

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ
ПРЕДПРИЯТИЕ «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ ИМЕНИ
Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА»

На правах рукописи

УДК 53.082.32

Чернышенко

Чернышенко Александр Александрович

РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ ЭТАЛОННОЙ УСТАНОВКИ ДЛЯ
ПОВЕРКИ И КАЛИБРОВКИ МЕР ПОТОКА ГАЗА В ВАКУУМЕ И
ТЕЧЕЙСКАТЕЛЕЙ

Специальность 05.11.15 – Метрология и метрологическое обеспечение

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Санкт-Петербург

2015

Работа выполнена в Федеральном государственном унитарном предприятии «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева».

Научный руководитель:

Горобей Владимир Николаевич, кандидат технических наук, старший научный сотрудник, руководитель отдела госэталонов в области измерения давления ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева».

Официальные оппоненты:

Розанов Леонид Николаевич, доктор технических наук, профессор кафедры «Компьютерные технологии в машиностроении» Санкт-Петербургского государственного политехнического Университета;

Марусина Мария Яковлевна, доктор технических наук, профессор кафедры «Сенсорика» ФГАОУВО «Санкт-Петербургский исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики».

Ведущая организация:

Федеральное государственное унитарное предприятие Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии, 119361, г. Москва, ул. Озерная, 46.

Защита состоится «25» января 2016 г. в 11.00 часов на заседании диссертационного совета Д 308.004.01 при Федеральном государственном унитарном предприятии «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» по адресу 190005, Россия, Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19. Тел: +7 812 251-7601.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Федерального государственного унитарного предприятия «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» или на сайте <http://www.vniim.ru/work-sovet.html>.

Автореферат разослан «__» _____.

Ученый секретарь диссертационного совета
кандидат технических наук, доцент



Г.П. Телитченко

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Безопасность эксплуатации технических объектов, создаваемых в высокотехнологичных отраслях науки и техники, таких как «Авиакосмическая промышленность» и «Атомная энергетика», развивающихся приоритетных направлениях развития науки, технологий и техники, к которым Указом Президента РФ № 899 от 07.07.2011 г. отнесены «Транспортные и космические системы» и «Энергоэффективность, энергосбережение, ядерная энергетика», сегодня во многом зависит от точности измерений потоков газов в вакууме. Этим же Указом Президента РФ утвержден перечень из 27 критических технологий страны, по крайней мере 10 из которых, также используют точные измерения потоков газов в вакууме. Создание, развитие и совершенствование этих критических технологий требует повышения уровня метрологического обеспечения измерений потока газа в вакууме, причем в первую очередь, в части совершенствования и разработки технических средств обеспечения единства и требуемой точности измерений, а также разработки необходимых правил и методик выполнения измерений. Актуальность постановки и решения задачи повышения уровня метрологического обеспечения в области измерений потока газа в вакууме обусловлена также следующими факторами:

1. Усложнением классических задач контроля герметичности сосудов, трубопроводов, электроники, различных деталей, сборок и узлов в авиакосмической, атомной и других высокотехнологичных отраслях науки и техники. Так, в настоящее время требования, предъявляемые к герметичности технических объектов, работающих в условиях перепадов давлений, таковы, что в большинстве случаев необходимо не только обнаружить, но и измерить с требуемой точностью значение потока газа, характеризующее степень негерметичности этого технического объекта.

2. Ряд сравнительно новых методов диагностики конструкционных материалов, таких, как, например, водородная диагностика материалов, анализ содержания примесей различных газов в материалах и изделиях, используемых, в том числе, при разработке вышеуказанных критических технологий, основываются на измерениях потока газа в вакууме.

3. В настоящее время в РФ используется ряд современных приборов для измерений потока газа в вакууме как российского, так и зарубежного производства. В частности, широкое распространение получили меры потока газа в вакууме и течеискатели. В то же время, имеющиеся в РФ эталонные

оборудование, применяемое для поверки и калибровки этих средств измерений (далее СИ), можно признать устаревшим морально и физически.

4. В отдельных отраслях науки и техники ранее были разработаны отраслевые стандарты и методики поверки мер потока газа, основанные на воспроизведении единицы потока газа косвенными методами, регламентирующие процедуры проведения измерений и передачи единицы потока газа в вакууме внутри отрасли или предприятия. Эта научно-техническая документация (далее НТД) в основном разрабатывалась еще в СССР и была ориентирована на поверочное оборудование и СИ потока газа в вакууме 70-х годов. В настоящее время эта НТД, как правило, уже неприменима из-за низкой точности применявшегося в указанное время поверочного оборудования.

Цель работы

Целью данной диссертационной работы является разработка и исследование эталонной установки для поверки и калибровки мер потока газа в вакууме и течеискателей с последующим утверждением ее в качестве государственного вторичного эталона единицы потока газа в вакууме, применяемого в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» для определения метрологических характеристик, поверки и калибровки СИ потока газа в вакууме, международных ключевых сличений эталонов единицы потока газа в вакууме, а также, при необходимости, - научных исследований в целях разработки и совершенствования эталонов и СИ потока газа в вакууме. Разработка и исследование эталонной установки включает разработку комплекса аппаратуры, обеспечивающего воспроизведение, хранение и передачу единицы потока газа в вакууме с требуемой сегодня точностью, исследование его метрологических характеристик, разработку необходимой документации к эталонной установке, включая методику аттестации эталонной установки в качестве государственного вторичного (рабочего) эталона единицы потока газа в вакууме ГВЭТ 49-2-06, проведение международных сличений с целью установления степени эквивалентности ГВЭТ 49-2-06 национальным эталонам промышленно развитых стран и разработку методик поверки и калибровки СИ потока газа в вакууме на ГВЭТ 49-2-06.

Задачи исследований

Для достижения поставленной цели следует решить ряд задач:

1. Выполнить аналитический обзор-анализ методов и средств воспроизведения, хранения и передачи единицы потока газа в вакууме.

2. Провести теоретический анализ наиболее существенных источников неопределенности измерений потока газа в вакууме.

