb  $1 \cdot 10^3$  Pa keine Messunsicherheitsanforderungen  $< 0,05\%$  ( $k = 2$ ) gestellt werden. Ausnahmen für diesen Wert der Messunsicherheit sind nach Absprache mit der AG für Druck möglich. Zur Definition »typisches Vakuummessgerät« siehe Abschnitt 2.

## 2 Begriffe und Abkürzungen

**Vakuummessgerät im Sinne dieser AA:** Ein Absolutdruckmessgerät für den Bereich  $< 100$  kPa, welches von seinem Aufbau und Anschlüssen her dazu geeignet ist (i. d. R. Ganzmetalldichtungen), an Hoch- und Feinvakuumapparaturen angeflanscht zu werden.

**DKM:** Abkürzung für Drehkolbenmanometer.

**FRS5:** Druckwaage der AG (Furness Rosenberg Pressure Standard Typ 5). Teilweise auch mit FRS abgekürzt.

**QBS:** Quarz-Bourdon-Spirale (Manometer für den Druckbereich  $> 1$  kPa bis etwa 200 kPa).

**SE2 (Static Expansion System 2):** Primärnormal, welches das statische Expansionsverfahren realisiert und im Jahre 1988 im Laboratorium für Vakuummetrologie in Dienst gestellt wurde.

## 3 Räumlichkeiten und Umgebungsbedingungen

Die Primärnormale SE2 und FRS5 sind in der PTB, Institut Berlin, Försterbau, EG, Raum 21 aufgestellt. Der Raum hat eine Fläche von ca.  $55 \text{ m}^2$ . Die Fensterfront ist nach Norden gerichtet. Der Raum ist klimatisiert auf eine Solltemperatur von  $23^\circ\text{C}$ . Notwendig (und im Raum FOE 021 vorhanden) für den Betrieb sind folgende Anschlüsse:

- Elektrik: 220V
- Kühlwasser
- Pressluft
- Lokales EDV-Netz

Im Raum herrscht Rauchverbot. Zugang haben Mitarbeiter des Labors und anderweitig Berechtigte (Reinigungspersonal, Technischer Dienst, Wachdienst), sowie Personen, denen die Erlaubnis zum Zugang gegeben wurde.

## 4 Gerätetechnische Gegebenheiten

### 4.1 Kalibriermethode

Die Kalibrierung von Vakuummetern in diesem Bereich erfolgt durch direkten Vergleich mit einer QBS, einem DKM oder der FRS5. Ihre Anzeige wird entweder mit dem in den verbindenden Rohrleitungen herrschenden Druck, welcher durch die genannten drei Normale bestimmt wird, verglichen oder diesem zugeordnet (z. B. im Falle einer Spannung als Anzeige). Bei Kapazitätsvakuummetern wird als Kalibriergröße in der Regel der Anzeigefehler  $e$  ermittelt. Er ist durch

$$e = \frac{p_{\text{ind}} - p}{p} \quad (1)$$

definiert wenn  $p_{\text{ind}}$  der angezeigte Druck und  $p$  der dargestellte Druck ist. Eine andere Kalibriergröße, die hauptsächlich aus dem britischen Raum gewünscht wird, ist der Korrekturfaktor  $CF$ , der folgendermaßen definiert wird:

$$CF = \frac{p_{\text{cal}}}{p_{\text{ind}}} \quad (2)$$

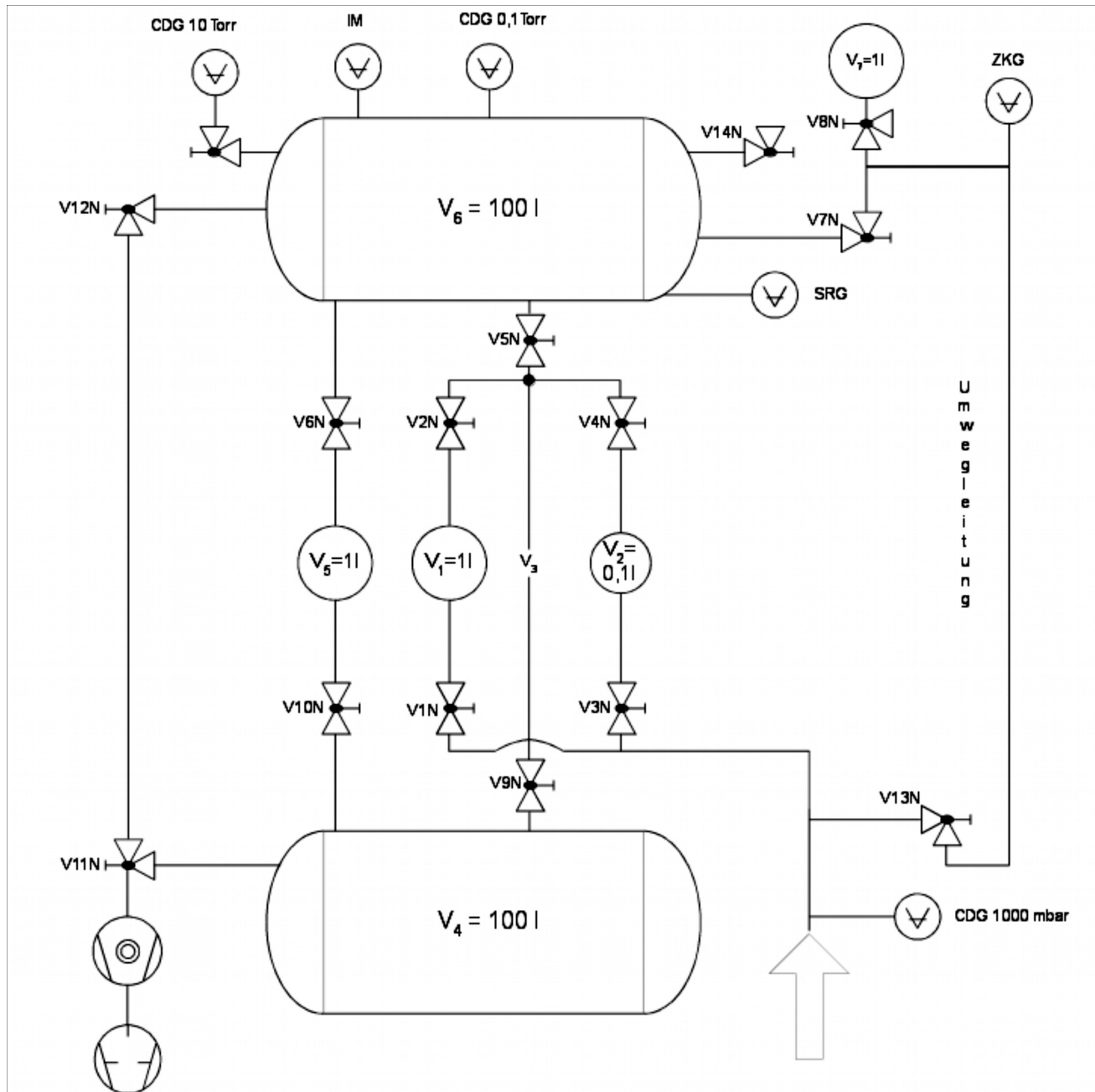
Der Korrekturfaktor gibt an, mit welchem Faktor eine Anzeige (oder ein Messwert) multipliziert werden muss, um die physikalisch richtige (»wahre«) Größe zu erhalten. Die Drücke werden von niederen zu höheren Drücken fortschreitend eingestellt. Der Effekt der thermischen Transpiration spielt in diesem Druckbereich keine Rolle oder ist (im Falle des FRS5 unterhalb 50 Pa) in seiner Auswirkung vernachlässigbar, da die Leitungsdurchmesser überall  $> 5 \text{ mm}$  sind.

