

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

---

На правах рукописи

УДК 53.082.32

**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**

**ДИССЕРТАЦИЯ**

**на соискание ученой степени кандидата технических наук**

**Научный руководитель:  
к.т.н., с.н.с. В.Н. Горобей**

**Санкт-Петербург**

**2015 г.**

## ОГЛАВЛЕНИЕ

ГЛАВА 1. Обзор-анализ приборов и средств метрологического обеспечения в области измерения потоков газа в вакууме .....	12
1.1 Современное состояние метрологического обеспечения в области измерений потока газа в вакууме и его соответствие требованиям промышленности.....	12
1.2 Сравнительный анализ существующей эталонной базы в области измерений потока газа в вакууме .....	20
1.3 Анализ практической реализации методов измерений потока газа в вакууме ..	26
1.4 Выводы к главе 1 .....	32
ГЛАВА 2. Математические модели измерения газовых потоков .....	36
2.1 Исследование предельных измерительных возможностей методов воспроизведения единицы потока газа в вакууме .....	37
2.1.1 Исследование неопределенностей измерений потока газа методом постоянного давления .....	37
2.1.1.1 Неопределенности, связанные с измерением давления. ....	38
2.1.1.2 Неопределенности, связанные с измерением изменений объема .....	38
2.1.1.3 Неопределенности, связанные с измерением интервала времени измерений	40
2.1.1.4 Анализ предельных измерительных возможностей метода постоянного давления.....	41
2.1.2 Исследование составляющих неопределенности измерений потока газа методом накопления (кумуляционным).....	42
2.1.2.1 Неопределенности, связанные с измерением объема.....	43
2.1.2.2 Погрешности, связанные с измерением изменений давления.....	44
2.1.2.3 Анализ предельных измерительных возможностей метода накопления .....	44
2.1.3 Исследование составляющих неопределенности измерений потока газа методом калиброванного сопротивления (редукции давления).....	45
2.1.3.1 Неопределенности, связанные с измерением перепада давления.....	46
2.1.3.2 Неопределенности, связанные с измерением проводимости элемента. ....	46
2.1.3.3 Анализ предельных измерительных возможностей редукционного метода	47
2.1.4 Выводы к параграфу .....	48
2.2 Математические модели методов измерений газовых потоков .....	49

2.2.1 Статические модели измерений.....	52
2.2.2 Динамические модели измерений .....	62
2.3 Выводы к главе 2 .....	65
ГЛАВА 3. Практическая реализация эталонной установки .....	70
3.1 Исследование путей повышения точности измерения потока газа за счет средств измерения давления .....	70
3.2 Общие инженерные решения, реализованные в эталонной установке .....	78
3.3 Практическая реализация и анализ погрешности кумуляционного измерительного блока.....	81
3.3.1 Устройство кумуляционного измерительного блока .....	81
3.3.2 Измерение потока газа кумуляционным измерительным блоком .....	84
3.3.3 Обработка результатов измерений и анализ неопределенности измерений кумуляционного измерительного блока .....	90
3.4 Практическая реализация и анализ неопределенности редуктометрического измерительного блока эталонной установки.....	96
3.4.1 Устройство редуктометрического измерительного блока .....	96
3.4.2 Методика измерений редуктометрического измерительного блока.....	99
3.4.3 Обработка результатов измерений и анализ неопределенности измерений редуктометрического измерительного блока .....	101
3.5 Использование жидкостно-механического измерительного блока .....	109
3.6 Исследование дополнительных неопределенностей, возникших при практических измерениях потока газа в вакууме .....	110
3.7 Методика калибровки вторичного эталона и поверочная схема для СИ потока газа в вакууме.....	115
3.8 Выводы к главе 3 .....	116
ЗАКЛЮЧЕНИЕ .....	119
СПИСОК ИСТОЧНИКОВ.....	127

