

Vakuumtechnik

Kalibrieren von Vakuummetern im Bereich von 10^{-3} bis 10^{-7} mbar

Allgemeines Verfahren: Druckerniedrigung durch beständige Strömung

DIN
28 416

Vacuum technology; calibration of vacuum gauges within the range of 10^{-3} to 10^{-7} mbar;
General method: pressure reduction by continuous flow

Technique du vide; étalonnage des manomètres à vide de la gamme de pression 10^{-3} à 10^{-7} mbar;
Méthode générale; réduction de la pression par courant permanent

Zusammenhang mit dem von der International Organization for Standardization (ISO) herausgegebenen Norm-Entwurf ISO/DIS 3570/I, siehe Erläuterungen.

Inhalt

	Seite		Seite
1 Geltungsbereich	1	5 Bestimmung des Saugvermögens S	2
2 Häufig verwendete Formelzeichen	1	6 Bestimmung des pV-Durchflusses Q	3
3 Allgemeine Bedingungen für die Herstellung eines Kalibrierdruckes nach Gleichung (1)	1	7 Fehlerbestimmung	4
4 Voraussetzungen für die Anwendbarkeit der Gleichung (1)	2	8 Durchführung der Kalibrierung	4
		9 Kalibriergase	5
		10 Kalibrierungsbericht	5

1 Geltungsbereich

Diese Norm beschreibt Kalibrierungsverfahren im Druckbereich von 10^{-3} bis 10^{-7} mbar¹⁾. Mit der hier beschriebenen Methode ist es möglich, sowohl Total- als auch Partialdruck-Meßgeräte zu kalibrieren. Im folgenden ist das „allgemeine Verfahren“, welches die „Druckerniedrigung durch beständige Strömung“ verwendet, eine der möglichen Kalibrierungsverfahren für den angegebenen Druckbereich, bei welchem der Druck des Kalibrierergases p ausgedrückt wird als Verhältnis des pV-Durchflusses Q des Kalibrierergases und dem Saugvermögen S der Vakuumpumpenanordnung am Kalibriergefäß.

2 Häufig verwendete Formelzeichen

- p_B Druck im Volumen zwischen Blende und Vakuumpumpenanordnung
- p_0 Druck des Gases im pV-Durchflußmesser
- p Druck des Kalibrierergases im Kalibriergefäß
- p^* Berechneter Druck, der am zu kalibrierenden Gerät angezeigt werden muß, wenn sich die Kalibrierung auf eine Temperatur T_0 beziehen soll
- Q pV-Durchfluß bei der Temperatur T_Q gemessen
- S Saugvermögen der Vakuumpumpenanordnung am Kalibriergefäß
- L berechneter Strömungsleitwert der Blende im Kalibriergefäß
- S_p gemessenes Saugvermögen der Vakuumpumpenanordnung
- T_0 thermodynamische Temperatur, auf die die Kalibrierung zu beziehen ist

T_C thermodynamische Temperatur des Kalibriergefäßes einschließlich dessen Blende; bei dieser Temperatur wird die Kalibrierung wirklich durchgeführt

T_Q thermodynamische Temperatur des pV-Durchflusses; bei dieser Temperatur wird der pV-Durchfluß gemessen

A_L Fläche der Lochblende

$\bar{c}$ mittlere thermische Geschwindigkeit der Teilchen

R Gaskonstante

M molare Masse (siehe DIN 1315 und ISO/R 1777)

K_1 Clausing-Faktor zur Berücksichtigung der Blendendicke

K_2 Korrekturfaktor für die Berücksichtigung der mittleren freien Weglänge der Gasteilchen

r Radius der Lochblende

l mittlere freie Weglänge der Gasteilchen

3 Allgemeine Bedingungen für die Herstellung eines Kalibrierdruckes nach Gleichung (1)

Ein Meßgerät wird im allgemeinen durch Vergleich mit einem absoluten Meßgerät kalibriert. Ein absolutes Meßgerät führt die Messung der physikalischen Größe auf einfache Messungen von Basisgrößen (Länge, Masse, Zeit) zurück. Im Druckbereich von 10^{-3} bis 10^{-7} mbar gibt es bisher kein hinreichend genaues absolutes Meßgerät. Deshalb wird in das Kalibriergefäß, an das das zu kalibrierende Meßgerät angeschlossen ist, Gas mit einem genau bekannten pV-Durch-