3. Разработать государственный вторичный эталон единицы потока газа в вакууме, удовлетворяющий требованиям поверочно-калибровочной деятельности в области измерений потока газа в вакууме, требованиям Приоритетных направлений развития науки, технологий и техники в Российской Федерации и международным требованиям, предъявляемым к эталонам аналогичного уровня точности.

4. Разработать локальную поверочную схему ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» для СИ потока газа в вакууме.

5. Разработать необходимые методики поверки и калибровки СИ потока газа в вакууме, применяющиеся в РФ.

6. Осуществить модернизацию имеющегося во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» поверочного оборудования для СИ вакуума.

Научная новизна диссертационной работы заключается в том, что:

- определены и исследованы математические модели измерений потоков газа в вакууме, в том числе, учитывающие влияние основных параметров газовой среды и свойства внутренней поверхности вакуумной системы;

- впервые разработан, создан, исследован и утвержден в качестве вторичного (рабочего) государственный эталон единицы потока газа в вакууме ГВЭТ 49-2-06, который воспроизводит, хранит и передает единицу потока газа в вакууме рабочим и эталонным средствам измерений;

- впервые разработана локальная поверочная схема ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», регламентирующая передачу единицы потока газа в вакууме от государственного вторичного (рабочего) эталона единицы потока газа в вакууме ГВЭТ 49-2-06 рабочим и эталонным СИ, применяемым в Российской Федерации;

- разработан метод поверки и калибровки вторичного эталона по первичному;

- впервые в мире ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» организовал международные сличения эталонов единиц потока газа в вакууме (тема КООМЕТ 295/RU/2002) совместно со Словацким метрологическим институтом, а затем принял участие в первых ключевых международных сличениях эталонов единиц потока газа в вакууме ведущих стран мира по теме ССМ.Р-К12. Получены и обобщены результаты сличений, подтвердившие высокий уровень

метрологических характеристик созданного государственного вторичного эталона единицы потока газа в вакууме.

Практическая ценность работы

В результате работы получены следующие практические результаты:

- разработан, исследован и утвержден в установленном порядке государственный вторичный (рабочий) эталон единицы потока газа в вакууме ГВЭТ 49-2-06;

- разработано программное обеспечение «Поток MKS 670 В», позволяющее одновременно реализовать несколько принципов и методов измерения потока газа в вакууме с использованием высокоточных датчиков «Баратрон». При этом данные многократных измерений сохраняются для последующей статистической обработки;

- разработана локальная поверочная схема ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» для средств измерений потока газа в вакууме;

- проведены международные сличения эталонов единицы потока газа в вакууме с участием созданного государственного вторичного (рабочего) эталона ГВЭТ 49-2-06 в рамках проекта КООМЕТ 295/RU/2002 и ключевые международные сличения ССМ.Р-К12 результаты, которых подтвердили соответствие метрологических характеристик созданного эталона международному уровню;

- на основе созданного государственного вторичного (рабочего) эталона ГВЭТ 49-2-06 в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» организована поверка и калибровка СИ потока газа в вакууме. В настоящий момент времени в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» ежегодно поверяется около 400 СИ потока газа в вакууме в год, из них около десятка - различные вторичные эталоны. Причем количество и ассортимент данных СИ постоянно растет. Государственный вторичный (рабочий) эталон ГВЭТ 49-2-06 в настоящее время обеспечивает в РФ единство и необходимую точность измерений СИ потоков газа в вакууме;

- разработанные автором методики поверки мер потока газа в вакууме и течеискателей, методики аттестации испытательного оборудования, используемого при контроле герметичности и газоотделения, утверждены и внедрены в ОАО «Информационные спутниковые системы им. академика М. Ф. Решетнева», г. Железногорск, ЗАО «Техноэксан», г. Санкт-Петербург, ФГУП «НПО «ТЕХНОМАШ», г. Москва и в Саранском филиале ОАО «Научно-

исследовательский институт технической физики и автоматизации» (СФ ОАО «НИИТФА»), г. Саранск.

- с помощью государственного вторичного (рабочего) эталона ГВЭТ 49-2-06 проведены государственные испытания и утверждены типы следующих СИ:

1. Течеискатель Гелископ-1 (внесен в государственный реестр СИ под № 36435-07);

2. Меры потока (течи гелиевые) серии Гелит-1 и Гелит-2 (внесены в государственный реестр СИ под № 13133-09);

3. Установка потокометрическая вакуумная УПВ (внесена в государственный реестр СИ под № 41629-09);

4. Течеискатели масс-спектрометрические гелиевые серии ASM (внесены в государственный реестр СИ под № 48165-11);

5. Меры потока (течи гелиевые) серии 10xxxx, Fx4xxxx (внесены в государственный реестр СИ под № 48146-11);

6. Течеискатели масс-спектрометрические гелиевые серии Inficon UL1000, UL1000Fab, UL5000 (внесены в государственный реестр СИ под № 50369-12);

7. Течеискатели масс-спектрометрический гелиевый ТИ1-50И (внесены в государственный реестр СИ под № 58067-14);

8. Установка для контроля суммарной негерметичности и локализации мест течей деталей, сборочных единиц и агрегатов ракетно-космической техники нового поколения (договор № 231/527-2014 от 17.06.2014);

9. Установка воспроизведения микропотоков газов в вакууме (договор № 231/2274-2014 от 17.09.2014);

10. Течеискатель масс-спектрометрический гелиевый МС-4 (внесены в государственный реестр СИ под № 60980-15).

- реализованные в государственном вторичном (рабочем) эталоне ГВЭТ 49-2-06 новейшие технические решения нашли применение в работах ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» по созданию и совершенствованию эталонных СИ вакуума.

Основные положения и результаты, выносимые на защиту:

- математические модели измерений для оценки измерительных возможностей эталонного оборудования в области измерений потока газа в вакууме на данном этапе развития науки и техники;

- технические решения, позволившие создать комплекс измерительного оборудования ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» и обеспечить метрологические и технические характеристики, требуемые для его использования и утверждения в статусе государственного вторичного эталона единицы потока газа в вакууме.