## **ВВЕДЕНИЕ**

### **Актуальность проблемы**

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 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, поступающего в технический объект или истекающего из него, 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, имеющееся в РФ эталонное 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 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, удовлетворяющего требованиям поверочно-калибровочной деятельности в области измерений потока газа в вакууме, требованиям Приоритетных направлений развития науки, технологий и техники в Российской Федерации (утв. Указом Президента РФ от 7 июля 2011 г. № 899) 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 глубокую 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 калибровки вторичного эталона по первичному;

- впервые ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» принял участие в международных сличениях эталонов единиц потока газа в вакууме Словацкого метрологического института и ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» по теме КОOMET 295/RU/2002, и ключевых международных сличениях эталонов единиц потока газа в вакууме 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 поверочно - калибровочная деятельность 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. Течеискателей 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;

9. Установка воспроизведения микропотоков газов в вакууме;

10. Течеискатель масс-спектрометрический гелиевый МС-4.

- 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;
- X-м международном научно-техническом семинаре «Разработка, производство, применение и метрологическое обеспечение средств измерений давления и вакуума» с 14 по 16 ноября 2006 года;
- Ученом Совете ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 21 марта 2006 года;
- международном конгрессе «51<sup>st</sup> IUVSTA Workshop on Modern Problems and Capability of Vacuum Gas Dynamics» с 9 по 12 июля 2007 года;
- международном конкурсе «Лучший молодой метролог KOOMET-2009» с 14 по 15 апреля 2009 года;
- международной конференции «3<sup>rd</sup> International Metrology Conference SAFMET 2010» с 19 по 23 апреля 2010 года;

- IX международной научно-технической конференции «Вакуумная техника, материалы и технология» с 15 по 17 апреля 2014 года;

- научно-технической конференции «Вакуумная техника и технологии» с 17 по 18 июня 2015 года;

- 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 страница машинописного текста, включая 20 рисунков, 16 таблиц и списка источников из 120 наименований.

## **ГЛАВА 1. Обзор-анализ приборов и средств метрологического обеспечения в области измерения потоков газа в вакууме**

### **1.1 Современное состояние метрологического обеспечения в области измерений потока газа в вакууме и его соответствие требованиям промышленности**

В условиях высокой конкуренции в высокотехнологичных и инновационных отраслях промышленности РФ важное значение имеют такие факторы, как качество продукции, надежность и сроки эксплуатации. Измерение потока газа в вакууме в этих условиях приобретает высокое значение, в частности при испытаниях на герметичность, контроле качества выпускаемой продукции, анализе химического состава конструкционных материалов и т.д. В таблице 1.1.1 приведены наиболее распространенные области использования методов и аппаратуры для измерения потока газа в вакууме и их основные решаемые задачи в различных отраслях промышленности.

Таблица 1.1.1 – Области использования методов и аппаратуры для измерения потока газа в вакууме в различных отраслях промышленности

Отрасль	Области использования СИ потока газа в вакууме	Задачи проводимых измерений потока газа
Авиакосмическая промышленность	Системы жизнеобеспечения летательных аппаратов. Корпуса, отсеки, крылья, фюзеляжи. Детали и узлы систем топлива, сжатого воздуха, масла.	Обеспечение высокой надежности узлов и сборок летательных аппаратов. Обеспечение гарантийного ресурса работы узлов.
Атомная энергетика	Получение, полный цикл жизни и утилизация ядерного топлива.	Безопасность жизнедеятельности человека и окружающей

	Трубные системы котлов и атомных реакторов.	среды. Безаварийная и экономичная работа электростанций.
Оборонная промышленность	Создание вооружений, уничтожение химического оружия, анализ прочности материалов.	Обеспечение безопасности человека и окружающей среды. Обеспечение надежной и безаварийной работы узлов и деталей.
Автомобильная промышленность	Арматура, золотники, элементы и узлы сжатого воздуха, детали и узлы двигателей, баки распределителей, солонны, двери.	Обеспечение безопасности, как транспортного средства. Обеспечение надежной работы узлов автомобилей.
Газовая промышленность	Трубопроводы высокого и низкого давления. Детали и узлы газовых плит.	Обеспечение требуемой степени герметичности, с целью исключения загазованности. Обеспечение надежной работы приборов газовой автоматики.
Пищевая промышленность	Тара для продуктов. Полимерные упаковки.	Обеспечение сохранности продуктов в течении гарантийного срока.
Производство бытовых приборов	Детали, узлы и сборки холодильников, стиральные	Обеспечение надежной работы агрегатов в

