

Vakuumtechnik

Verfahren zum Kalibrieren von Vakuummetern durch direkten Vergleich mit einem Bezugsmeßgerät

Wärmeleitungsvakuummeter

DIN**28 418**

Teil 3

Vacuum technology; Standard method for vacuum gauge calibration by direct comparison with a reference vacuum gauge; thermal conductivity gauges

Méthode normalisée d'étalonnage des manomètres par comparaison directe avec un manomètre à vide de référence; vacuomètres à conductivité thermique

Zusammenhang mit dem von der International Organization for Standardization (ISO) herausgegebenen Norm-Entwurf ISO/DIS 5300 siehe Erläuterungen.

1 Allgemeines

Vakuummeter, deren Meßprinzip auf der Druckabhängigkeit der Wärmeleitung von Gas beruht, gehören zu den am meisten verwendeten Meßgeräten für niedrige Drücke. Daher ist eine relativ rasch arbeitende Kalibriermethode erforderlich.

2 Geltungsbereich

Diese Norm beschreibt eine Methode zum Kalibrieren von Wärmeleitungsvakuummetern durch direkten Vergleich mit einem Bezugsmeßgerät.

Die Genauigkeit der Kalibrierung hängt von der Genauigkeit des Bezugsmeßgerätes ab, und der Art des zu kalibrierenden Maßsystems. Allgemein kann gesagt werden, daß bei dem beschriebenen Verfahren die Meßunsicherheit auf ungefähr 10 % beschränkt werden kann.

3 Arbeitsprinzip

Die zu kalibrierenden Vakuummeter und die entsprechenden Bezugsmeßgeräte werden an eine Prüfkammer angeschlossen, in der der erforderliche Druck eingestellt wird (siehe Bild A. 1 im Anhang A).

In dem Meßvolumen und an den daran angeschlossenen Druckmeßstellen muß eine gleichmäßige und stationäre Gasverteilung erreicht werden, damit die Drücke an den verschiedenen Stellen so weit übereinstimmen, daß Vergleiche mit der erforderlichen Genauigkeit möglich sind.

4 Apparatur

Die Apparatur besteht aus den folgenden Einzelheiten

4.1 Einem oder mehreren Bezugs-Vakuummetern, die für den Druckbereich gelten, in dem das Vakuummeter kalibriert werden soll.

4.2 Einem Vakuumsystem; das Bild A. 1 im Anhang A stellt eine typische Anordnung dar. Das System enthält alle Bauteile, die zur Durchführung der in dieser Norm angegebenen Verfahrensschritte erforderlich sind. Falls nicht alle Verfahrensschritte auszuführen sind, können bestimmte Bauteile entfallen.

Das Vakuumsystem muß den Forderungen der Abschnitte 4.2.1 bis 4.2.5 genügen:

4.2.1 Die Prüfkammer muß ein Volumen besitzen, das mindestens 50mal ¹⁾ größer ist als das Gesamtvolumen aus Volumen der Vakuummeter und der dazugehörigen Verbindungsleitungen.

4.2.2 Die Prüfkammer muß eine solche Form haben, daß das Verhältnis von Wandoberfläche zu Volumen so gering wie praktisch möglich ist (im Idealfall ist das eine Kugel); dieses Verhältnis darf nicht den Wert überschreiten, der durch einen Kreiszylinder mit der Länge l und dem Durchmesser D gegeben ist, für den bei gleichem Volumen gilt:

$$0,3 \leq \frac{l}{D} \leq 4$$

4.2.3 Die Bezugsvakuummeter und die zu kalibrierenden Vakuummeter müssen an der Prüfkammer so angeschlossen sein, daß Druck- und Temperaturunterschiede zu keinen nennenswerten Fehlern führen. Die Verbindungsrohre zwischen Prüfkammer und Vakuummetern müssen so gestaltet sein, daß ein Gasteilchen, das von der Prüfkammer kommt, nicht in die aktive Zone der Vakuummeter gelangen kann, ohne vorher mindestens einen Zusammenstoß mit der Wand gemacht zu haben.

4.2.4 Im System muß ein Enddruck erreichbar sein, der gleich oder niedriger als 2 % des niedrigsten Kalibrierdruckes ist.