- результаты проведенных впервые международных сличений;
- алгоритм измерений потока газа в вакууме, реализованный в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в виде программного пакета «Поток MKS 670 В», используемого при измерениях потока газа в вакууме.

Апробация работы

Основные положения диссертационной работы и отдельные ее результаты докладывались и обсуждались на:

- IX-м международном научно-техническом семинаре «Разработка, производство, применение и метрологическое обеспечение средств измерений давления и вакуума» с 23 по 25 ноября 2004 года, г. Санкт-Петербург;
- X-м международном научно-техническом семинаре «Разработка, производство, применение и метрологическое обеспечение средств измерений давления и вакуума» с 14 по 16 ноября 2006 года, г. Санкт-Петербург;
- Ученом Совете ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 21 марта 2006 года;
- международном конгрессе «51st IUVSTA Workshop on Modern Problems and Capability of Vacuum Gas Dynamics» с 9 по 12 июля 2007 года, Швеция;
- международном конкурсе «Лучший молодой метролог КОOMET-2009» с 14 по 15 апреля 2009 года, г. Минск, Беларусь;
- международной конференции «3rd International Metrology Conference SAFMET 2010» с 19 по 23 апреля 2010 года, г. Каир, Египет;
- IX международной научно-технической конференции «Вакуумная техника, материалы и технология» с 15 по 17 апреля 2014 года, г. Москва;
- научно-технической конференции «Вакуумная техника и технологии» с 17 по 18 июня 2015 года, г. Санкт-Петербург;
- семинарах НИО 231 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

Публикации, структура и объем работы По теме диссертации опубликовано 11 научных работ, в том числе 5 в журналах, рекомендованных ВАК. Диссертационная работа состоит из введения, 3 глав, заключения, списка использованных источников и приложений. Общий объем работы составляет 161

страниц машинописного текста, включая 20 рисунков, 16 таблиц и список источников из 120 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обосновывается актуальность темы, рассматривается степень ее разработанности, формулируются цели и ставятся задачи исследований. Излагаются основные положения, выносимые на защиту, освещается теоретическая и практическая значимость работы, ее апробация.

Первая глава «Обзор-анализ приборов и средств метрологического обеспечения в области измерения потоков газа в вакууме» состоит из 4-х параграфов. В них проведен обзор современного состояния метрологического обеспечения в области измерений потока газа в вакууме, существующих методов и средств измерения потока газа в вакууме, кратко изложены их принципы действия и математические модели измерений, базирующиеся на основных законах газовой кинетики вакуумной техники. Проведен сравнительный анализ мировой эталонной базы в области измерений потока газа в вакууме.

Анализ современного состояния метрологического обеспечения в области измерений потоков газа в вакууме и его соответствия требованиям промышленности показал необходимость совершенствования эталонной базы в данной области измерений и перспективность разработки эталонной установки для поверки СИ потока газа в вакууме, т.к. используемая в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» потокометрическая установка наивысшей точности УПВО создавалась в 70-е – 80-е годы прошлого столетия, морально и физически устарела, а также обладала рядом недостатков, таких как:

- использование устаревших масляных откачных средств в составе установки;
- использование ртутного компрессионного манометра в составе установки;
- уплотнения и узлы вакуумной системы установки недостаточно герметичны, т.к. изготовлены из устаревших материалов по устаревшим технологиям;
- часть деталей и узлов установки выполнена из стекла;
- отсутствие в составе установки современных СИ парциальных давлений;
- присоединительные фланцы вакуумной установки выполнены по устаревшим стандартам и не позволяли присоединять современные СИ потока

газа в вакууме, а также современные средства откачки и СИ давления без изготовления специальных приспособлений и переходников.

Кроме того, анализ современного состояния средств измерений потока газа в вакууме, в том числе и эталонных, и их классификация, показали необходимость разработки поверочной схемы для СИ потока газа в вакууме, а также различных методик измерений потока газа, необходимых для предприятий и институтов РФ, опирающихся на современные государственные стандарты, такие как ГОСТ 28517-90 «Контроль неразрушающий. Масс-спектрометрический метод течеискания. Общие требования», ГОСТ Р 53177-2008 «Вакуумная техника. Определение характеристик масс-спектрометрического метода контроля герметичности».

На основании приведенных данных в диссертационной работе был принят комплексный подход к измерению потока газа в вакууме, включающий в себя три абсолютных метода измерений потока газа в вакууме:

- метод постоянного давления;
- метод накопления (кумуляционный);
- метод калиброванного «сопротивления» – редуционный.

Реализация всех трех абсолютных методов измерения потока газа на новой элементной базе позволила снизить недостатки эталонного комплекса в целом, а также дает возможность проводить самодиагностику всего комплекса в целом. Вторая глава «Математические модели измерения газовых потоков» состоит из 3-х параграфов. В них последовательно проведено исследование предельных измерительных возможностей методов воспроизведения единицы потока газа в вакууме и неопределенностей измерений потока газа методом постоянного давления. А также исследование составляющих неопределенности измерений потока газа методом накопления (кумуляционным); составляющих неопределенности измерений потока газа методом калиброванного сопротивления (редукции давления). Была рассмотрена специфика возможных типов неопределенностей: неопределенности, связанные с измерением давления; неопределенности, связанные с измерением изменений объема, занимаемого газом; неопределенности, связанные с измерением интервала времени измерений; неопределенности, связанные с измерением объема вакуумной системы; неопределенности, связанные с измерением перепада давления; неопределенности, связанные с измерением проводимости вакуумного элемента.