¹⁾ 1 mbar = 100 Pa = 0,75 Torr

Fortsetzung Seite 2 bis 7
Erläuterungen Seite 8

Fachnormenausschuß Vakuumtechnik (FNV) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, gestattet.

fluß Q eingelassen und durch eine Gassenke genau bekannten Saugvermögens S abgepumpt. Unter Beachtung der in Abschnitt 4 festgelegten Voraussetzungen gilt für den Druck p im Kalibriergefäß

$$p = \frac{Q}{S}, \quad (1)$$

wenn sich alle Teile der Kalibriereinrichtung auf gleicher Temperatur befinden. Diese dynamische Methode, bei der das Gas stationär durch die Apparatur strömt, hat gegenüber den anderen Methoden den Vorteil, daß – nach einer hinreichend langen Einstellzeit – Fehler durch Absorption oder Desorption vernachlässigbar klein gemacht werden können [1–8].

4 Voraussetzungen für die Anwendbarkeit der Gleichung (1)

Die Gleichung (1) gilt streng nur für den Fall einer ungestörten Verteilungsfunktion der Gasmoleküle im Kalibriergefäß. Die Störung dieser Verteilung, die sowohl durch den Gaseinlaß, als auch durch das Abpumpen verursacht wird, wirkt in den folgenden drei Weisen einschränkend auf die Anwendbarkeit von Gleichung (1) ein:

- a) der Gasdruck p im Kalibriergefäß ist im Sinne der statistischen Mechanik nicht mehr streng definiert,
- b) die Gasdichte ist nicht mehr überall gleich groß,
- c) die Berechnung des Strömungsleitwertes der Blende aus geometrischen Daten bedarf einer gaskinetischen Korrektur.

Es ist möglich, die Störung in dem Idealfall klein zu halten, wenn die Moleküle in eine Kugel eingetreten sind und wenn sie dem Cosinus-Gesetz (Lambert'schen Gesetz) folgen. Es ist leicht zu zeigen – vorausgesetzt, daß das Cosinus-Gesetz angewendet werden kann – daß die Flächenstoßhäufigkeit der Moleküle auf der inneren Oberfläche des Kalibriergefäßes konstant und eine einfache Funktion der Oberfläche der Lochblende und der inneren Oberfläche der Kugel ist.

Um die Fehler durch Störung der Verteilungsfunktion der Moleküle klein zu halten, ergeben sich die Forderungen nach den Abschnitten 4.1 bis 4.4.

4.1 Verhältnis Querschnitt der Lochblende zu Oberfläche des Kalibriergefäßes

Das Kalibriergefäß soll die Form einer Kugel oder eines geraden Kreiszylinders haben. Für die Bestimmung der Abmessungen eines Systems mit einem geraden Kreiszylinder soll man die Fläche der größten eingeschriebenen Kugel verwenden.

Das Verhältnis des Querschnittes der Lochblende zur inneren Oberfläche der eingeschriebenen Kugel des Kalibriergefäßes soll kleiner als 1:1000 sein. Die Blende der Vakuumpumpenanordnung soll auf der Oberfläche der eingeschriebenen Kugel liegen. Der Raum zwischen Blende und Vakuumpumpenanordnung soll etwa so groß sein wie das Kalibriergefäß oder sogar größer, um sicherzustellen, daß auch in diesem die Rückdiffusion²⁾ des Kalibriergases bestimmen Gebiete eine ungestörte Geschwindigkeitsverteilung³⁾ herrscht (siehe Abschnitt 5.6).