### 4.2 Qualitätsanforderungen

Folgende Qualitätsanforderungen werden an die Darstellung des Kalibrierdruckes gestellt: Der Kalibrierdruck muss so genau dargestellt werden, wie es die statistisch schwankenden Messgrößen und die unvermeidbaren systematischen Unsicherheiten der verwendeten Normale (DKM, FRS5 oder QBS) nach dem jeweils neuesten Stand des Wissens zulassen. Um dieses Ziel zu erreichen, werden alle bekannten, den Kalibrierdruck signifikant beeinflussenden Korrekturen vorgenommen und die bestgeeignetsten Komponenten der Mess- und Vakuumtechnik im Rahmen der finanziellen Möglichkeiten der PTB eingesetzt. Die Sekundärnormale müssen mit der höchstmöglichen Genauigkeit kalibriert sein und regelmäßig in solchen Abständen rekaliert werden, dass die durch langzeitliche Veränderungen bedingte Unsicherheit nie mehr als die Hälfte der Gesamtunsicherheit beträgt.

### 4.3 Kalibriereinrichtung

Nach Schließen der Ventile 1, 3, 7 und 8 des Primärnormals SE2 und Öffnen des Ventils 13 ist eine direkte Verbindung vom ZKG zum Vergleichsmessgerät am Gaseinlass (DKM, FRS5 oder QBS) hergestellt.



**Abbildung 1:** Schemazeichnung der Kalibriereinrichtung für den direkten Vergleich (ZKG = zu kalibrierendes Gerät). Das Primärnormal SE2 wird als Expansionssystem nicht genutzt, lediglich dessen Druckmessgeräte (am Gaseinlass) und die Tischplatte zur Montage des ZKG. Als Gaseinlass können QBS, DKM und FRS5 dienen.

**Tabelle 1:** Relative Unsicherheit ( $k = 1$ ) des dargestellten Drucks

Normal	Druckbereich	Wert (relative Standardunsicherheit)
FRS5	30 Pa ... 10 kPa	$\frac{\sqrt{4,62 \cdot 10^{-4} \text{ Pa}^2 + 1,08 \cdot 10^{-8} p + 5,54 \cdot 10^{-10} p^2}}{p}$
DKM	26 mbar ... 300 mbar	$\frac{\sqrt{3,75 \cdot 10^{-6} \text{ mbar}^2 + 7,75 \cdot 10^{-10} p^2}}{p}$
DKM	300 mbar ... 3000 mbar	$\frac{\sqrt{4 \cdot 10^{-4} \text{ mbar}^2 + 6,45 \cdot 10^{-10} p^2}}{p}$
QBS	1 kPa ... 28,4 kPa	$\frac{\sqrt{0,14 \text{ Pa}^2 + 1,6 \cdot 10^{-8} p^2}}{p}$
QBS	28,4 kPa ... 110 kPa	$\frac{\sqrt{4,1 \text{ Pa}^2 + 1,6 \cdot 10^{-8} p^2}}{p}$

**Tabelle 2:** Typische Werte der Unsicherheit, die sich aus Tabelle 1 ergeben

Druck	relative Standardunsicherheit mal 2 ( $k = 2$ )
FRS, 30 Pa	$1,4 \cdot 10^{-3}$
FRS, 50 Pa	$8,6 \cdot 10^{-4}$
FRS, 100 Pa	$4,5 \cdot 10^{-4}$
FRS, 1 kPa	$6,4 \cdot 10^{-5}$
DKM, ganzer Bereich	$< 1,7 \cdot 10^{-4}$
QBS, 1 kPa	$7,9 \cdot 10^{-4}$
QBS, 3 kPa	$3,5 \cdot 10^{-4}$
QBS, 30 kPa	$2,9 \cdot 10^{-4}$
QBS, 100 kPa	$2,6 \cdot 10^{-4}$

Die Unsicherheit des eingestellten Drucks (Tabelle 1 und 2) ist allein durch die Unsicherheit der Messung mit den Normalen bestimmt. Sie ergeben sich aus den Kalibrierscheinen im Falle des DKM und der QBS, und aus QSE-FRS-06-1 im Falle des FRS5.