Проведенная оценка основных неопределенностей измерения потока газа в вакууме выбранными абсолютными методами измерений с учетом анализа

измерительных возможностей РФ таких величин, как длина, масса, время и давление, позволила произвести расчет точностных возможностей выбранных абсолютных методов, результаты которого приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Предельные измерительные возможности измерений потока газа в вакууме различными абсолютными методами

Метод измерений	Возможный диапазон измерений, Па·м ³ /с	Ожидаемые неопределенности измерений, %
Метод постоянного давления	$1 \cdot 10^{-17} - 1 \cdot 10^2$	(3,5 – 0,4)
Метод накопления (кумуляционный)	$1 \cdot 10^{-17} - 1 \cdot 10^2$	(5,0 – 0,5)
Метод калиброванного сопротивления (редукционный)	$1 \cdot 10^{-15} - 1 \cdot 10^3$	(3,5 – 0,4)

Следует отметить, что при расчете были сделаны следующие допущения: не учитывались конечность габаритов и объемов реальной вакуумной системы; расчет велся в предположении об идеальности вакуумной системы, однако реальная вакуумная система всегда имеет побочные потоки натекания извне, обусловленные негерметичностью вакуумной системы; не учитывались процессы газоотделения, протекающие на внутренних поверхностях реальной вакуумной системы, обусловленные свойствами газа, материалом и чистотой поверхности вакуумной системы; расчет неопределенностей велся в предположении о постоянстве температуры в процессе измерений потока газа и в предположении о постоянстве проводимости элемента малой проводимости вакуумной системы, т.е. соблюдении молекулярного режима течения газа.

При учете данных факторов были построены математические модели измерений потока газа абсолютными методами, которые позволили учесть реальные условия измерений потока газа. Данные математические модели выражены в виде систем уравнений и неравенств. Их можно разделить на статические модели измерений и динамические модели измерений. Так, статические модели измерений описываются следующими системами уравнений и неравенств:

Модель измерений методом постоянного давления

$$\left\{ \begin{array}{l}
 \Delta\% \rightarrow 0 \\
 (\cong *+, -. \\
 / \cong *+, -. \\
 1 = 1_2 - 1_4 \\
 1_5 = \frac{6}{7} \frac{8\Delta_i}{\Delta_i} < \\
 ? = 1 + ? (/) + ? (() + ? (D) + ? (-) \\
 ? (/) = \frac{\Delta_E^8}{\Delta_E} \\
 ? (() = - \frac{\Delta_E^8}{\Delta_E} \\
 ? (D) = D \frac{7}{68} \\
 ? (-) = - \frac{\Delta_i}{\Delta_i} \\
 F_{GHI}(1_5) = J \frac{F_{GHI}^K(/) + F_{GHI}^K(\Delta L) + F_{GHI}^K(\Delta\%) + F_{GHI}^K(() + F_{GHI}^K(?)}{ } \\
 F_{GHI}(1) = M \frac{N}{(NO \frac{P_E}{P_Q})_R} F_{GHI}^K(1_2) + \frac{N}{(NO \frac{P_Q}{P_E})_R} F_{GHI}^K(1_4)
 \end{array} \right. , \quad (1)$$

где Q, Q_i – поток газа (кг/с, Па·м³/с);

Q_0 – поток газа (кг/с, Па·м³/с), обусловленный негерметичностью вакуумной системы;

Q_Σ – поток газа (кг/с, Па·м³/с), включающей в себя измеряемый поток газа и поток газа, обусловленный негерметичностью вакуумной системы;

T – температура газа (К);

p – давление газа (Па) в измерительном объеме;

M – молярная масса газа (кг/моль);

R – универсальная газовая постоянная (Дж/(моль·К));

$\Delta \tau$ – интервал времени измерений (с);

ΔV – изменение объема (м³) за интервал времени измерений;

δ – суммарная поправка в уравнение измерений;

$\delta(p)$ – поправка на непостоянство поддержания давления;

$\delta(T)$ – поправка на нестабильность температуры;

$\delta(A)$ – поправка на собственное газоотделение вакуумной системы;

$\delta(s)$ – поправка на собственную быстроту откачки или газоотделения СИ давления и других приборов;

$\Delta_0 p$ – относительное изменение давления за интервал времени измерения;

$\Delta_0 T$ – относительное изменение температуры за интервал времени измерения;

$\Delta_0 V$ – относительное изменение объема за интервал времени измерения;
 s – быстрота откачки или газоотделения СИ давления и других приборов
 $(\text{м}^3/\text{с})$;

A – коэффициент поглощения газа поверхностью вакуумной системы;

$u_{\text{rel}}(p)$ – относительное стандартное отклонение измерения давления;

$u_{\text{rel}}(\Delta V)$ – относительное стандартное отклонение измерения изменений объема вакуумной системы;

$u_{\text{rel}}(\Delta t)$ – относительное стандартное отклонение измерения интервала времени;

$u_{\text{rel}}(T)$ – относительное стандартное отклонение измерения температуры;

$u_{\text{rel}}(\delta)$ – относительное стандартное отклонение измерения поправок;

$u_{\text{rel}}(Q)$ – относительное стандартное отклонение измерения потока газа;

$u_{\text{rel}}(Q_{\Sigma})$ – относительное стандартное отклонение измерения суммарного потока газа;

$u_{\text{rel}}(Q_0)$ – относительное стандартное отклонение измерения потока газа, обусловленного натеканием извне.

Модель измерений методом накопления (кумуляционным)

$$\left\{ \begin{array}{l} \Delta\% \rightarrow 0 \\ (\cong *+, -. \\ L \cong *+, -. \\ 1 = 1_2 - 1_4 \\ 1_5 = \frac{6}{7} \frac{\Delta\delta}{\Delta}; \frac{<}{>} \\ ? = 1 + ?(L) + ?(()) + ?(D) + ?(-) \\ ?(L) = \frac{\Delta_E}{\Delta_E\delta} \\ ?(()) = - \frac{\Delta_E}{\Delta_E\delta} \\ ?(D) = S \frac{7}{6}; \\ ?(-) = - \frac{8\Delta}{\Delta\delta} \\ F_{\text{GHI}}(1_5) = J \frac{F_{\text{GHI}}^K(L) + F_{\text{GHI}}^K(\Delta/) + F_{\text{GHI}}^K(\Delta\%) + F_{\text{GHI}}^K(()) + F_{\text{GHI}}^K(?)}{\dots} \\ F_{\text{GHI}}(1) = M \frac{N}{(NO \frac{P}{P} \frac{E}{Q})_R} F_{\text{GHI}}^K(1_2) + \frac{N}{(NO \frac{P}{P} \frac{Q}{E})_R} F_{\text{GHI}}^K(1_4) \end{array} \right. \quad (2)$$