4.2.5 Der gesamte Druckanstieg während des Kalibrierens, verursacht durch Fremdgasquellen, muß geringer als 2 % des Druckes sein, bei dem kalibriert wird. Dies muß bei eingeschalteten Meßsystemen ohne Gaseinlaß nachgeprüft werden. Während des Kalibrierens muß die Prüfkammer mit der Umgebungstemperatur von $(23 \pm 3)^\circ\text{C}$ im Gleichgewicht sein.

4.3 Einem Ionisationsvakuummeter zur Überwachung des Druckes in der Prüfkammer; es kann mit einem Ventil gegen die Prüfkammer abgesperrt werden.

4.4 Einem „Transfer“-Meßgerät (zusätzliches Meßgerät als Zwischennormal). (Lediglich dann benutzen, wenn zum Kalibrieren Dämpfe verwendet werden. Siehe Anhang C bezüglich der in Frage kommenden Meßgeräte.)

4.5 Kalibriergas

4.5.1 Hierfür wird Stickstoff oder Argon verwendet mit einem maximalen Verunreinigungsgrad von 0,1 Vol-%.

4.5.2 Für jedes andere Gas, mit dem kalibriert werden soll, muß der Reinheitsgrad angegeben werden.

¹⁾ In ISO/DIS 5300 mit 20mal festgelegt.

Fortsetzung Seite 2 bis 5
Erläuterungen Seite 6

Normenausschuß Vakuumtechnik (NAV) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

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

4.5.3 Die Einrichtung zum Einlassen des Gases in die Apparatur aus dem Gas-Vorratsbehälter muß so konstruiert sein und so bedient werden können, daß der Reinheitsgrad des Gases erhalten bleibt.

4.6 Thermometern

4.6.1 Die Umgebungstemperatur in der Nähe der Prüfkammer und der Vakuummeter wird mit Hilfe von Thermometern bestimmt, die an geeigneter Stelle angebracht und gegen Strahlung geschützt sind. Meßunsicherheit der Temperaturbestimmung $\leq 1^\circ\text{C}$.

4.6.2 Die Temperaturen der Meßkammer werden mit einer Meßunsicherheit von $\leq 1^\circ\text{C}$ mit Thermometern bestimmt, die mit der Prüfkammerwand thermischen Kontakt haben.

4.6.3 Sowohl die Bezugsmeßgeräte als auch die zu kalibrierenden Vakuummeter sollen sich in ruhender Luft bei natürlicher Konvektion befinden; sie sind so geschützt anzubringen, daß deren Temperatur unter stationären Bedingungen – gegeben durch den Betrieb der Vakuummeter und durch die Umgebungstemperatur – innerhalb der Grenzen konstant bleibt, die durch den jeweiligen Hersteller vorgeschrieben sind.

5 Durchführung des Verfahrens

5.1 Die Vakuummeter sind nach den Angaben des Herstellers zu betreiben, es sei denn, daß der Besteller eine andere Forderung stellt. Das Bezugsmeßgerät muß stets unter den hierfür angegebenen Bedingungen betrieben werden. Im übrigen sind sie nach dem Stand der Technik zu bedienen.

5.2 Sobald die Meßeinrichtung betriebsfertig ist, wird mit dem Pumpen begonnen. Je nach dem erforderlichen Enddruck kann ein Ausheizen erforderlich sein. Das Ausheizverfahren soll gemäß Abmachungen zwischen Hersteller oder Besteller und dem die Kalibrierung ausführenden Laboratorium durchgeführt werden.

Nach Ausheizen und Abkühlen sind die folgenden Verfahrensschritte durchzuführen:

5.3 Das Entgasen (falls erforderlich) der Meßsysteme ist nach den Richtlinien der Hersteller oder nach der Abmachung zwischen Auftraggeber und dem die Kalibrierung ausführenden Laboratorium durchzuführen.

5.4 Vakuummeter, die gleichzeitig verwendet werden, sind in Betrieb zu halten. Es ist hinreichende Zeit für die Temperaturstabilisierung der Prüfkammer mit Bezug auf die Umgebungstemperatur zu gewähren.

Wenn die Gleichgewichtstemperatur erreicht ist, wird die Temperatur der Prüfkammer und Umgebungstemperatur notiert; diese sollten zwischen 20 und 26°C liegen, vorzugsweise bei 23°C .