#### 4.4 Normale und Messmittel

Die folgende Liste gibt eine Übersicht über die wichtigsten Geräte und Einzelteile der Kalibriereinrichtung:

- FRS5 mit flow controller (VAC FRS) zur Einstellung eines kontinuierlichen Gasflusses, Pt-100 zur Messung der Temperatur, SRG (Kalibrierung z. B. QS 12/06) zur Kontrolle des Referenzdrucks (nur für Helium)
- Quarz-Bourdon-Spirale-Controller zur Druckeinstellung RUSKA 7010
- Drehkolbenmanometer BELL & HOWELL mit zugehörigem Pirani und Thermometer (Pt-100) und am Drehkolbenmanometer angeschlossenes Gaseinlasssystem mit variablem Volumen und Pumpsystem.
- Primärnormal SE2 (siehe 7.3-AA-SE2)

Folgende Messgeräte müssen auf nationale Normale zurückgeführt werden:

Gerät	Seriennummer	PTB Inv.-Nr.	Messmittel- listennummer	Rekalibrierfrist in Jahren
FRS	402211	200011650	7.3-4018	Lebensdauer*
Drehkolbenmanometer BELL & HOWELL 6-201-0001	4303	94008523	7.3-4016	5
QBS-Controller RUSKA 7010 bis 1600 mbar	53444	99044126	7.3-4017	1

\* Alle 5 Jahre findet eine Zwischenkontrolle durch Vergleich mit dem DKM statt (siehe unten).

Die Kalibrierung des Drehkolbenmanometers erfolgt durch die in der PTB zuständige AG für Druckmessung (3.23). Die Kalibrierscheine befinden sich im Raum FOE-020. Die Kalibrierung des QBS erfolgt durch Vergleich mit dem Drehkolbenmanometer. Die Protokolle dieser Kalibrierungen befinden sich im Ordner »Interne Kalibrierungen« im Raum FOE-020. Im übrigen gilt die PTB-VA 10 »Prüfmittelüberwachung« und das Abteilungs-Handbuch. Es ist vorgesehen, das FRS5 wegen der kritischen Aufhängevorrichtung seines Kolbens möglichst nicht mehr zu transportieren und auf das Quecksilbermanometer der PTB zurückzuführen. Der ermittelte effektive Querschnitt muss jedoch alle 5 Jahre durch Vergleich mit dem DKM im Überlappungsbereich von etwa 3 kPa bis 10 kPa kontrolliert werden. Am Drehkolbenmanometer ist eine Temperaturmessung erforderlich, welche eine Korrektur von  $2 \cdot 10^{-5}$  pro Grad in den Kalibrierdruck einbringt. Diese Temperatur wird mit einem kalibrierten Pt-100 gemessen. Wegen der Kleinheit der Korrektur ist eine Nachkalibrierung nicht erforderlich. Ebenfalls ist am Drehkolbenmanometer der Restdruck in der Vakuumglocke zu messen, was mit einem Wärmeleitungsvakuummeter geschieht. Da die Unsicherheit (10 %,  $k = 2$ ) der größten Korrektur  $< 10^{-5}$  vom Kalibrierdruck ist, ist eine Kalibrierung nicht erforderlich.

Wenn der Spannungsausgang eines Prüflings als Messgröße ausgelesen wird, wird ein kalibriertes Digitalmultimeter mit der Messmittelnummer 7.5-4020 verwendet. Zu Details siehe die 7.5-AA-SE2.

Alle zur Apparatur gehörenden Geräte und wichtigen Einzelteile werden in der Gerätekartei QSG-SE2 erfasst, die vom zuständigen Mitarbeiter geführt wird und sich im Arbeitsraum 20 befindet. Zu jedem Gerät wird ein Geräteblatt erstellt, das folgende Angaben enthält: Gerätetyp, Hersteller, Seriennummer, Inventarnummer, Anschaffungsdatum, durchgeführte Wartungen, Funktionsstörungen und Schäden, Änderungen am Gerät, Reparaturen. Die Protokolle der Prüfungen bzw. Rekalibrierungen von Messgeräten, die nicht direkt auf nationale Normale zurückgeführt werden müssen, werden ebenso im Raum FOE-020 aufbewahrt.

## 5 Kalibrierverfahren

### 5.1 Vorbereiten der Prüflinge

Es ist die Verfahrensanweisung PTB-QM-VA 17 anzuwenden. Im folgenden sind die Details beschrieben, um VA 17 zu erfüllen. Bei jedem Antrag wird für den Prüfling festgelegt:

- Gasart(en)
- Messbereich(e)
- Einstellparameter (bei Membranvakuummetern: Multiplikationsfaktor, Maßeinheit)
- Kalibrierkonstante. Bei Kapazitätsvakuummetern: Anzeigefehler der Druckanzeige am Display und/oder über Schnittstelle und/oder des auf Druck umgerechneten Analogausgangs (Spannung).

Die administrativen Daten der Bearbeitung eines Kalibrierauftrags werden in einer Excel-Datei Q:\Kal\XX\AktenzeichenXX.xls (XX letzte zwei Ziffern der Jahreszahl) auf einem allen Mitarbeitern der Arbeitsgruppe zugänglichen Laufwerk (z. Z. Q:) des Novell-Servers eingetragen. Der erste Eintrag erfolgt spätestens bei Annahme des Auftrags. Zu den administrativen Daten zählen:

- Antragsdatum
- Antragsteller mit Adresse und Ansprechpartner
- Kalibriergegenstände
- Art des Antragstellers (DKD, NMI/DI, in alten Listen: Staatsinstitut, Firma etc.)
- Geplantes Datum der Kalibrierung
- Bearbeiter der Kalibrierung
- SAP-Nr. in Melodi (zur Arbeitszeiterfassung) und Debitor-Nr. (SAP)
- Kalibrierzeichen
- Geräteingang (Datum)
- Kalibrierende (Datum)

- Gerätausgang (Datum)
- Geschäftszeichen
- Datum des Kalibrierscheins
- Datum und Betrag auf Kostenbescheid

Die Vorbereitung erfolgt nach folgenden Punkten:

- Prüfung auf eventuelle Schäden und Vollständigkeit bei Eintreffen des Kalibriergegenstands. Falls in Ausnahmefällen erforderlich, Lagerung desselben (siehe unten)
- Belüften der Umwegleitung (siehe Abbildung 1) nach Schließen der Ventile zu den Kalibrierkammern.
- Anflanschen der Prüflinge
- Evakuieren
- Inbetriebnahme und Funktionsprüfung der Prüflinge
- gegebenenfalls Lecksuche
- gegebenenfalls erneute Inbetriebnahme der Prüflinge
- Einlaufzeit der Prüflinge (Kapazitätsvakuummeter mindestens 12 h)

**Lagerung:** In der Regel werden die Termine so gesetzt, dass eine Zwischenlagerung der Prüflinge nicht erforderlich ist und die Kalibrierungen unverzüglich beginnen können, damit die Zeit, in der die Vakuummessgeräte der Atmosphäre ausgesetzt sind, möglichst kurz ist. Ist in Ausnahmefällen eine längere Zwischenlagerung nötig, werden alle Öffnungen der Prüflinge mit Staubkappen versehen und in einem trockenen Schrank gelagert.