Die Bedingungen für das Verhältnis des Querschnittes der Blende zu der Oberfläche des Kalibriergefäßes schließt eine Grenze der Desorptionsrate q des verwendeten Werkstoffes ein. Der erreichbare Enddruck p_{ult} des verbleibenden Restgases ist gegeben durch die Gleichung

$$p_{\text{ult}} = 1000 \frac{q}{\frac{1}{4} \cdot \bar{c}} \quad (2)$$

Dieser Wert soll geringer sein als 1% des niedrigsten für die Kalibrierung verwendeten Druckes.

4.2 Anordnung des Gaseinlasses

Das Gas muß so eingelassen werden, daß weder die Blenden noch die zu kalibrierenden Meßgeräte oder die Anschlüsse hierzu von den eingelassenen Gasmolekülen getroffen werden, bevor diese nicht mindestens einmal die Wand getroffen haben.

4.3 Anordnung der zu kalibrierenden Meßgeräte

Die zu kalibrierenden Meßgeräte sollen auf dem Äquator der Kugel bzw. der eingeschriebenen Kugel des Kalibriergefäßes liegen, wenn die Lochblende auf einem Pol dieser Kugel liegt.

4.4 Temperatur-Korrektion bezogen auf den Kalibrierungsdruck

Falls die Einrichtung zum Messen des pV-Durchflusses Q sich auf der thermodynamischen Temperatur T_Q , das Kalibriergefäß und damit die Lochblende sich auf der thermodynamischen Temperatur T_C befinden, die Kalibrierung aber auf die thermodynamische Temperatur T_0 bezogen werden soll, so gilt an Stelle von Gleichung (1)

- a) für ein Meßgerät, das auf den Druck des Gases reagiert:

$$p^* = \frac{Q}{S(T_0)} \cdot \frac{\sqrt{T_0 \cdot T_C}}{T_Q} \quad (3)$$

- b) für ein Meßgerät, das auf die Dichte des Gases reagiert:

$$p^* = \frac{Q}{S(T_0)} \cdot \frac{T_0}{T_Q} \cdot \sqrt{\frac{T_0}{T_C}} \quad (4)$$

Die Gleichungen (3) und (4) geben die Drücke p^* an, die an den zu kalibrierenden Meßgeräten angezeigt werden müssen, wenn sich die Kalibrierung auf T_0 beziehen soll.

5 Bestimmung des Saugvermögens S

Das Saugvermögen S im Kalibriergefäß wird berechnet aus den Abmessungen der kreisförmigen Lochblende und dem gemessenen effektiven Saugvermögen der Vakuumpumpenanordnung. Das Saugvermögen S bei der Temperatur T bestimmt sich aus:

$$S(T) = L \cdot \frac{1}{1 + \frac{L}{S_p}} \quad (5)$$

Der Strömungsleitwert L der Lochblende wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$L = A_L \cdot \frac{\bar{c}}{4} \cdot K_1 \cdot K_2 \quad (6)$$

$$\bar{c} = \sqrt{\frac{8 \cdot R \cdot T}{\pi \cdot M}} \quad (7)$$

Um das Saugvermögen mit genügender Genauigkeit bestimmen zu können, sollen die Forderungen nach den Abschnitten 5.1 bis 5.7 erfüllt sein.

5.1 Bestimmung der Blendenfläche

Die Fläche der Lochblende A_L soll auf 0,1% bestimmt werden.

5.2 Bestimmung der thermodynamischen Temperatur des Kalibriergefäßes

Die thermodynamische Temperatur T_C des Kalibriergefäßes und damit der Lochblende soll während der Dauer einer Messung auf einen konstanten Wert gehalten werden, was vorteilhaft durch einen Flüssigkeitskreislauf erreicht wird. Die thermodynamische Temperatur T_C soll auf etwa $\pm 0,3$ K, d. h. $\pm 0,1\%$ bei 300 K, gemessen werden.