где V – объем накопления (м^3);

Δp – изменение давления (Па) за интервал времени измерений;

$\delta(V)$ – поправка на непостоянство объема;

B – коэффициент поглощения газа поверхностью вакуумной системы;

$u_{rel}(V)$ – относительное стандартное отклонение измерения объема;

$u_{rel}(\Delta p)$ – относительное стандартное отклонение измерения изменений давления газа в вакуумной системе;

Динамические модели измерений описываются системой уравнений измерения потока газа методом калиброванного сопротивления (редукционным)

$$\left\{ \begin{array}{l} 1 = T \left(\frac{1}{K} - \frac{1}{N} \right) U_1 - \frac{VIII}{KX(8R08Y)} Z = T \left(\frac{1}{K} - \frac{1}{N} \right) (1 + ?([])) = T \Delta / ? \\ (\cong *+, -. \\ T = \sqrt{T_4} = \sqrt{114,35a} \text{ K}/4 \cdot d \frac{\text{---}}{6} \\ e \approx a \ll h = \frac{i > R}{\sqrt{Kk8l} \frac{R(>no)}{M}} \\ ? = (1 + ?([])) = 1 + \frac{VIII}{KX(8R08Y)} \\ F_{GHI}(T) = d4F_{GHI}^K(a) + \frac{N}{p} F_{GHI}^K(()) + F_{GHI}^K(\backslash) \\ F_{GHI}(1) = J \frac{F_{GHI}^K(T) + F_{GHI}^K(\Delta/) + F_{GHI}^K(?)}{\text{---}} \end{array} \right. , (3)$$

где U – проводимость калиброванного «сопротивления» ($\text{м}^3/\text{с}$);

p_2 – давление газа перед калиброванным «сопротивлением» (Па);

p_1 – давление газа за калиброванным «сопротивлением» (Па);

Δp – разность давлений (Па);

$\delta(q)$ – поправка на собственное газоотделение вакуумной системы;

q – удельное газоотделение с поверхности вакуумной системы;

Π – периметр отверстия калиброванного «сопротивления» (м);

l – длина калиброванного «сопротивления» (м);

U_0 – проводимость входного отверстия калиброванного «сопротивления» ($\text{м}^3/\text{с}$);

P – вероятность прохода калиброванного «сопротивления» молекулами газа;

d – диаметр отверстия калиброванного «сопротивления» (м);

L – длина свободного пробега молекул газа (м);

d_m – диаметр молекул газа (м);

C – постоянная Сезерленда (К);

k – постоянная Больцмана (Дж/К)

$u_{rel}(U)$ – относительное стандартное отклонение расчета проводимости калиброванного «сопротивления»;

$u_{rel}(d)$ – относительное стандартное отклонение измерения диаметра калиброванного «сопротивления»;

$u_{rel}(P)$ – относительное стандартное отклонение расчета вероятности;

$u_{rel}(\Delta p)$ – относительное стандартное отклонение измерения разности давления.

Данные модели позволили более точно определить метрологические параметры эталонной установки.

Третья глава «Практическая реализация эталонной установки» состоит из 7-ми параграфов. В них описаны общие инженерные решения, реализованные в эталонной установке, в основу которых легли также исследования путей повышения точности измерения потока газа за счет средств измерений давления.

Практическая реализация и анализ погрешности кумуляционного измерительного блока (КИБ) потребовали детального его описания, описания особенностей измерения потока этим блоком, а также описания результатов измерений и анализа неопределенности измерений.

В четвертом параграфе приведены данные о результатах практической реализации и анализ неопределенности редукометрического измерительного блока (РИБ) эталонной установки, описание устройства РИБ, основные методики его измерений, а также результаты измерений и анализ неопределенности измерений РИБ.

В отдельных параграфах были рассмотрены специфика использования жидкостно-механического измерительного блока, исследование дополнительных неопределенностей, возникших при практических измерениях потока газа в вакууме, методики калибровки вторичного эталона и поверочная схема для СИ потока газа в вакууме.

В целом данная глава посвящена практическим результатам разработки и внедрения эталонной установки. В ходе конструирования и создания эталонной установки были установлены ряд требований, предъявляемых к СИ давления и вакуума. На основании установленных требований выполнен обзор-анализ существующих на рынке РФ СИ давления, выявлены их достоинства и недостатки.

На основании оценок преимуществ и недостатков различных СИ давления для использования в составе эталонной установке были выбраны такие СИ давления, как:

- мембранно-емкостные датчики давления Баратрон 690А абсолютного типа и Баратрон 698А дифференциального типа в качестве основных СИ давления;

- тепловые вакуумметры в качестве вспомогательных СИ давления;

- ионизационные вакуумметры в качестве вспомогательных и основных СИ давления;

- гелиевый течеискатель и квадрупольный масс-спектрометр в качестве основных СИ давления и с целью использования в роли компаратора.

Датчики давления Баратрон многократно исследованы с помощью государственного специального эталона единицы давления для области абсолютных давлений в диапазоне от $1 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^3$ Па ГЭТ 49-80 и государственного специального эталона единицы давления для разности давлений в диапазоне $1 \cdot 10^{-1}$ до $1 \cdot 10^4$ Па ГЭТ 95-75. Следует отметить их высокую чувствительность, а также низкую неопределенность измерений: разброс показаний датчиков Баратрон в диапазоне от $5,0 \cdot 10^1$ до $1 \cdot 10^3$ Па не превышает 0,6 %.

Помимо прочего, наличие возможности подключения датчиков Баратрон к персональному компьютеру позволило разработать оригинальный алгоритм измерений потока газа в вакууме, который основывается на возможности непрерывной регистрации таких важных характеристик, как время, давление, величина изменения давления во времени.

Данный алгоритм был реализован группой авторов в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в виде программного обеспечения «Поток MKS 670 В», разработанного в программной среде LabView.

