

VAKUUMSKO MEROSLOVJE V LABORATORIJU ZA METROLOGIJO TLAKA

Janez Šetina, Bojan Erjavec, Lidija Irmančnik-Belič, Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, 1000 Ljubljana

Vacuum metrology in the Laboratory of Pressure Metrology

ABSTRACT

The metrology system of the Republic of Slovenia is briefly described. Activities in the field of vacuum metrology in the Laboratory of Pressure Metrology at the Institute of Metals and Technology are presented.

POVZETEK

V prispevku je predstavljen meroslovni sistem Republike Slovenije in dejavnost na področju vakuumskega meroslovja v Laboratoriju za metrologijo tlaka na Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije v Ljubljani.

1 Meroslovni sistem v Republiki Sloveniji

Vsaka država mora imeti nacionalni meroslovni sistem, s katerim zagotovi, da so meritve in preskušanja, ki se izvajajo v državi, zanesljiva in verodostojna ter mednarodno primerljiva. Meroslovni sistemi v posameznih državah se lahko med seboj razlikujejo glede na velikost države, njeno ekonomsko razvitost, potrebe industrije in drugih panog gospodarstva ter seveda finančnih virov, ki jih je država pripravljena vlagati v meroslovno infrastrukturo. V osnovi imamo dva sistema. V centraliziranem sistemu imamo na najvišjem nivoju v državi eno samo nacionalno meroslovno institucijo, ki skrbi za vse nacionalne merilne etalone (navadno so to primarni etaloni). V porazdeljenem ali distribuiranem sistemu imamo več neodvisnih laboratorijev, ki so v okviru nacionalne organizacije odgovorni za izvedbo in vzdrževanje nacionalnih merilnih etalonov za posamezne merske veličine. V obeh sistemih imamo še mrežo usposobljenih kalibracijskih laboratorijev, ki so s svojo dejavnostjo diseminacije merskih enot vezni člen med nacionalnimi etaloni in končnimi uporabniki.

Primer centraliziranega sistema imamo v Nemčiji s PTB (Physikalisch - Technische Bundesanstalt) kot nacionalnim meroslovnim inštitutom in DKD (Deutscher Kalibrierdienst), ki je mreža akreditiranih kalibracijskih laboratorijev. Primer porazdeljenega meroslovnega sistema lahko najdemo na Finskem (FINMET) in Danskem (DANIAMET).

Ob osamosvojitvi Slovenije v letu 1991 se je pojavila potreba po čimprejšnji organizaciji in vzpostavitvi nacionalnega meroslovnega sistema, ki naj bi zadostil potrebam slovenskega gospodarstva, ki se je moralo v tem času preusmeriti na zahodne trge. Sistem naj bi tudi zadovoljivo opravljal naloge v okviru zakonskega meroslovja, ki je namenjeno predvsem varovanju zdravja ljudi in živali, varstvu okolja in splošne tehnične varnosti, prometa blaga in storitev ter postopkov pred upravnimi in pravosodnimi organi.

Po temeljiti analizi zmožnosti in potreb Slovenije je bilo ugotovljeno, da je pri gradnji nacionalnega meroslovnega sistema treba izkoristiti vse človeške in mate-

rialne vire v državi. Sprejeta je bila odločitev, da je za našo državo najprimernejši sistem porazdeljenih nacionalnih etalonov. Vlogo krovne in odgovorne institucije je prevzel Urad Republike Slovenije za standardizacijo in meroslovje (USM), ki je bil ustanovljen v okviru Ministrstva za znanost in tehnologijo takoj po osamosvojitvi Slovenije leta 1991. Uradu je bila zaupana naloga, da vzpostavi slovenski meroslovni sistem, nacionalno standardizacijo in akreditacijsko službo.

V letu 2001 je bil USM reorganiziran. Področje standardizacije je bilo preneseno v novo ustanovljeni Slovenski inštitut za standardizacijo (SIST), področje akreditacije pa v javni zavod Slovenska akreditacija (SA). USM se je preimenoval v Urad RS za meroslovje. Ob reorganizaciji državne uprave pa je bil ta urad prestavljen pod okrilje Ministrstva za šolstvo, znanost in šport (MŠZŠ).