²⁾ Begriffe siehe DIN 28400 Teil 1 bis Teil 3

³⁾ Siehe ISO/R 1777

5.3 Verhältnis Dicke zum Durchmesser der Lochblende

Die Dicke der Lochblende soll kleiner als $\frac{1}{50}$ des Durchmessers der Lochblende sein. Der Einfluß der Dicke wird durch den Clausing-Faktor K_1 berücksichtigt, der aus einer Tabelle zu entnehmen ist [11, 12]. Die Einzelheiten der Anordnung der Lochblende sind in Bild 2 dargestellt. Die Befestigungseinrichtung der Lochblende darf nicht in den Raum hineinragen, der durch die oberhalb und unterhalb der Lochblende eingeschriebenen Kugeln eingeschlossen wird.

5.4 Verhältnis Blendenradius zu mittleren freien Weglänge der Gasteilchen

Ist bei den höchsten zum Kalibrieren benutzten Drücken die mittlere freie Weglänge der Gasteilchen $\bar{l}$ nicht mehr sehr groß gegenüber dem Radius r der Lochblende, so wird diese Strömung durch einen Korrekturfaktor K_2 berücksichtigt [13], so daß

$$K_2 = 1 + \frac{r}{4 \cdot \bar{l}} \quad (8)$$

wird. K_2 soll immer kleiner sein als 1,03. Bei Annahme einer Unsicherheit dieser Korrektur von 10% ergibt sich ein maximaler Fehlerbeitrag zur Leitwertbestimmung von 0,3%. Diese Bedingung hat z. B. zur Folge, daß für Argon und 10^{-3} mbar der Radius r der Lochblende nicht größer sein darf als 0,5 cm.

5.5 Verhältnis Saugvermögen der Vakuumpumpenanordnung zu Strömungsleitwert der Lochblende S_p/L

Das Verhältnis des gemessenen Saugvermögens der Vakuumpumpenanordnung S_p zum Strömungsleitwert der Lochblende L soll größer als 50 sein. Wenn dann S_p mit einer Meßunsicherheit von 20% gemessen wird, ergibt sich ein Fehlerbeitrag für S von 0,4%.

5.6 Bestimmung des Saugvermögens der Vakuumpumpenanordnung S_p

In allen Fällen wird das Saugvermögen entweder nach dem Verfahren der Änderung der Strömung oder dem Verfahren der Änderung des Leitwertes gemessen.

Außerdem muß, falls eine Diffusionspumpe benutzt wird, eine Dampfsperre (Baffle) oder eine Kühlfalle verwendet werden, um die zu kalibrierenden Meßgeräte gegen die Treibmitteldämpfe zu schützen.

5.6.1 Verfahren der Änderung der Strömung

Das Saugvermögen der Vakuumpumpenanordnung wird in jedem Falle durch Messen unter den vorliegenden Bedingungen für jeden eingestellten Druck bestimmt. Die Bestimmung wird durch Messen des Druckanstieges Δp im Kalibriergefäß und des Druckanstiegs Δp_B im Volumen zwischen Lochblende und Vakuumpumpenanordnung bei Gaseinlaß durchgeführt. Das Verhältnis dieser beiden Druckanstiege ist gleich dem reziproken Verhältnis des Strömungsleitwertes L zum Saugvermögen S_p der Vakuumpumpenanordnung

$$\frac{L}{S_p} = \frac{\Delta p_B}{\Delta p} \quad (9)$$

und kann unmittelbar in Gleichung (5) eingesetzt werden. Die Druckmessung geschieht durch zwei gleichartige, lineare, gleichempfindliche, aber unkalibrierte Meßgeräte, die an das Kalibriergefäß bzw. an das Volumen zwischen Lochblende und Vakuumpumpenanordnung angeschlossen sind. Damit diese Druckmessungen die wirklich vorliegenden Gasdichten widerspiegeln, muß auch im Volumen zwischen Blende und Vakuumpumpenanordnung eine ungestörte Verteilung der Teilchengeschwindigkeiten herrschen; diese ist ausreichend sichergestellt, wenn auch

dieses Volumen etwa die Maße des Kalibriergefäßes besitzt (siehe Abschnitt 4.1). Beide Meßgeräte müssen sich an den Äquatoren der oberhalb und unterhalb der Blende eingeschriebenen und diese mit einem Pol berührenden Kugeln befinden.