Разработанное программное обеспечение «Поток MKS 670 В» позволяет визуализировать основные параметры вакуумной системы и их изменения во времени в виде графиков, что, помимо прочего, позволяет лучше понять процессы, протекающие в вакуумной системе и выявить источники систематических погрешностей.

С учетом выбранных СИ давления, а также результатов анализа состояния рынка СИ потока газа в вакууме была разработана вакуумная схема эталонной установки. В ходе изготовления эталонной установки был реализован ряд оригинальных инженерных решений и новшеств. Так, вакуумная арматура и вакуумные камеры были изготовлены из нержавеющей стали с последующей электролитической полировкой внутренних поверхностей, что позволило существенно уменьшить площадь поверхности вакуумной системы и ее собственное газоотделение. Хотя данный вид обработки вакуумных изделий известен давно, однако в эталонном вакуумметрическом оборудовании ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» использован впервые. Помимо этого, для уменьшения собственного натекания в эталонной установке минимизировано

количество уплотнений из эластомеров, которые имеют высокую степень собственного газоотделения и негерметичности. Там, где невозможно отказаться от уплотнений из эластомеров, использованы уплотнения из витона, имеющего наименьшую степень собственного натекания и газоотделения. Основные соединения выполнены при помощи медных уплотнений, которые имеют низкую степень собственного натекания. Для уменьшения собственного газоотделения вакуумной системы в эталонной установке также предусмотрена возможность обезгаживания путем прогрева при постоянной вакуумной откачке. Для этого в установке использованы вакуумные клапаны с возможностью прогрева, а все разъемные вакуумные соединения установки выдерживают температуру до 200°C без потери герметичности. Помимо этого, разъемные соединения и соединительные фланцы вакуумной системы установки выполнены в соответствии с современными международными вакуумными стандартами, что позволяет использовать в составе эталонной установки унифицированное вакуумное оборудование и присоединять все типы СИ давления и потока газа в вакууме как отечественного, так и зарубежного производства. Также в эталонной установке были применены безмасляные средства создания и поддержания давления, такие как турбомолекулярный насос и многоступенчатый насос Рутса. Данные насосы удобны в эксплуатации, имеют автоматизированные режимы работы, обладают малыми габаритами и малой мощностью. Использование данных типов насосов по сравнению с ранее используемыми в аналогичных установках в РФ позволяет снизить собственное газоотделение вакуумной системы в целом за счет отсутствия паров масла в вакуумной системе, а также получать более высокий вакуум, вплоть до $10^{-7} - 10^{-8}$ Па.

Следует отметить, что для обеспечения компарирования различных СИ потока газа между собой, а также для измерения парциальных давлений различных газов и исследования состава смеси остаточных газов в состав установки были введены течеискатель гелиевый масс-спектрометрический MS-40 и квадрупольный масс-спектрометр HAL 8 RC RGA 51. Соединение измерительных блоков установки, реализующих различные принципы измерений, между собой и с компараторами осуществляется при помощи оригинального клапана, который представляет собой два проходных, соединенных последовательно и герметично сверхвысоковакуумных клапана, в заслонке одного из которых изготовлена конструкция для крепления диафрагмы малой проводимости U для реализации метода калиброванного сопротивления, а второй работает, как обычный отсечной клапан.

Для расчета проводимости диафрагмы было разработано программное обеспечение, совмещающее в себе несколько методов расчета, таких как метод Монте-Карло пробной частицы, метод эквивалентных поверхностей и метод угловых коэффициентов. В данном программном обеспечении реализована возможность расчета практически любой сложной реальной вакуумной системы путем ее замены на систему, состоящую из набора эквивалентных поверхностей с различными свойствами. Причем в качестве базовых эквивалентных поверхностей используются сфера и усеченный конус, поскольку любой усеченный конус легко превращается в цилиндр или окружность. Кроме того, в программном обеспечении реализован интересный алгоритм вылета частицы, что позволяет учитывать форму эмитирующей поверхности, а также дает возможность варьировать свойствами той или иной эквивалентной поверхности, например, законом отражения частиц от стенок элементов вакуумной системы.

В ходе дальнейших работ были проведены исследования метрологических характеристик эталонной установки с учетом метрологических характеристик, полученных при калибровке СИ длины, массы, времени и давления, вошедших в состав разработанной установки. С целью аттестации разработанной эталонной установки в качестве государственного вторичного (рабочего) эталона единицы потока газа в вакууме ГВЭТ 49-2-06 была разработана методика калибровки вторичного эталона и поверочная схема для СИ потока газа, приведенная на рисунке 1. Государственный вторичный (рабочий) эталона единицы потока газа в вакууме ГВЭТ 49-2-06 имеет следующие метрологические характеристики:

Диапазон измерений потока газа в вакууме, Па·м³/с $1 \cdot 10^{-12} - 1$.

Суммарная погрешность, характеризующаяся средним квадратическим отклонением результата измерений:

- в диапазоне $1 \cdot 10^{-12} - 1 \cdot 10^{-9}$ Па·м³/с 0,1 – 0,015

- в диапазоне $1 \cdot 10^{-9} - 1$ Па·м³/с 0,015.

Аттестованному в установленном порядке эталону ГВЭТ 49-2-06 присвоен номер 2.1.ZZB.0032.2014.