**Gerätetyp:** Membranvakuummeter können als Differenzdruckmessgerät oder als Absolutdruckmessgerät (bei dem die Referenzseite des Messkopfes bereits vom Hersteller evakuiert ist) zur Kalibrierung vorliegen. Zur Kalibrierung eines Differenzdruckmessgerätes muss zur Einstellung und Messung eines definierten Drucks (in der Regel  $< 10^{-4}$  Pa) zusätzlich eine Evakuierungsmöglichkeit für die Referenzseite des Messkopfes geschaffen werden.

## 5.2 Qualitätsanforderungen

Die Anforderungen an die zu kalibrierenden Vakuummeter sind nicht verbindlich in nationalen oder internationalen Regeln festgelegt. Folgende Bedingungen müssen allgemein erfüllt sein:

- Das Gerät muss dem Stand der Technik entsprechen und den Sicherheitsvorschriften genügen.
- Die Messunsicherheit und die Stabilität des Gerätes soll zur Unsicherheit der Kalibrieranlage in einem solchen Verhältnis stehen, dass eine Kalibrierung am Primärnormal der PTB gerechtfertigt ist, es sei denn, andere zwingende Gründe liegen vor.
- Die Bauart des Gerätes muss gewährleisten, dass es zuverlässig arbeitet und reproduzierbare Messergebnisse liefert.



- Die Bedienung des Gerätes muss für einen in der Vakuumtechnik erfahrenen Anwender in angemessener Zeit beherrschbar sein.
- Eine Gefährdung des Anwenders durch die vorherige Nutzung des Vakuummeters in kontaminierter oder toxischer Umgebung muss ausgeschlossen sein.
- Das Gerät muss in einwandfreiem und funktionstüchtigem Zustand sein.
- Die Druckanzeige muss mindestens eine Dekade umfassen.
- Druckänderungen müssen unmittelbar, d. h. in einer die Unsicherheit der Kalibriereinrichtung nicht beeinflussenden und für den Anwender akzeptablen Zeit wiedergegeben werden.
- Vakuummeter, Messleitungen und Anzeige- und Steuergerät müssen so beschaffen sein, dass versehentliche Änderungen der Betriebsparameter, die die Anzeige beeinflussen, weitgehend ausgeschlossen sind. Betriebsparameter, die vom Anwender verändert werden können, werden mit ihrem Wert während der Kalibrierung auf dem Kalibrierschein vermerkt oder die entsprechenden Einstellvorrichtungen werden versiegelt.

Damit die wesentlichen Qualitätsmerkmale (Sicherheit für die PTB Mitarbeiter, Sauberkeit für das Primärnormal, Funktionsbereitschaft zur schnellen Durchführung der Kalibrierung) vom Auftraggeber eingehalten werden, wird dem Auftraggeber eine entsprechende Erklärung (siehe Anhang) zur rechtsgültigen Unterschrift zugesandt. Wenn der Auftraggeber nicht gut bekannt ist oder ein Verdacht vorliegt, dass die Sicherheit der Mitarbeiter oder Sauberkeit des Primärnormals durch das Kalibriergut gefährdet ist, darf vor dem Eintreffen der Erklärung nicht mit der Installation begonnen werden. Zum Wortlaut der Erklärung siehe 7.3-AA-SE2, Anhang.

### 5.3 Durchführung und Auswertung der Kalibrierung

Die Kalibrierung läuft wie folgt ab:

- Kalibrierung
- Vorläufige Auswertung, Festlegung evtl. notwendiger Wiederholungsmessungen
- Abbau und Versand des Prüflings
- Endauswertung, Erstellen des Kalibrierscheines und – sofern erforderlich – des Kostenbescheids

#### 5.3.1 Durchführung bei Membranvakuummetern

Zu Beginn der Kalibrierung wird das Programm SE2 auf dem Messplatzrechner gestartet. Die gerätespezifischen Parameter sowie Auftraggeber, Kalibrierschein-Nr. und evtl. notwendige Kommentare werden eingegeben. Beginnend mit dem niedrigsten Druck werden die Kalibrierdrücke eingestellt und die Messergebnisse des Kalibriergegenstands in das Programm eingetragen. Jede Kalibrierung erhält vom Programm eine neue Nummer, maximal 10 Geräte (einschließlich Prüfnormale) können gleichzeitig kalibriert werden.

Kapazitive Membranvakuummeter (CDG) sollen i. d. R. nicht über ihren Vollausschlag druckbelastet werden. Dazu muss gegebenenfalls ein Isolierventil vor dem Messkopf geschlossen werden. Zur Produktivitätssteigerung können mehrere kapazitive CDGs verschiedenen Vollausschlags in einer Kalibriersequenz kalibriert werden.

Alle bei der Kalibrierung anfallenden Daten werden zunächst lokal in dem Ordner /home/NOVELL-NUTZER-NAME/se2/Daten/prueflinge, unter se2\_xx (Daten der Prüflinge) und eventuell werte\_se2\_xx (Messwerte der Prüflinge) abgelegt, wobei xx für die fortlaufende Nummer der Kalibrierung steht. Ist der Novell-Server verfügbar, werden beide Dateien zusätzlich auf dem Laufwerk Q: unter \Messplaetze\SE2\Daten\Rohdaten\se2\_xx gespeichert.

### 5.3.2 Auswertung

Die Berechnung des Kalibrierdrucks und die erste Bestimmung der relativen Abweichung der ZKG erfolgt mit dem Programm SE2 nach einem Algorithmus, der in QSS-SE2 niedergelegt ist.