	машины, кондиционеры и другое	течении гарантийного срока.
Судостроение	Арматура, трубопроводы, элементы и узлы двигателей, приборные узлы, отсеки, иллюминаторы, топливные системы и другие изделия	Обеспечение надежной работы систем судов и кораблей.
Химическая промышленность	Технологическое оборудование, детали, узлы и сборки средств индивидуальной защиты. Аэрозольные упаковки для лаков, красок и других продуктов. Полимерные изделия, тара и другие изделия.	Обеспечение гарантированной герметичности устройств индивидуальной защиты человека. Обеспечение заданной герметичности упаковок для хранения продуктов в течении гарантийного срока.
Химическое и нефтяное машиностроение	Уплотнения, арматура, клапаны, сильфоны, насосы, трубопроводы, сосуды Дьюара, теплообменники, реакторы, ректификационные колонны и т.д.	Обеспечение требуемой степени герметизации технологического оборудования. Снижение загрязнений окружающей среды. Повышение надежности работы основного оборудования.

Наиболее распространенные СИ потока газа в вакууме – это течеискатели и меры потока газа в вакууме, а также различные комплексы для измерения потока газа в вакууме и контроля герметичности при испытании оборудования.

Существующие СИ потока газа в вакууме классифицируются следующим образом:

1. Меры потока газа в вакууме – представляет собой сосуд, из которого при определенных условиях истекает поток газа постоянной величины. Меры потока газа разделяют по принципу действия на капиллярные и, диффузионные. Типичными метрологическими характеристиками для мер потока являются:

- величина воспроизводимого потока;
- доверительные границы воспроизводимых потоков при доверительной вероятности 0,95;
- температурные поправки;
- величина изменения потока за год.

В таблице 1.1.2 приведены некоторые метрологические характеристики мер потока различных производителей.

Таблица 1.1.2 – Метрологические характеристики мер потока различных производителей на рынке РФ

№	Обозначение	Организация - производитель	Диапазон воспроизводимых потоков, Па·м <sup>3</sup> /с	Доверительные границы, %	Возможные газы
1.	Гелит-1	СФ ОАО «ВНИИТФА», Россия	$7 \cdot 10^{-10} - 2 \cdot 10^{-8}$	±15	Гелий
	Гелит-2		$3 \cdot 10^{-11} - 7 \cdot 10^{-10}$	±20	Гелий
2.	Контрольная течь с манометром(КТМ)	ОАО «НИИ «Гермес», Россия	$1,33 \cdot 10^{-8} - 2,66 \cdot 10^{-5}$	±20	Водород, гелий, азот, другие газы
3.	Мера потока водорода в вакууме	НПО «Пучковые технологии», Россия	$\sim(1 \cdot 10^{-8} - 1 \cdot 10^{-6})$	±(7-3)	Водород.

4.	10XXXX FX4XXX	Адиксен, Франция	$1 \cdot 10^{-10} - 3 \cdot 10^{-5}$	$\pm(15-10)$	Водород, гелий, хладоны.
5.	TL series, S-TL series	Инфикон, Германия	$\sim(10^{-10} - 10^{-5})$ $\sim(10^{-7} - 10^{-5})$	$\pm(30-10)$	Водород, гелий, хладоны.
6.	OM series, PM series, EMOT series, SC series,	Vic leak detection, США	$\sim(10^{-10} - 10^{-4})$ $\sim(10^{-11} - 10^{-6})$ $\sim(10^{-7} - 10^{-2})$ $\sim(10^{-10} - 10^{-4})$	$\pm(30-10)$	Гелий, другие газы.