Утверждено
Зам. Директора
ФГУП ВНИИЭМ им. Д.И. Менделеева
от 2006г. В.С. Александров

Локальная поверочная схема для средств измерений потока газа в вакууме в диапазоне $10^{12} - 1 \text{ Па}\cdot\text{м}^3/\text{с}$

Государственный стандартный эталон единицы давления
для области абсолютных давлений $10^3 - 10^2 \text{ Па}$
 $S_{\delta} = 0,003$; $\Theta_{\delta} = 0,003$

Первичный эталон

Этапоны, заимствованные из других поверочных схем

Вторичный эталон

Этапоны

Рабочие средства измерений

Этапоны меры по ГОСТ 8.021-2005
 $10^4 \pm 10 \text{ мк}$
 $\delta = 2,9 \cdot 10^{-3} + 10 \text{ мк}$

Металлическая ленточка
 $\delta = 2,9 \cdot 10^{-3} + 20 \text{ мк}$

Измерительное устройство
 $S_{\delta} = 0,01$

Штирцовые меры длины по ГОСТ 8.763-2011
 $0,001 \pm 0,000 \text{ мм}$
 $\delta = (0,1 + 0,2L) \text{ мкм}$

Связка трех ленточек компаратора
 $\delta = 0,1 \text{ мкм}$

Рабочие этапоны времени по ГОСТ 8.129-99
 $1 \cdot 10^4 + 1 \cdot 10^2 \text{ с}$
 $S_{\delta} = 1 \cdot 10^{-11} + 1 \cdot 10^{-6}$

Измерительное устройство
 $S_{\delta} = 1 \cdot 10^{-11} + 1 \cdot 10^{-6}$

Вaporичный (рабочий) эталон единицы потока газа в вакууме в диапазоне $10^{12} - 1 \text{ Па}\cdot\text{м}^3/\text{с}$, $S_{\delta} = 0,1-0,015$

Металлическая ленточка
 $\delta = 0,1-0,06$

Этапоны градуировочные установочные
 $10^3 - 10^4 \text{ Па}\cdot\text{м}^3/\text{с}$
 $\delta = 0,30 + 0,03$

Металлическая ленточка
 $\delta = 0,3$

Металлическая ленточка
 $\delta = 0,11$

Этапоны редуцирующе-установочные
 $10^{12} - 10^4 \text{ Па}\cdot\text{м}^3/\text{с}$
 $\delta = 0,30 + 0,05$

Металлическая ленточка
 $S_{\delta} = 0,08$

Металлическая ленточка
 $\delta = 0,11$

Этапоны масс-составляющие потоковорные установочные
 $10^{12} - 10^4 \text{ Па}\cdot\text{м}^3/\text{с}$
 $\delta = 0,30 + 0,05$

Металлическая ленточка
 $\delta = 0,08$

Измерительное устройство
 $S_{\delta} = 0,15$

Этапоны жидкостные и жидкостные потоковорные
 $10^3 - 1 \text{ Па}\cdot\text{м}^3/\text{с}$
 $\delta = 0,10 + 0,03$

Измерительное устройство
 $S_{\delta} = 0,08$

Металлическая ленточка
 $S_{\delta} = 0,07$

Этапоны меры жидкой фазы и газовой
 $10^{12} - 1 \text{ Па}\cdot\text{м}^3/\text{с}$
 $\delta = 0,25 + 0,05$

Металлическая ленточка
 $S_{\delta} = 0,08$

Температура, $10^{12} - 1 \text{ Па}\cdot\text{м}^3/\text{с}$

Меры потока газа в вакууме, $10^{12} - 1 \text{ Па}\cdot\text{м}^3/\text{с}$

Механические и жидкостные потоковорные, $10^7 - 1 \text{ Па}\cdot\text{м}^3/\text{с}$, $\delta = 0,25-0,05$

Рисунок 1 – Поверочная схема для СИ потока газа в вакууме

Основные результаты

По итогам комплекса теоретических и экспериментальных работ были получены следующие основные результаты:

1. Проведен обзор-анализ СИ измерения потока газа в вакууме, в том числе и эталонных. В результате обзора проведена классификация существующих СИ потока газа в вакууме, а также определены и исследованы математические модели измерения потока газа в вакууме.

2. В ходе выполнения работ была разработана эталонная установка для поверки и калибровки мер потока газа в вакууме и течеискателей, которая прошла испытания и по результатам испытаний была утверждена в качестве государственного вторичного (рабочего) эталона ГВЭТ 49-2-06.

Рабочий эталон имеет следующие метрологические характеристики:

Диапазон измерений потока газа в вакууме, Па·м³/с $1 \cdot 10^{-12} - 1$.

Суммарная погрешность, характеризующаяся средним квадратическим отклонением результата измерений:

- в диапазоне $1 \cdot 10^{-12} - 1 \cdot 10^{-9}$ Па·м³/с 0,1 – 0,015

- в диапазоне $1 \cdot 10^{-9} - 1$ Па·м³/с 0,015.

3. На основании классификации СИ потока газа в вакууме, впервые разработана поверочная схема для СИ потока газа в вакууме.

4. Разработано программное обеспечение для реализации математических моделей течения газа через каналы различной конфигурации, которое было применено при расчёте проводимости диафрагмы редуктометрического измерительного блока.

5. Разработано программное обеспечение «Потока MKS 670 В», позволяющее одновременно реализовать несколько принципов и методов измерения потока газа в вакууме с использованием высокоточных датчиков «Баратрон». При этом данные многократных измерений сохраняются для последующей статистической обработки.

6. Проведены исследования наиболее существенных источников неопределенности измерений потока газа в вакууме, чувствительности измерительной вакуумной системы рабочего эталона к изменению температуры окружающего воздуха и неравномерности распределения ее по объему вакуумной системы.

7. Впервые ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» принял участие в международных сличениях в области измерений потоков газа в вакууме в рамках

проектов КООМЕТ 295/RU/2002 и ключевых международных сличениях по теме ССМ.Р-К12. В ключевых сличениях принимали участие такие страны, как Россия, США, Германия, Франция, Италия, Чехия, Словения, Япония, Китай, Индия, Сингапур. Во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» был проведен анализ полученных результатов с позиции их согласованности с другими участниками ключевых сличений. По результатам анализа были уточнена неопределенность измерений потока газа с величиной порядка 10^{-7} Па·м³/с.

Полученные результаты ключевых международных сличений позволяют опубликовать измерительные возможности РФ в области измерений потока газа в вакууме в международной базе данных измерительных возможностей различных стран.