1.1 Sistem nacionalnih etalonov RS

Zaradi omejenih finančnih virov je morala biti Slovenija pri zasnovi in graditvi nacionalnega meroslovnega sistema skrajno racionalna, zato so bile v sistem integrirane obstoječe merilne in kalibracijske zmogljivosti različnih laboratorijev na univerzah, raziskovalnih inštitutih in tudi v industriji. Sistem je bil zasnovan na referenčnih etaloni s primerno majhno merilno negotovostjo, za katere je vzpostavljena sledljivost do ustreznih primarnih etalonov v tujih nacionalnih laboratorijih. S tem da smo v prvi fazi graditve nacionalnega meroslovnega sistema zavestno opustili realizacijo enot SI-sistema z dragimi primarnimi etaloni, smo lahko del prihranjenih sredstev namenili za zagotovitev prenosa ali diseminacije vrednosti merskih enot od nacionalnih etalonov do uporabnikov v industriji in javnem sektorju.

Po Zakonu o meroslovju je Urad RS za meroslovje primarno odgovoren za sistem nacionalnih etalonov. Le-te lahko izvede, hrani in vzdržuje sam, lahko pa Urad prizna za nacionalni etalon ustrezen referenčni etalon, ki ga izvede in vzdržuje druga pravna oseba. Pogoji za priznanje nekega referenčnega etalona za nacionalni etalon so natančno navedeni v Uredbi o nacionalnih etaloni (Uradni list RS 49/96). Laboratorij lahko postane nosilec nacionalnega etalona merske veličine, če dokaže svojo usposobljenost z akreditacijo pri Slovenski akreditaciji ali drugi mednarodno priznani akreditacijski službi. To je ključna zahteva Uredbe o nacionalnih etaloni.

V prvi fazi graditve sistema nacionalnih etalonov je bila pozornost posvečena osnovnim enotam SI-sistema, ki so najpomembnejše v vsakdanjem življenju. Do sedaj je Urad priznal kot nosilce nacionalnih etalonov naslednje akreditirane laboratorije:

- Laboratorij za maso (LM) Urada RS za meroslovje za nosilca nacionalnega etalona za maso
- Laboratorij za metrologijo in kakovost (LMK) v okviru Fakultete za elektrotehniko Univerze v Ljubljani kot

nosilca nacionalnega etalona za termodinamično temperaturo

- Laboratorij za tehnološke meritve (LTM) v okviru Fakultete za strojništvo Univerze v Mariboru kot nosilca nacionalnega etalona za dolžino
- Slovenski inštitut za kakovost in meroslovje (SIQ) kot nosilca nacionalnega etalona za električni tok ter čas in frekvenco

Za tlak v Sloveniji še nimamo priznanega nacionalnega etalona. V Laboratoriju za metrologijo tlaka si prizadevamo, da bi prav mi postali nosilec etalona te, v industriji pomembne merske veličine.

1.2 Merski sistem SI in izpeljana veličina tlak

Zakon o meroslovju določa, da se mora v Sloveniji uporabljati mednarodni sistem enot - SI (Système International d'unités). V sistemu SI imamo sedem osnovnih enot (meter, kilogram, sekundo, amper, kelvin, mol in kandelo).

Tlak je izpeljana veličina - pomeni ploskovno porazdeljeno silo - in je definiran kot sila na enoto površine. Enota za tlak v sistemu SI je N/m^2 in ima tudi svoj simbol: Pa (paskal). V osnovnih enotah SI-sistema jo izrazimo takole: $Pa=N/m^2=m^{-1}\cdot kg\cdot s^{-2}$.

Poleg osnovnih in izpeljanih enot SI je sedaj dovoljena še uporaba nekaterih drugih enot, ki so se ob sprejetju sistema SI široko uporabljale oziroma so se zasidrale v posebnih področjih uporabe. Med enotami, ki se še lahko uporabljajo ob enotah SI, je tudi enota za tlak v tekočinah, bar. 1 bar je natanko enak 100000 Pa ali 10^5 Pa. Dovoljena je tudi uporaba enote milimeter živega srebra (mmHg), vendar samo za krvni tlak. 1 mmHg je enak 133,322 Pa.

Vakuumsko okolje spada v področje fizikalne veličine tlak, kajti vakuum ni nič drugega kot stanje v razredčenih plinih, kjer je tlak nižji od atmosferskega. Ločitev v področji vakuumu in nadtlaka je bila uvedena umetno zaradi našega čutnega dožemanja okolice, kjer je tlak atmosfere referenčna vrednost, ki je stalna. Tudi pri visokem ali ultra visokem vakuumu imamo na površinah opravka s tlakom plina, čeprav je res, da