Die ausgewerteten Rohdaten werden wie die Rohdaten selbst in dem Ordner /home/NOVELL-NUTZER-NAME/se2/Daten/prueflinge unter werte\_se2\_xx (Messwerte der Prüflinge) abgelegt, wobei xx für die fortlaufende Nummer der Kalibrierung steht. Ist der Novell-Server verfügbar, werden die Daten zusätzlich auf dem Laufwerk Q: unter \Messplaetze\SE2\Daten\Rohdaten\se2\_xx gespeichert.

Der zuständige Wissenschaftler prüft die Rohauswertung, entfernt Doppelmessungen, berechnet eventuell mittels einer Anpassungskurve »predicted values«, berechnet gegebenenfalls die Kalibriergröße gemäß QSS-SE2 und bereitet die Daten so in einem Excel-File auf, dass sie direkt in einen Kalibrierschein übernommen werden können.

### 5.4 Messunsicherheit der Kalibrierwerte

Über die angegebene Unsicherheit des dargestellten Drucks hinaus, sind bei Kapazitätsvakuummetern folgende gerätespezifischen Unsicherheiten zu berücksichtigen:

- Digitalisierung der Anzeige
- Kurzzeitige (Sekundenbereich) und systematische (Drift im Minutenbereich) Änderungen des Nullpunkts bzw. Offsets.
- Wiederholpräzision der Anzeige (repeatability)
- Temperaturabhängigkeit der Anzeige

Da nur in aufsteigender Druckreihenfolge gemessen wird, gibt es keine Hysterese-Effekte. In Ausnahmefällen muss bei Wiederholungsmessungen einzelner Druckpunkte von der aufsteigenden Reihenfolge abgewichen werden. Störungen durch Hysterese-Effekte sind bei den bisher kalibrierten Geräten nicht bekannt geworden. Für diese Geräte ergeben sich folgende Budgets:

Es sei jedoch darauf hingewiesen, dass vorläufig aufgrund der Vereinbarung mit der zuständigen AG für Druck im Kalibrierschein keine Unsicherheit  $< 0,05\%$  ( $k = 2$ ) angegeben werden soll. Dieser Punkt wird jedoch im Zusammenhang mit neuen CMC-Einträgen erneut mit der AG für Druck besprochen werden.

**Tabelle 4:** »Best Measurement Capabilities«, kalibriert mit DKM, FRS5 oder QBS für Kapazitätsvakuummeter Typ MKS Baratrons mit verschiedenen Vollausschlägen 100 Torr und 1000 Torr. Angegeben sind die relativen Gesamtunsicherheiten mal 2 ( $k = 2$ ). Zu Details siehe Anhang.

Druck in kPa	100 Torr-CDG / DKM	100 Torr-CDG / FRS	100 Torr-CDG / QBS	1000 Torr-CDG / DKM	1000 Torr-CDG / FRS	1000 Torr-CDG / QBS
0,03		$1,5 \cdot 10^{-3}$				
0,1		$5,9 \cdot 10^{-4}$				
1		$4,1 \cdot 10^{-4}$	$2,1 \cdot 10^{-3}$		$6,0 \cdot 10^{-4}$	$2,1 \cdot 10^{-3}$
3	$4,3 \cdot 10^{-4}$	$4,0 \cdot 10^{-4}$	$8,2 \cdot 10^{-4}$	$4,3 \cdot 10^{-4}$	$4,1 \cdot 10^{-4}$	$8,2 \cdot 10^{-4}$
10	$4,2 \cdot 10^{-4}$	$4,0 \cdot 10^{-4}$	$5,1 \cdot 10^{-4}$	$4,2 \cdot 10^{-4}$	$4,0 \cdot 10^{-4}$	$5,1 \cdot 10^{-4}$
30				$4,2 \cdot 10^{-4}$	$4,0 \cdot 10^{-4}$	$4,3 \cdot 10^{-4}$
100				$4,2 \cdot 10^{-4}$		$4,2 \cdot 10^{-4}$

## 5.5 Kalibrierschein

Der Kalibrierschein wird gemäß der jeweils gültigen Vorlage, die auf den Rechnernetzen der PTB (z. B. Intranet, Abteilung Z, Dokumentvorlagen) zur Verfügung steht, erstellt. Er enthält über die allgemein verbindlichen Angaben hinaus folgende spezifische Angaben:

- Betriebsbedingungen des Geräts bei der Kalibrierung (Membranvakuummeter: Lage des Messkopfes zur Erdoberfläche bei der Kalibrierung, Schalterstellungen für Response und Multiplikationsfaktor, Temperaturkompensation, Average etc.)
- Raumtemperatur
- Messergebnisse

Kopien des Kalibrierscheines werden

- beim Bearbeiter
- fortlaufend in der zentralen Ablage im Raum 20 aufbewahrt.

Beispiele von Kalibrierscheinen befinden sich im Anhang.

## 6 Validierung

Da der direkte Vergleich von Vakuummessgeräten in diesem Druckbereich keine Probleme bezüglich Druckhomogenität macht (viskose Strömung), genügt für eine Validierung der Nachweis der Rückführung der Sekundärnormale auf Primärnormale.

## 7 Ergebnisse von Vergleichen

DKM und QBS gelten nicht als Primärnormale der PTB und dürfen daher nicht als solche an Key comparisons teilnehmen. Beim Key comparison CCM.P-K4 (1998) von 1 Pa bis 1000 Pa wurde jedoch der optionelle Bereich 1000 Pa bis 10 000 Pa dazu genutzt, das Drehkolbenmanometer in den Vergleich einzubeziehen (siehe 7.3-AA-SE2). Bis 10 000 Pa war die Übereinstimmung mit dem Referenzwert  $y$  hervorragend (siehe Ordner CCM.P.K4 in FOE 226,  $E_n < 0,5$ ). Im final report sind diese Ergebnisse nicht dargestellt.

