

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

Inhaltsverzeichnis

1	Zweck und Geltungsbereich	2
2	Begriffe und Abkürzungen	2
3	Räumlichkeiten und Umgebungsbedingungen	2
4	Gerätetechnische Gegebenheiten	2
4.1	Kalibriermethode	2
4.2	Qualitätsanforderungen	2
4.3	Kalibriereinrichtung	3
4.4	Normale und Messmittel	4
5	Kalibrierverfahren	4
5.1	Vorbereiten der Prüflinge	4
5.2	Qualitätsanforderungen	5
5.3	Durchführung und Auswertung der Kalibrierung	6
5.4	Messunsicherheit der Kalibrierwerte	7
5.5	Kalibrierschein	7
6	Validierung	8
7	Ergebnisse von Vergleichen	8
8	Aufzeichnungs- und Ablagesystem (Aktenordnung)	8
9	Literatur	8
10	Anhang: Messunsicherheitsbudgets für verschiedene Geräte und Beispielkalibrierschein	8

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 13
am:	am:	am:			

1 Zweck und Geltungsbereich**2 Begriffe und Abkürzungen****3 Räumlichkeiten und Umgebungsbedingungen****4 Gerätetechnische Gegebenheiten****4.1 Kalibriermethode****4.2 Qualitätsanforderungen**