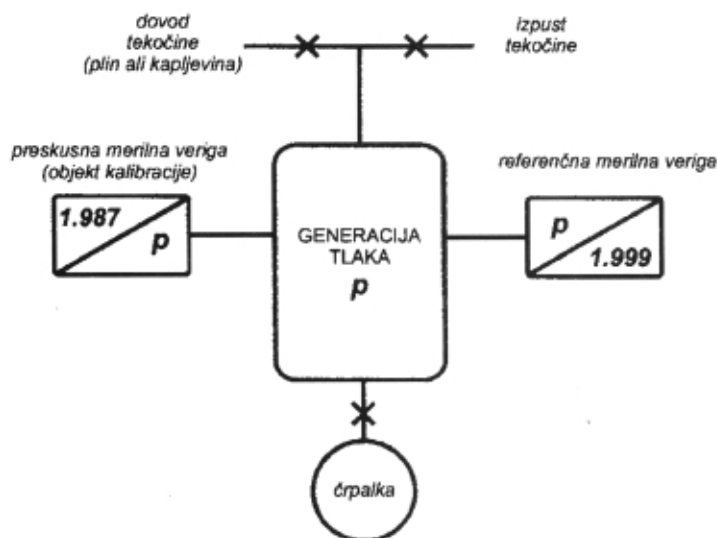
postane sila na površino pri zelo nizkih tlakih nemerljivo majhna, medtem ko je gostoto plinskih molekul (ki je s tlakom enolično določena s plinsko enačbo) še mogoče meriti. Zaradi zgodovinskih razlogov vsi vakuummetri, tudi tisti za ekstremno visoki vakuum, prikazujejo fizikalno veličino tlak.

2 LMT - Laboratorij za metrologijo tlaka

Na Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije (IMT) v Ljubljani je bil v letu 1999 ustanovljen Laboratorij za metrologijo tlaka (LMT). Vizija in naloga laboratorija je, da s svojim znanjem in vrhunsko merilno opremo v slovenskem meroslovnem sistemu postane nosilec nacionalnih etalonov fizikalne veličine tlak, tako za področje vakuumu kot tudi za višje tlake do 200 MPa (2000 bar). V LMT ponujamo storitve kalibracij vakuummetrov in drugih merilnikov tlaka na najvišjem možnem nivoju kvalitete v Sloveniji.

2.1 Akreditacija LMT

Akreditacija laboratorija pomeni dokazilo njegove strokovne in organizacijske usposobljenosti. Zato smo se začeli takoj ob ustanovitvi laboratorija intenzivno pripravljati za pridobitev akreditacije za kalibracije merilnikov tlaka. Ze v letu 1999 smo vpeljali sistem kakovosti, ki je v skladu z zahtevami standarda EN 45001, in pri Slovenski akreditaciji (SA) vložili zahtevek za akreditacijo. Sedaj vse delo v laboratoriju, ki je povezano s kalibracijami merilnikov, poteka po dokumentiranih postopkih. SA je sredi leta 2000 opravila predpresojno našega sistema kakovosti. Na osnovi ugotovljenih pomanjkljivosti smo sistem dopolnili ter se dobro pripravili na akreditacijsko presojno, ki je bila konec aprila letos. V to presojno je SA vključila tujega strokovnega presojevalca iz italijanske akreditacijske službe (SIT), ki je podrobno pregledal in ocenil vse delovne postopke za kalibracije merilnikov tlaka, postopke za izračun merilne negotovosti ter shemo sledljivosti. Podelitev akreditacije pričakujemo v začetku jeseni, ko bodo znani rezultati mednarodnih medlaboratorijskih primerjav, ki smo se jih udeležili konec lanskega leta. Te medlaboratorijske primerjave bodo formalno potrdile našo usposobljenost in kalibracijske zmogljivosti.



Slika 1: Kalibracije merilnikov tlaka z metodo neposredne primerjave z referenčnimi merilniki. Referenčna in preskusna merilna veriga sta senzorja tlaka z ustreznima prikazovalnima enotama.

3 Kalibracije merilnikov tlaka v LMT

V LMT izvajamo kalibracije merilnikov tlaka z metodo neposredne primerjave z referenčnimi merilniki ali etaloni. Osnovni princip dela pri tej metodi, ki je enak tako za področje nadtlakov kot tudi vakuumu, je shematsko prikazan na sliki 1. V primerno kalibracijsko posodo vpustimo delovno tekočino (plin, hidravlično olje, vodo ...) in s črpalko ustvarimo želeni tlak. Pri kalibracijah v plinih do 7 MPa kot izvir tlaka uporabljamo čiste pline iz jeklenk. Za kalibracije v vakuumskem področju z vakuumsko črpalko odčrpamo plin iz posode do želenega tlaka.