8. На разработанном государственном вторичном эталоне ГВЭТ 49-2-06 проведены исследования метрологических характеристик и проведены испытания с целью утверждения типа различных СИ потока газа в вакууме, таких как:

- течеискатель Гелископ-1 (внесен в государственный реестр СИ под № 36435-07);
- меры потока (течи гелиевые) серии Гелит-1 и Гелит-2 (внесены в государственный реестр СИ под № 13133-09);
- установка потокометрическая вакуумная УПВ (внесена в государственный реестр СИ под № 41629-09);
- течеискатели масс-спектрометрические гелиевые серии ASM (внесены в государственный реестр СИ под № 48165-11);
- меры потока (течи гелиевые) серии 10xxxx, Fx4xxxx (внесены в государственный реестр СИ под № 48146-11);
- течеискатели масс-спектрометрические гелиевые серии Inficon UL1000, UL1000Fab, UL5000 (внесены в государственный реестр СИ под № 50369-12);
- течеискатель масс-спектрометрический гелиевый ТИ1-50И (внесены в государственный реестр СИ под № 58067-14);
- установка для контроля суммарной негерметичности и локализации мест течей деталей, сборочных единиц и агрегатов ракетно-космической техники нового поколения (договор № 231/527-2014 от 17.06.2014);
- установка воспроизведения микропотоков газов в вакууме (договор № 231/2274-2014 от 17.09.2014);
- течеискатель масс-спектрометрический гелиевый МС-4 (внесены в государственный реестр СИ под № 60980-15).

9. Разработаны и утверждены методики поверки мер потока газа в вакууме и течеискателей, методики аттестации испытательного оборудования, используемого при контроле герметичности и газоотделения, которые внедрены в ОАО «Информационные спутниковые системы им. академика М. Ф. Решетнева», г. Железногорск, ЗАО «Техноэксан», г. Санкт-Петербург, ФГУП «НПО «ТЕХНОМАШ», г. Москва и в Саранском филиале ОАО «Научно-исследовательский институт технической физики и автоматизации» (СФ ОАО «НИИТФА»), г. Саранск.

10. Разработанный государственный вторичный (рабочий) эталон ГВЭТ 49-2-06 позволяет ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» осуществлять поверку и калибровку средств измерений потоков газа в вакууме и удовлетворять потребности промышленности РФ в этой сфере.

Решение поставленных в работе задач позволило построить государственную систему метрологического обеспечения РФ в области потока газа в вакууме и имеет существенное значение для таких высокотехнологичных отраслей промышленности, как «Авиакосмическая промышленность», «Атомная энергетика» и «Оборонная промышленность».

Публикации по теме диссертации

1 В.Н. Горобей, А.А. Чернышенко, Я. Крч-Турба, А. Ширицова. Сличение национальных эталонов России и Словакии в области молекулярных потоков в вакууме. Вакуумная техника и технология, Том 17 № 4, 2007, с. 301-303 (из перечня ВАК).

2 В.Н. Горобей, А.А. Чернышенко, И.П. Колчанов. Разработка градуировочной схемы для масс-спектрометрического контроля герметичности сборок космических аппаратов в вакуумной камере. Вакуумная техника и технология. Том 22 № 4, 2012, с. 207-211 (из перечня ВАК).

3 А.М. Полянский, В.А. Полянский, А.Н. Пронин, В.Н. Горобей, А.А. Чернышенко. Метрологическое обеспечение измерений содержания водорода в материалах для повышения технологической безопасности объектов оборонного комплекса. Вестник метролога № 4, 2012, с. 30-33.

4 В.Н. Горобей, Н.Р. Николаева, А.А. Чернышенко, А.Ю. Бойцов, С.Д. Дубровкин. Результаты испытаний с целью утверждения типа течеискателей гелиевых «Гелископ-1». Главный метролог № 3, 2008, с. 25-29.

5 В.Н. Горобей, А.А. Чернышенко. Рабочий эталон единицы потока газа в вакууме ВЭТ 49-2-2006. Измерительная техника №3, 2007, с. 45-48 (из перечня ВАК).

6 В.Н. Горобей, А.А. Чернышенко, Д.М. Фомин. Метрологическое обеспечение в области молекулярных потоков газа в вакууме. Приборы № 8 (122), 2010, с. 36-38.

7 V.N. Gorobej, A.A. Chernysenko, J. Krc-Turba, A. Siricova. Results of international comparison of standards of Russia and Slovakia in field of molecular flow in vacuum. Metrologia a skusobnictvo 12 (2), Slovakia, 2007, s. 23-25.

8 Чернышенко А.А. Теоретико-прикладные положения поверки средств измерений потока газа в вакууме. СПб.: Издательство «Студия «НП-Принт», 2014, с. 136, ил.

9 В.Н.Горобей, Н.Р. Николаева, А.А. Чернышенко, И.П.Колчанов, К.Н.Усачев. Утверждение типа течеискателей масс-спектрометрических гелиевых серии ASM. Материалы IX международной научно-технической конференции «Вакуумная техника, материалы и технология, 2014, с. 207-211, ил.

10 В.Н.Горобей, А.В.Талалай, А.А.Чернышенко, Ю.Т.Викторко. Модернизированный вторичный эталон единицы низкого абсолютного давления ВЭ-13-13. Измерительная техника, № 3, 2015, с.3-5, ил. (из перечня ВАК).

11 А.А.Чернышенко. Государственный вторичный (рабочий) эталон единицы потока газа в вакууме ГВЭТ 49-2-2006. Вакуумная техника и технология. Том 25 № 2, 2015, с.66-70, ил., (из перечня ВАК).

Личный вклад автора:

Автором проведен анализ методов и средств воспроизведения, хранения и передачи единицы потока газа в вакууме; предложены математические модели измерений потока газа, учитывающие реальные условия проведения измерений; выполнены расчеты неопределенности. Автором разработана и сконструирована эталонная установка для поверки мер потока газа в вакууме и течеискателей; проведены экспериментальные исследования, по результатам которых установлены метрологические характеристики установки; выполнены работы по утверждению установки в качестве вторичного эталона; разработана поверочная схема. Выполнены измерения на установке в рамках пилотного и ключевого сличений (КООМЕТ 295/RU/2002, ССМ.Р-К12).

Тиражирование и брошюровка выполнены
в центре «Университетские телекоммуникации»
г. Санкт-Петербург, Кронверский пр., 49, тел. (812) 233-46-69
Объем 1,0 п.л., тираж 100 экз.