5.6.2 Verfahren der Änderung des Leitwertes (nach Oatley [9])

Die Bestimmung kann hierbei entweder unter Benutzung einzelner austauschbarer Blenden oder unter Verwendung einer variablen Blende geschehen. In beiden Fällen sind folgende Bedingungen zu erfüllen:

5.6.2.1 Variationsbereich der Blendenöffnungen

Das Verhältnis der größten zur kleinsten Blendenöffnung muß mindestens 10:1 betragen.

5.6.2.2 Genauigkeit der Bestimmung des Saugvermögens

Damit die Bestimmung des Saugvermögens mit genügender Genauigkeit erfolgt, müssen die beiden folgenden Bedingungen erfüllt sein:

- Die mit einem linear arbeitenden, unkalibrierten Druckmesser gemessenen Drücke p werden bei einem konstanten pV-Durchfluß Q über $1/L$ aufgetragen und dürfen nach der Fehlerrechnung keine signifikante Abweichung von einer Geraden zeigen.
- Wenn das Saugvermögen der Vakuumpumpe konstant ist, schneiden sich die mit verschiedenen pV-Durchflüssen erhaltenen Geraden in einem Punkt, der auf der Abszisse liegt.

Die Abweichungen von diesen Bedingungen ergeben eine Abschätzung des Fehlers. Es ist erlaubt, kreisförmige Lochblenden oder Lochblenden in der Form von regelmäßigen Vierecken zu verwenden.

5.7 Einfluß der Gasabgabe bzw. der Gasaufzehrung der zu kalibrierenden Meßgeräte

Häufig wirken die zu kalibrierenden Meßgeräte aufgrund ihrer Pumpwirkung als Gassenken oder infolge von Gasdesorption als Gasquellen. Um hierdurch verursachte Fehler genügend klein zu halten, muß

- das Saugvermögen S am Kalibriergefäß mindestens 100mal so groß sein, wie das Saugvermögen der angeschlossenen Meßgeräte, bzw. deren Gasabgabe, ausgedrückt als der Quotient Volumen/Zeit,
- das Saugvermögen S am Kalibriergefäß für die vorgesehenen Gase mindestens 10 l/s sein, auch wenn sich nach a) ein kleinerer Wert ergibt.

Wenn diese Bedingungen nicht erfüllt werden können, müssen die Ergebnisse mit Hilfe eines geeigneten, zusätzlichen Druckmessers korrigiert werden.

6 Bestimmung des pV-Durchflusses Q

Der pV-Durchfluß Q ist die am schwierigsten zu bestimmende Einzelgröße, deren Kenntnis für eine Kalibrierung notwendig ist. Da der hier vorliegende Druckbereich sich von 10^{-3} mbar bis 10^{-7} mbar erstreckt und das Saugvermögen am Kalibriergefäß 10 l/s oder mehr betragen soll, liegt der Bereich des zu bestimmenden pV-Durchflusses zwischen 10^{-6} mbar · l/s und 10^{-2} mbar · l/s oder mehr. Die Meßunsicherheit sollte 0,5% betragen und das Einhalten dieser Grenze sollte bei jeder Kalibrierung sichergestellt werden.

Unabhängig von der speziellen Methode, mit der der pV-Durchfluß gemessen wird, muß die Temperatur T_Q , auf der sich das Gas während der Messung im pV-Durchflußmesser befindet, mit einer Unsicherheit von 0,1%, entsprechend 0,3 K, gemessen werden. Diese Bedingung hat nichts damit zu tun, daß für die genaue Funktion des pV-Durchflußmessers meist eine weit höhere Temperaturkonstanz erforderlich ist.