Na kalibracijsko posodo sta priključena referenčni merilnik tlaka in preskusni merilnik. Ko se nastali tlak v kalibracijski posodi uravnesi, preberemo prikazani vrednosti tlaka referenčnega in preskusnega merilnika. Iz prebrane vrednosti referenčnega merilnika in korekcijskih faktorjev, ki so bili določeni ob predhodni kalibraciji referenčnega merilnika, izračunamo kalibracijski tlak. Ocenimo tudi merilno negotovost kalibracijskega tlaka. Razlika prebrane vrednosti tlaka preskusnega merilnika in kalibracijskega tlaka je pogrešek preskusnega merilnika.

3.1 Etalonski merilniki tlaka LMT

Etalonske merilnike tlaka v LMT delimo v dve skupini. Med referenčne etalone štejemo tiste z najboljšo merilno zmogljivostjo in jih uporabljamo pri najzahtevnejših kalibracijah. Delovni etaloni imajo nekoliko večjo merilno negotovost, ki pa zadošča za večino rutinskih kalibracij. Z delovnimi etaloni lahko opravimo tudi kalibracije pri strankah na terenu.

Pregled etalonskih merilnikov tlaka, ki jih imamo v LMT, je podan v tabeli 1. Z njimi lahko pokrijemo skoraj 12 velikostnih razredov tlaka med 10^{-5} Pa in $7 \cdot 10^6$ Pa, od tega ima vakuumsko področje kar 10 velikostnih razredov.

3.2. Sledljivost referenčnih in delovnih etalonov LMT

Sedaj zagotavljamo sledljivost referenčnih etalonov s kalibracijami neposredno v tujih nacionalnih ali akreditiranih laboratorijih (vertikalna sledljivost). Na delovne etalone prenašamo sledljivost z internimi kalibracijami v laboratoriju. Seveda morajo biti te ustrezno dokumentirane v sistemu kakovosti laboratorija in so pod periodičnim nadzorom akreditacijskega organa. Sledljivostna shema referenčnih in delovnih etalonov LMT je prikazana na sliki 2.

4 Raziskovalno delo v LMT

V LMT se intenzivno ukvarjamo z raziskavami. Naše delo je predvsem usmerjeno v znanstveno meroslovje tlaka v vakuumskem področju, kjer imamo tudi največ znanja in izkušenj. Aktivnosti bi lahko razdelili v več sklopov:

- aplikativne raziskave metode za ustvarjanje nizkih tlakov z izotermnim razpenjanjem plinov. To je ena od primarnih metod za ustvarjanje kalibracijskih tlakov v področju vakuumu med 10^{-6} Pa in 1 kPa. V prihodnosti v našem laboratoriju načrtujemo zgraditev takšnega sistema.
- temeljne raziskave interakcije plinov s površinami materialov, ki se uporabljajo za gradnjo ultra visoko-

Tabela 1: Merilna območja in najboljše merilne zmogljivosti referenčnih in delovnih merilnih etalonov v LMT

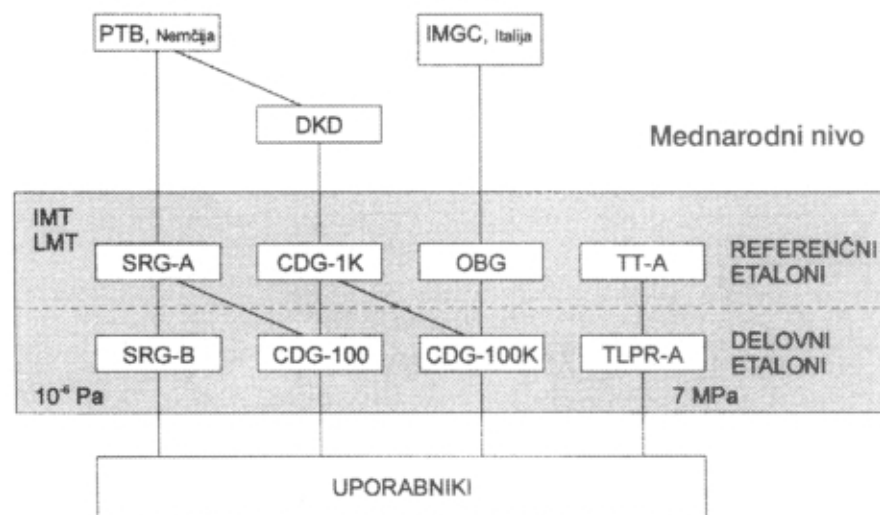
	Merilno območje	Najboljša merilna zmogljivost (razširjena merilna negotovost s faktorjem $k=2$)
REFERENČNI ETALONI		
TT-A Tlačna tehtnica (plinski medij)	1,4 kPa - 7 MPa	0,009%
QBG Kremenov Bourdonov manometer	100 Pa - 110 kPa	0,014%
CDG-1K Kapacitivni membranski vakuummeter	1 Pa - 1.4 kPa	0,66%
SRG-A Viskoznostni vakuummeter z lebdečo kroglico	10^{-5} Pa - 1 Pa	1,6%
DELOVNI ETALONI		
TLPR-A Tlačni pretvornik	100 kPa - 7 MPa	0,2%
CDG-100K Kapacitivni membranski vakuummeter	100 Pa - 110 kPa	0,45%
CDG-100 Kapacitivni membranski vakuummeter	0,1 Pa - 110 Pa	1,2%
SRG-B Viskoznostni vakuummeter z lebdečo kroglico	10^{-5} Pa - 1 Pa	1,6%