Die Druckwaage FRS5 soll dagegen von 30 Pa bis 1000 Pa als Primärnormal anerkannt werden und in diesem Bereich das Primärnormal SE2 ersetzen. Für das FRS5 wurde zum Nachweis der richtigen Messung vor Ort und als zusätzlicher Nachweis der Druckunabhängigkeit des effektiven Querschnitts ein Vergleich mit dem tschechischen Staatsinstitut CMI vorgenommen (Mai/Juni 2006, siehe [2]). Die Ergebnisse der FRS5 und des FPG des CMI waren im Rahmen der Unsicherheiten äquivalent ( $E_n < 0,5$ ).

## 8 Mitgeltende Unterlagen

**Tabelle 5:** Mitgeltende Unterlagen, die diese AA betreffen.

Kurzbez. QM-7.23-	Inhalt	Ausgabe	Ort
QSV-SE2-97	Bedienungsanleitung für SE2	Juni 1997	FOE-226 Hänge- register, FOE-021
QSG-SE2	Betriebsanleitungen zu SE2	fortlaufend	FOE-020 und FOE-021
QSGN	Interne Kalibrierscheine	fortlaufend	FOE-020
QSE-FRS-06-1	Darstellung der Druckskala im Bereich 30 Pa bis 10 kPa	Oktober 2006	FOE-020 (QSE-Ordner)

## 9 Literatur

- [1] W. Jitschin, J. K. Migwi and G. Grosse: Pressures in the high and medium vacuum range by a series expansion standard. *Vacuum* **40** (1990), 293–304.
- [2] Karl Jousten, Thomas Bock, Dominik Pražák, Zdeněk Krajíček: Final report on the supplementary comparison Euromet.M.P-S2 (bilateral comparison) in the pressure range from 30 Pa to 7000 Pa, *Metrologia* **44** (2007), 07007.

# 10 Anhang: Messunsicherheitsbudgets für verschiedene Geräte und Beispielkalibrierschein

## CDG 10-Torr MKS Baratron 5 1/2 Stellen mit FRS

$p/\text{Pa}$	$p/\text{mbar}$	PTB/FRS rel.	PTB/FRS mbar	Digitalis. mbar	Repeat. rel.	Repeat. mbar	Nullpunkt mbar	Gesamt mbar	Gesamt rel.	$k = 2$
$3,00 \cdot 10^1$	$3,0 \cdot 10^{-1}$	$7,17 \cdot 10^{-4}$	$2,15 \cdot 10^{-2}$	$2,90 \cdot 10^{-5}$	$2,00 \cdot 10^{-4}$	$6,00 \cdot 10^{-3}$	$2,90 \cdot 10^{-5}$	$2,2 \cdot 10^{-2}$	$7,4 \cdot 10^{-4}$	$1,49 \cdot 10^{-3}$
$1,00 \cdot 10^2$	$1,0 \cdot 10^0$	$2,17 \cdot 10^{-4}$	$2,17 \cdot 10^{-2}$	$2,90 \cdot 10^{-5}$	$2,00 \cdot 10^{-4}$	$2,00 \cdot 10^{-2}$	$2,90 \cdot 10^{-5}$	$2,9 \cdot 10^{-2}$	$2,9 \cdot 10^{-4}$	$5,90 \cdot 10^{-4}$
$1,00 \cdot 10^3$	$1,0 \cdot 10^1$	$3,21 \cdot 10^{-5}$	$3,21 \cdot 10^{-2}$	$2,90 \cdot 10^{-4}$	$2,00 \cdot 10^{-4}$	$2,00 \cdot 10^{-1}$	$2,90 \cdot 10^{-4}$	$2,0 \cdot 10^{-1}$	$2,0 \cdot 10^{-4}$	$4,05 \cdot 10^{-4}$

### Erläuterungen:

$p/\text{Pa}$	Eingestellter Druck in Pa
$p/\text{mbar}$	Eingestellter Druck in mbar

### Unsicherheit durch Primärnormal FRS5

PTB/FRS rel.	Relative Unsicherheit des eingestellten Drucks
PTB/FRS mbar	Unsicherheit des eingestellten Drucks in mbar

### Unsicherheit durch Gerät

Digitalis.	Unsicherheit durch Digitalisierung: 0,29 mal letzte Digit-Stelle
Repeat. rel.	Relative Wiederholpräzision ermittelt durch die mittlere Standardabweichung der Kalibrierwerte von einer Ausgleichskurve
Nullpunkt mbar	Unsicherheit durch Nullpunktschwankungen, Nullpunktdrift, einschl. durch Temp.-Änderungen
Gesamt mbar	Gesamtunsicherheit in mbar (Wurzel aus obigen Varianzen)
Gesamt rel.	relative Gesamtunsicherheit
$k = 2$	relative Gesamtunsicherheit mal 2 ( $k = 2$ )

**Zusätzliche Unsicherheiten, die keine Rolle bei »Best Meas. Capabilities« spielen, aber bei der weiteren Verwendung als Messgerät**

Unsicherheit der thermischen

Transpiration bei  $u(T) = 0,3 \text{ K}$ 

druckabhängig, z. B. 0,05 % bei 0,1 Pa

Temperatureinfluss (0,3 K) auf

Messkopf (Nullpunktdrift)

 $4,00 \cdot 10^{-6} \text{ mbar}$ 

Temperatureinfluss (1 K) auf

Messverstärker

 $2,00 \cdot 10^{-5} \text{ relativ}$ 

Langzeitstabilität

 $1,00 \cdot 10^{-3} \text{ relativ}$

**Physikalisch-Technische Bundesanstalt**

Braunschweig und Berlin

**Kalibrierschein***Calibration Certificate*

Gegenstand:  
*Object:* Ionisationsvakuummeter

Hersteller:  
*Manufacturer:* Leybold, Keithley

Typ:  
*Type:* BAG IE414    Ionivac IM 520 mod    EM 6517A

Kennnummer:  
*Serial number:* 239    D891100139    0686639

Auftraggeber:  
*Applicant:* Oerlikon Leybold Vakuum GmbH  
Bonner Str. 498  
50968 Köln