5.5 Sobald das Ionisationsvakuummeter einen Druck anzeigt, der nicht höher ist als 2% des niedrigsten Kalibrierdruckes für das Wärmeleitungsvakuummeter, wird das Ventil zur Pumpe geschlossen und danach das Ventil zum Ionisationsvakuummeter.

5.6 Das (oder die) Wärmeleitungsvakuummeter müssen nunmehr „Null“ anzeigen und diese Anzeige für einen geeignet gewählten Zeitraum beibehalten. Dieser hängt von der zum Kalibrieren benötigten Zeit ab. Der gesamte Druckanstieg während des Kalibrierens muß weniger als 2% des Druckes betragen, bei dem kalibriert wird. Einige orientierende Grobkalibrierungen zu Anfang dürften erforderlich sein, falls die Beziehung zwischen Druck und Meßgeräteeinrichtung nicht hinreichend bekannt ist.

5.7 Falls das oder die Wärmeleitungsvakuummeter einen Druckanstieg anzeigen, der höher als der nach Abschnitt 5.6 zulässig ist, müssen korrigierende Maßnahmen getroffen werden, wie z. B. das Eliminieren von Undichtigkeiten oder von Gasabgabe, bevor das Kalibrieren fortgesetzt wird.

5.8 In die Prüfkammer wird soviel Stickstoff oder Argon eingelassen, daß sich der niedrigste Kalibrier-Druck einstellt.

5.9 Die Anzeige des (oder der) Wärmeleitungsvakuummeter wird so lange beobachtet, bis sich ein Wert eingestellt hat, der um nicht mehr als $\pm 2\%$ des Vollausschlages des elektrischen Anzeigeapparates schwankt, das mit dem zu kalibrierenden Meßsystem verbunden ist. Diese Bedingung gilt als erfüllt, wenn drei je 10 Sekunden auseinanderliegende, aufeinanderfolgende Ablesungen vom Mittelwert nicht mehr als 2% des Vollausschlages des elektrischen Anzeigebereichs voneinander abweichen.

5.10 Der stabilisierte Druck wird am Bezugsmeßgerät abgelesen.

Die Schritte nach den Abschnitten 5.9 und 5.10 werden zweimal wiederholt (drei Ablesungen im Ganzen innerhalb weniger Minuten).

5.11 Der Druck im System ist in der Weise zu steigern, daß sich eine Reihe von mindestens 3 Kalibrier-Meßpunkten für jeden Bereich des Meßinstrumentes ergibt, oder 3 Meßpunkte für jede Zehnerpotenz des Druckes, falls der Kalibrierbereich größer als eine Dekade ist. Diese Punkte müssen gleichmäßig verteilten Druckwerten entsprechen bei gleichbleibender Einstellung der variablen Parameter des Vakuummeters.

5.12 Das Kalibrieren mit anderen Gasen, die in dem Bezugsmeßgerät oder in der Kühlfalle nicht kondensieren, wird in der gleichen Weise durchgeführt wie das Kalibrieren mit Stickstoff oder Argon.

6 Prüfbericht

6.1 Die folgenden Einzelheiten sind mit Hinweis auf diese Norm anzugeben:

- Identifikation der Vakuummeter oder Vakuummeter-Meßsysteme, sowie des Bezugsmeßgerätes, wobei Name des Herstellers, Art des Vakuummeters, Serie und Serien-Nummer der betreffenden Type anzugeben sind,
- Datum der Kalibrierung,
- Methode der Kalibrierung und Betrieb nach dieser Norm nebst Abweichungen davon, falls solche vorliegen,
- Meßunsicherheit des Bezugsmeßgerätes,
- Angabe der Meßunsicherheit der Kalibrierung,
- Art und Reinheit des Kalibriergases,
- Temperatur der Prüfkammer und Umgebungstemperatur.

6.2 Es ist eine Tabelle anzufertigen, die für jeden Satz variabler oder einstellbarer Parameter-Werte enthält:

- die Drücke (oder Werte entsprechender physikalischer Größen), die am Vakuummeter abgelesen wurden als Funktion der
- Druckwerte, die von dem Bezugsmeßgerät angezeigt wurden.

Die Tabelle muß alle wichtigen Ablesungen enthalten, z. B. drei Sätze von Ablesungen für jede Druckeinstellung.