2. Течеискатели – компараторы, предназначенные для сравнения величины неизвестного потока с известным (эталонным), например, с потоком от меры потока газа.

Течеискатели бывают масс-спектрометрические, радиоактивные, галогенные, ультразвуковые, катарометрические, химические и т.д. Для течеискателей, как для компараторов, важны следующие характеристики:

- диапазон измеряемых потоков;
- погрешность измерения;
- чувствительность;
- минимальный регистрируемый поток (порог чувствительности).

В таблице 1.1.3 приведены некоторые метрологические характеристики масс-спектрометрических течеискателей.

Таблица 1.1.3 – Метрологические характеристики масс-спектрометрических течеискателей, различных производителей на рынке РФ

№	Обозначение	Организация - производитель	Диапазон измеряемых потоков, Па·м <sup>3</sup> /с	Погрешность, %
1	Гелископ-1	ФГУП «ЦКБМ», Россия	$7 \cdot 10^{-11} - 2 \cdot 10^{-8}$	$\pm 75$
2	ТИ1-50	ОАО «Завод «Измеритель», Россия	$5 \cdot 10^{-13} - 10^{-5}$	$\pm(30+100Q_{\text{нпн}}/Q)$



3	МС-4	ООО «НПФ «Прогресс», Россия	$7 \cdot 10^{-11} - 10^{-4}$	$\pm(50+100Q_{\text{нпф}}/Q)$
4	ASM серия	Adixen, Франция	$5 \cdot 10^{-13} - 10^{-1}$	$\pm(15+100Q_{\text{нпф}}/Q)$
5	UL1000, UL1000Fab, UL5000	Inficon, Германия	$5 \cdot 10^{-13} - 10^{-2}$	$\pm(15+100Q_{\text{нпф}}/Q)$
6	MS40, MS50, MS60	VIC leak detection, США	$5 \cdot 10^{-13} - 10^{-5}$	Нет достоверных данных
7	PhoenixXL300	Leybold vacuum, Германия	$5 \cdot 10^{-13} - 1 \cdot 10^{-2}$	Нет достоверных данных
8	MSE-2000R	Shimadzu precision instruments, inc., Япония	$5 \cdot 10^{-13}$ – нет достоверных данных	Нет достоверных данных
9	MSE-2000R	Shimadzu precision instruments, inc., Япония	$5 \cdot 10^{-13}$ – нет достоверных данных	Нет достоверных данных

где  $Q_{\text{нпф}}$  – нижний предел измерения течеискателя,

$Q$  – измеряемый течеискателем поток газа.

3. Комплексы для контроля герметичности – комплексы, включающей в себя средства создания и поддержания давления, вакуумную аппаратуру и СИ измерения потока газа в вакууме. Как правило, в качестве СИ используется масс-спектрометрический течеискатель и мера или набор мер потока газа в вакууме. Наибольшее распространение комплексы для контроля герметичности получили в электронной, атомной и авиакосмической промышленности. Обычно диапазон измерений таких комплексов находится в пределах от  $1 \cdot 10^{-11}$  до  $1 \cdot 10^{-1}$  Па·м<sup>3</sup>/с.

4. Установки для измерения потока газа в вакууме – как правило, применяются для измерения величины потока газа в вакууме от мер потока и различных стандартных образцов, а также для поверки и калибровки указанных

выше СИ потока газа в вакууме. В настоящий момент времени в РФ несколько таких установок.

В таблице 1.1.4 приведены некоторые метрологические характеристики известных потокомерных установок.