- vakuumskih sistemov. Namen teh raziskav je pridobiti potrebno znanje za graditev kalibracijskega sistema za ustvarjanje nizkih tlakov po metodi izotermne ekspanzije. Rezultate raziskav bomo uporabili pri oceni merilne negotovosti sistema in kalibracijskih postopkov.
- meroslovne raziskave za vzpostavitev t.i. horizontalne sledljivosti tlačne tehnice TT-A na slovenske nacionalne etalone za osnovne enote SI-sistema: dolžino, maso in temperaturo. To sledljivost lahko s kalibracijo prenesemo na QBG. S primarno metodo za ustvarjanje nizkih tlakov z izotermno ekspanzijo lahko razširimo merilno območje QBG oziroma TT-A v vakuumskem področju navzdol do 0,01 Pa. To je dovolj nizko za kalibracijo SRG-merilnika, ki ga lahko nato uporabljamo kot referenčni etalon za tlake navzdol do $1 \cdot 10^{-5}$ Pa.
 - raziskave meroslovnih lastnosti referenčnih vakuumskih etalonov, predvsem kapacitivnih membranskih vakuummetrov /1/ in viskoznoznih vakuumskih merilnikov z lebdečo kroglico /2/ (bilateralni projekt med LMT in National Institute of Standards and Technology iz ZDA). Rezultati teh raziskav bodo omogočili zmanjšanje merilne negotovosti pri diseminaciji merilne sledljivosti v področju vakuum na sekundarnem nivoju oziroma v industrijskih kalibracijskih laboratorijih. Raziskujemo tudi stabilnost in druge lastnosti hladnokatodnih ionizacijskih merilnikov (Penning, magnetron in invertni magnetron) v področju ultra visokega vakuum /3/.

- razvoj in raziskave novih metod za merjenje zelo majhnih pretokov plinov, merjenja vakuum v hermetično zaprtih sistemih, meritve difuzije plinov v različnih materialih ter raziskave helijevih permeacijskih normal za kalibracijo helijevih detektorjev netesnosti
- raziskave fotoemisijjskih tankih plasti. S podjetjem Heimann Opto, Wiesbaden, Nemčija, svetovno znanem na področju vakuumске optoelektronike, sodelujemo pri razvoju in optimizaciji kritičnih faz vakuumске transferne tehnike za serijsko izdelavo kanalnih fotopomnoževalk /4,5/.

5 Literatura

- /1/ J. Šetina, New approach to corrections for thermal transpiration effects in capacitance diaphragm gauges. *Metrologia*, 36, 6 (1999) 623
- /2/ J. Šetina, Two point calibration scheme for the linearization of the spinning rotor gauge at transition regime pressures. *J. Vac. Sci. Technol. A*, 17, 4 (1999) 2086
- /3/ B. Erjavec, J. Šetina, L. Irmančnik-Belič, Primerjava karakteristik ionizacijskih merilnikov s hladno katodo v ultra visokovakuumskem področju, *Mater. tehnol.*, 35, 3-4 (2001) 143
- /4/ B. Erjavec, Razvoj vakuumске transferne tehnike za serijsko procesiranje kanalnih fotopomnoževalk, *Mater. tehnol.*, 34, 6 (2000) 437
- /5/ B. Erjavec, Vacuum problems at miniaturization of vacuum electronic components: a new generation of compact photomultipliers, v tisku (*Vacuum* 2001)



Slika 2: Shema sledljivosti referenčnih in delovnih etalonov LMT do primarnih etalonov v tujih nacionalnih meroslovnih inštitutih