Anzahl der Seiten:  
*Number of pages:* 4

Geschäftszeichen:  
*Reference No.:* 7.5-1.6-14-2-14

Kalibrierzeichen:  
*Calibration mark:* 75024 PTB 14

Datum der Kalibrierung:  
*Date of calibration:* 2014-05-07

Im Auftrag:  
*By order:* Berlin, 2014-05-08

Bearbeiter:  
*Examiner:*

Siegel  
*Seal*

Dr. K. Jousten

Th. Bock

391 008 k

Kalibrierscheine ohne Unterschrift und Siegel haben keine Gültigkeit. Dieser Kalibrierschein darf nur unverändert weiterverbreitet werden. Auszüge bedürfen der Genehmigung der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt.  
*Calibration certificates without signature and seal are not valid. This calibration certificate may not be reproduced other than in full. Extracts may be taken only with permission of the Physikalisch-Technische Bundesanstalt.*

## Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Seite 2 zum Kalibrierschein vom 2014-05-08, Kalibrierzeichen: 75024 PTB 14

Page 2 of calibration certificate of 2014-05-08, calibration mark: 75024 PTB 14

### 1. Beschreibung des Kalibriergegenstandes

Das Ionisationsvakuummeter wurde unter Atmosphärendruck transportiert. Es war in ein DN 35 CF Rohrstück ( $\varnothing$  39 mm) eingebaut, welches mit einer PVC- Schutzkappe gegen Verunreinigung geschützt war. Die Messleitungen waren bereits am Sensor angebracht. Das Netzgerät (IM 520 mod) wurde vom Auftraggeber nach eigenen vorliegenden Erkenntnissen modifiziert. Der Emissionsstrom ist im Messbetrieb gegenüber der Sandardausführung (0,6 mA) auf einen Nennwert von 0,3 mA reduziert worden. Ein auf der Rückseite angebrachter Schalter ermöglicht es, den Emissionsstrom auf 5 mA zu erhöhen. Dieser wird während des Reinigungsprozesses (sputtern) genutzt.

### 2. Versuchsbedingungen und Versuchsdurchführung

Der Sensor war so mit dem Messraum verbunden, dass der Sockel der Messröhre nach oben zeigte. Die Messröhre wurde 120 h lang bei einer Temperatur von 180 °C ausgeheizt und anschließend bei 100 °C 10 min degased. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur, einem einstündigen Betrieb mit einem Emissionstrom von 5 mA bei  $5 \cdot 10^{-5}$  mbar (Argon) und einer Wartezeit von 24 h betrug der vom Messverstärker angezeigte Reststrom  $(2,1 \pm 0,1) \cdot 10^{-12}$  A; das Steuergerät IM520 zeigte  $(2,5 \pm 0,1) \cdot 10^{-10}$  mbar an. Die Kalibrierung wurde mit den folgenden Einstellungen durchgeführt:

- display: mbar
- average: 20
- range: manuel

Desweiteren wurden folgende Messbereiche des Elektrometers in den entsprechenden nominalen Druckbereichen  $p$  benutzt:

- $3 \cdot 10^{-9} \text{ mbar} \leq p < 3 \cdot 10^{-8} \text{ mbar}$ : 200 pA
- $5 \cdot 10^{-8} \text{ mbar} \leq p < 9 \cdot 10^{-8} \text{ mbar}$ : 2 nA
- $3 \cdot 10^{-7} \text{ mbar} \leq p < 9 \cdot 10^{-7} \text{ mbar}$ : 20 nA
- $3 \cdot 10^{-6} \text{ mbar} \leq p < 3 \cdot 10^{-5} \text{ mbar}$ : 200 nA
- $p \geq 5 \cdot 10^{-5} \text{ mbar}$ : 2  $\mu$ A

Die Kalibrierung wurde an den fundamental arbeitenden Anlagen des Fachlaboratoriums für Vakuummetrologie der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) im Bereich von  $3 \cdot 10^{-9}$  mbar bis  $9 \cdot 10^{-5}$  mbar mit je drei Messpunkten pro Dekade kalibriert. Als Prüfgas wurde Stickstoff benutzt. Es wurde das Prinzip der kontinuierlichen Expansion am Primärnormal CE3 angewandt. Die Raumtemperatur  $\theta$  betrug 22,6 °C mit einer Schwankungsbreite über den gesamten Messtag von  $\pm 0,1$  °C.

### 3. Ergebnis der Kalibrierung

Die Berechnung der Röhrenkonstante  $S$  erfolgte nach folgender Beziehung:

$$S = \frac{I_C - I_R}{I_e P_{cal}}$$

Mit:



## Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Seite 3 zum Kalibrierschein vom 2014-05-08, Kalibrierzeichen: 75024 PTB 14

Page 3 of calibration certificate of 2014-05-08, calibration mark: 75024 PTB 14

$I_C$ : Kollektorstrom

$I_R$ : Reststrom bei Enddruck

$I_e$ : Emissionsstrom ( $0,3046 \pm 0,0004$ ) mA

$p_{cal}$ : Kalibrierdruck

Die Röhrenkonstante  $S(\theta_{ch})$  bei der Raumtemperatur  $\theta_{ch}$  in Grad Celsius ergibt sich aus:

$$S(\theta_{ch}) = S(T_0) \frac{T_0}{\theta_{ch} + 273,15}$$

mit  $T_0 = 295,8$  K.