4.3 Kalibriereinrichtung

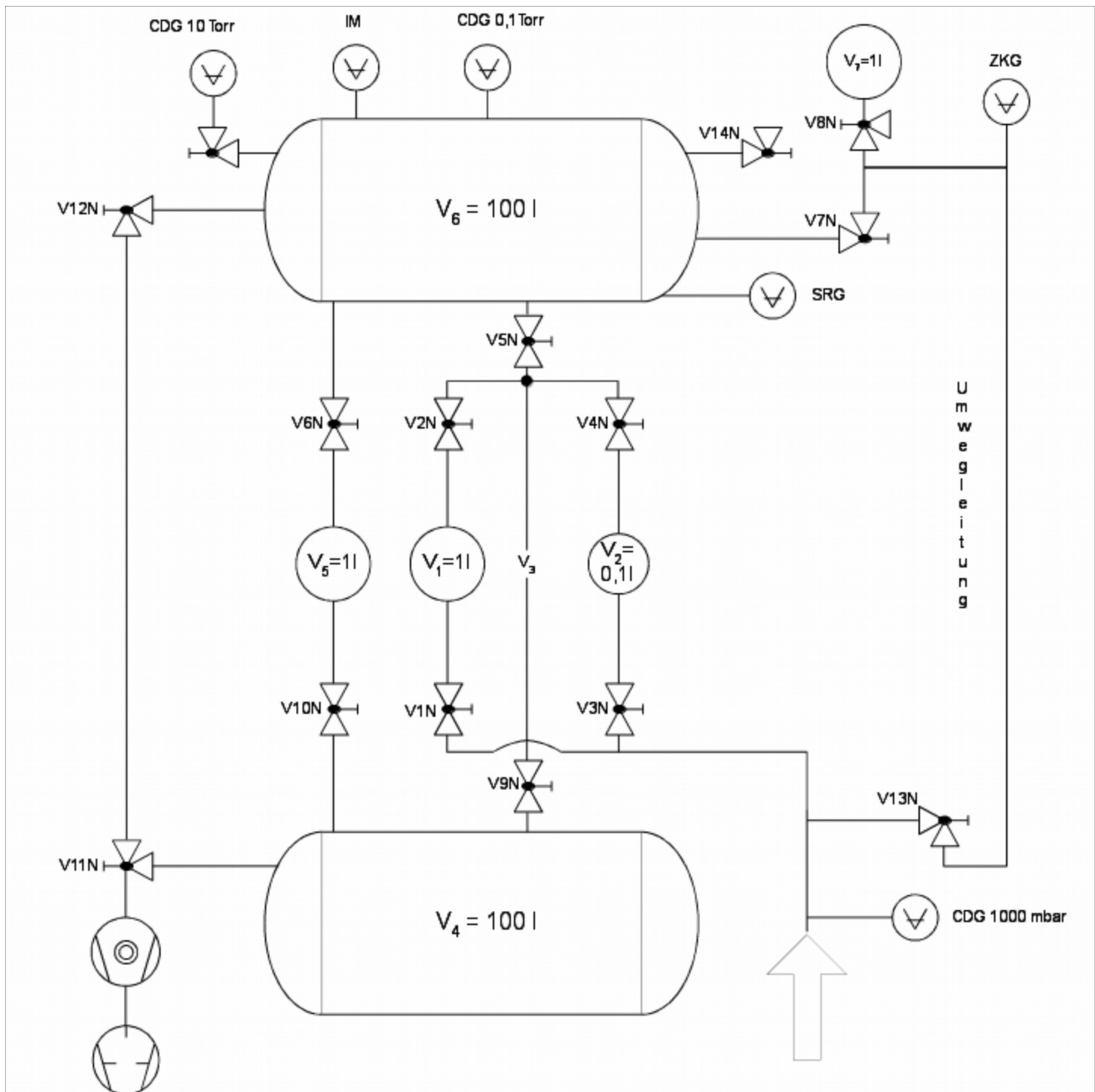


Abbildung 1: Schemazeichnung der Kalibriereinrichtung für den direkten Vergleich (ZKG = zu kalibrierendes Gerät). Das Primärnormal SE2 wird als Expansionssystem nicht genutzt, lediglich dessen Druckmessgeräte (am Gaseinlass) und die Tischplatte zur Montage des ZKG. Als Gaseinlass können QBS, DKM und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

4.4 Normale und Messmittel

5 Kalibrierverfahren

5.1 Vorbereiten der Prüflinge

5.2 Qualitätsanforderungen

5.3 Durchführung und Auswertung der Kalibrierung

5.4 Messunsicherheit der Kalibrierwerte

Über die angegebene Unsicherheit des dargestellten Drucks hinaus, sind bei Kapazitätsvakuummeter Typ MKS Baratron mit verschiedenen Vollausschlägen 100 Torr und 1000 Torr. Angegeben sind die relativen Gesamtunsicherheiten mal 2 ($k = 2$). Zu Details siehe Anhang.

- 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:

Tabelle 1: »Best Measurement Capabilities«, kalibriert mit DKM, FRS5 oder QBS für Kapazitätsvakuummeter Typ MKS Baratron 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
0,003		$1,5 \cdot 10^{-3}$				
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				$4,2 \cdot 10^{-4}$		$4,2 \cdot 10^{-4}$

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.

5.5 Kalibrierschein

6 Validierung

7 Ergebnisse von Vergleichen

8 Aufzeichnungs- und Ablagesystem (Aktenordnung)

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/Pa	p/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/Pa	Eingestellter Druck in Pa
p/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
Repeat. mbar	dito. in mbar
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	$2,00 \cdot 10^{-5}$ relativ
Langzeitstabilität	$1,00 \cdot 10^{-3}$ relativ

Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Braunschweig und Berlin



Kalibrierschein

Calibration Certificate

Gegenstand: <i>Object:</i>	Ionisationsvakuummeter		
Hersteller: <i>Manufacturer:</i>	Leybold, Keithley		
Typ: <i>Type:</i>	BAG IE414	Ionivac IM 520 mod	EM 6517A
Kennnummer: <i>Serial number:</i>	239	D891100139	0686639
Auftraggeber: <i>Applicant:</i>	Oerlikon Leybold Vakuum GmbH Bonner Str. 498 50968 Köln		
Anzahl der Seiten: <i>Number of pages:</i>	4		
Geschäftszeichen: <i>Reference No.:</i>	7.5-1.6-14-2-14		
Kalibrierzeichen: <i>Calibration mark:</i>	75024 PTB 14		
Datum der Kalibrierung: <i>Date of calibration:</i>	2014-05-07		
Im Auftrag: <i>By order:</i>	Berlin, 2014-05-08	Bearbeiter: <i>Examiner:</i>	
	Siegel <i>Seal</i>		
391 008 k Dr. K. Jousten			Th. Bock

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 μ 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 θ 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 θ_{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