$p_{cal}$ mbar	$I_C$ A	$I_R$ A	$I_C - I_R$ A	$S$ 1/mbar	$U(k = 2)$
$3,002 \cdot 10^{-9}$	$1,97 \cdot 10^{-11}$	$2,1 \cdot 10^{-12}$	$1,75 \cdot 10^{-11}$	19,2	$2,4 \cdot 10^{-2}$
$5,122 \cdot 10^{-9}$	$3,22 \cdot 10^{-11}$	$1,9 \cdot 10^{-12}$	$3,03 \cdot 10^{-11}$	19,4	$2,2 \cdot 10^{-2}$
$8,947 \cdot 10^{-9}$	$5,50 \cdot 10^{-11}$	$1,6 \cdot 10^{-12}$	$5,34 \cdot 10^{-11}$	19,6	$2,2 \cdot 10^{-2}$
$3,001 \cdot 10^{-8}$	$1,76 \cdot 10^{-10}$	$1,6 \cdot 10^{-12}$	$1,75 \cdot 10^{-10}$	19,1	$2,2 \cdot 10^{-2}$
$4,955 \cdot 10^{-8}$	$2,93 \cdot 10^{-10}$	$8,0 \cdot 10^{-13}$	$2,92 \cdot 10^{-10}$	19,3	$2,2 \cdot 10^{-2}$
$8,690 \cdot 10^{-8}$	$5,11 \cdot 10^{-10}$	$5,0 \cdot 10^{-13}$	$5,10 \cdot 10^{-10}$	19,3	$2,2 \cdot 10^{-2}$
$2,971 \cdot 10^{-7}$	$1,75 \cdot 10^{-9}$	$6,5 \cdot 10^{-13}$	$1,75 \cdot 10^{-9}$	19,3	$2,2 \cdot 10^{-2}$
$5,006 \cdot 10^{-7}$	$2,92 \cdot 10^{-9}$	$1,5 \cdot 10^{-12}$	$2,92 \cdot 10^{-9}$	19,1	$2,2 \cdot 10^{-2}$
$8,887 \cdot 10^{-7}$	$5,18 \cdot 10^{-9}$	$5,0 \cdot 10^{-13}$	$5,18 \cdot 10^{-9}$	19,1	$2,0 \cdot 10^{-2}$
$2,890 \cdot 10^{-6}$	$1,68 \cdot 10^{-8}$	$2,5 \cdot 10^{-12}$	$1,68 \cdot 10^{-8}$	19,1	$2,0 \cdot 10^{-2}$
$4,860 \cdot 10^{-6}$	$2,82 \cdot 10^{-8}$	$4,8 \cdot 10^{-12}$	$2,82 \cdot 10^{-8}$	19,1	$2,0 \cdot 10^{-2}$
$8,770 \cdot 10^{-6}$	$5,12 \cdot 10^{-8}$	$7,0 \cdot 10^{-12}$	$5,12 \cdot 10^{-8}$	19,2	$2,0 \cdot 10^{-2}$
$2,935 \cdot 10^{-5}$	$1,72 \cdot 10^{-7}$	$9,0 \cdot 10^{-12}$	$1,72 \cdot 10^{-7}$	19,3	$2,0 \cdot 10^{-2}$
$4,874 \cdot 10^{-5}$	$2,86 \cdot 10^{-7}$	$-1,0 \cdot 10^{-9}$	$2,87 \cdot 10^{-7}$	19,3	$2,0 \cdot 10^{-2}$
$8,765 \cdot 10^{-5}$	$5,14 \cdot 10^{-7}$	$-1,0 \cdot 10^{-9}$	$5,15 \cdot 10^{-7}$	19,3	$2,0 \cdot 10^{-2}$

#### 4. Unsicherheit der Kalibrierung

Angegeben ist die erweiterte Messunsicherheit, die sich aus der Standardmessunsicherheit durch Multiplikation mit dem Erweiterungsfaktor  $k = 2$  ergibt. Sie wurde gemäß dem „Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement“ (ISO, 1995) ermittelt. Der Wert der Messgröße liegt im Regelfall mit einer Wahrscheinlichkeit von annähernd 95 % im zugeordneten Werteintervall.

## Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Seite 4 zum Kalibrierschein vom 2014-05-08, Kalibrierzeichen: 75024 PTB 14

Page 4 of calibration certificate of 2014-05-08, calibration mark: 75024 PTB 14

**Die Physikalisch-Technische Bundesanstalt** (PTB) in Braunschweig und Berlin ist das nationale Metrologieinstitut und die technische Oberbehörde der Bundesrepublik Deutschland für das Messwesen und Teile der Sicherheitstechnik. Die PTB gehört zum Dienstbereich des Bundesministeriums für Wirtschaft und Energie. Sie erfüllt die Anforderungen an Kalibrier- und Prüflaboratorien auf der Grundlage der DIN EN ISO/IEC 17025.

Zentrale Aufgabe der PTB ist es, die gesetzlichen Einheiten in Übereinstimmung mit dem Internationalen Einheitensystem (SI) darzustellen, zu bewahren und – insbesondere im Rahmen des gesetzlichen und industriellen Messwesens – weiterzugeben. Die PTB steht damit an oberster Stelle der metrologischen Hierarchie in Deutschland. Kalibrierscheine der PTB dokumentieren die Rückführung des Kalibriergegenstandes auf nationale Normale.

Dieser Ergebnisbericht ist in Übereinstimmung mit den Kalibrier- und Messmöglichkeiten (CMCs), wie sie im Anhang C des gegenseitigen Abkommens (MRA) des Internationalen Komitees für Maße und Gewichte enthalten sind. Im Rahmen des MRA wird die Gültigkeit der Ergebnisberichte von allen teilnehmenden Instituten für die im Anhang C spezifizierten Messgrößen, Messbereiche und Messunsicherheiten gegenseitig anerkannt (nähere Informationen unter <http://www.bipm.org>).



**The Physikalisch-Technische Bundesanstalt** (PTB) in Braunschweig and Berlin is the National Metrology Institute and the highest technical authority of the Federal Republic of Germany for the field of metrology and certain sectors of safety engineering. The PTB comes under the auspices of the Federal Ministry of Economics and Energy. It meets the requirements for calibration and testing laboratories as defined in the EN ISO/IEC 17025.

It is fundamental task of the PTB to realize and maintain the legal units in compliance with the International System of Units (SI) and to disseminate them, above all within the framework of legal and industrial metrology. The PTB thus is on top of the metrological hierarchy in Germany. Calibration certificates issued by it document that the object calibrated is traceable to national standards.

This certificate is consistent with Calibration and Measurement Capabilities (CMCs) that are included in Appendix C of the Mutual Recognition Arrangement (MRA) drawn up by the International Committee for Weights and Measures (CIPM). Under the MRA, all participating institutes recognize the validity of each other's calibration and measurement certificates for the quantities, ranges and measurements uncertainties specified in Appendix C (for details see <http://www.bipm.org>).

---

Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Bundesallee 100  
38116 Braunschweig  
DEUTSCHLAND

Abbestraße 2–12  
10587 Berlin  
DEUTSCHLAND