Таблица 1.1.4 – Метрологические характеристики потокомерных установок

№	Обозначение	Организация - производитель	Метод измерения	Диапазон измеряемых потоков, Па·м <sup>3</sup> /с	Погрешность, %
1	ИГТК Измеритель гелиевых течей контрольных	СФ ОАО «ВНИИТФА», Россия	Сравнение с известным потоком при помощи масс-спектрометра.	$1 \cdot 10^{-11} - 1 \cdot 10^{-8}$	± 10
2	УПВ1-И Установка потоко-метрическая вакуумная	ОАО «Завод «Измеритель», Россия	Сравнение с известным потоком при помощи масс-спектрометра.	$3 \cdot 10^{-11} - 2 \cdot 10^{-8}$	± 10
3	УПВ Установка потоко-метрическая вакуумная	ОАО «Машиностроительный завод», Россия	Сравнение с известным потоком при помощи масс-спектрометра.	$1 \cdot 10^{-10} - 1 \cdot 10^{-8}$	В диапазоне от $1 \cdot 10^{-10}$ до $7 \cdot 10^{-10}$ – ± 20 %. В диапазоне свыше $7 \cdot 10^{-10}$ до $1 \cdot 10^{-10}$ – ± 15 %.

4	УПВО Установка поток- метрическая вакуумная образцовая	ОАО «Вакууммаш», Россия	Метод накопления, метод постоянного давления, сравнение с известным потокм при помощи масс-спектрометра	$1 \cdot 10^{-9} - 1$	$\pm (10-1,5) \%$
5	Нет данных	ОАО «НИИ «Гермес», Россия	Пузырь- ковый метод.	нет достоверных данных	нет достоверных данных
6	Установка воспроизвед ения микро- потокм газов в вакууме.	ФГУП «НПО «Техномаш», Россия	Сравнение с известным потокм при помощи масс- спектрометра.	$9 \cdot 10^{-11} - 9 \cdot 10^{-5}$	В диапазоне от $9 \cdot 10^{-11}$ до $9 \cdot 10^{-9}$ – $\pm 50 \%$ . В диапазоне свыше $9 \cdot 10^{-9}$ до $9 \cdot 10^{-5}$ – $\pm 20 \%$ .

Приведенный выше анализ позволяет сделать следующие выводы о состоянии метрологического обеспечения СИ потока газа в вакууме:

1. В настоящий момент количество СИ потока газа в вакууме, используемых промышленностью РФ, постоянно растет, поскольку вакуумные технологии проникают все в большее количество сфер деятельности человека. Так, по данным ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» количество обращений предприятий РФ с целью проведения калибровок и поверок СИ потока газа в вакууме увеличилось более чем в 4 раза в период с 2000 по 2012 год.

2. Помимо увеличения количества СИ потока газа в вакууме значительно расширилась и номенклатура приборов для измерения потока газа в вакууме. Появились импортные СИ потока, которые устанавливают дополнительные требования к метрологическому обеспечению в области потока газа в вакууме.

3. В связи с повышением требований надежности и безопасности в атомной, электронной и авиакосмической промышленности растут требования к точности измерений СИ потока газа в вакууме.

4. Метрологическое обеспечение СИ потока газа в вакууме в РФ включает в себя ряд эталонных установок. Однако большая часть из них создавалась более 30 лет назад, что не позволяет обеспечить необходимую точность поверки и калибровки СИ потока газа в вакууме.

По данным [34] для метрологического обеспечения СИ потока газа в вакууме также характерны следующие недостатки:

1. Несоответствие понятий в ОСТах для атомной, аэрокосмической и судостроительной промышленности. Требования к СИ потока газа в вакууме в различных документах задается по разному.

2. Методики измерений и испытаний, которым должен строго следовать специалист, принимающий решение о годности продукции, СИ и т.д. написаны в расчете на использование конкретных, зачастую уже снятых с производства, моделей СИ потока газа в вакууме.

Помимо указанных выше недостатков необходимо отметить следующий:

3. Отсутствие государственного первичного эталона и государственной поверочной схемы в области СИ потока газа в вакууме.

## 1.2 Сравнительный анализ существующей эталонной базы в области измерений потока газа в вакууме

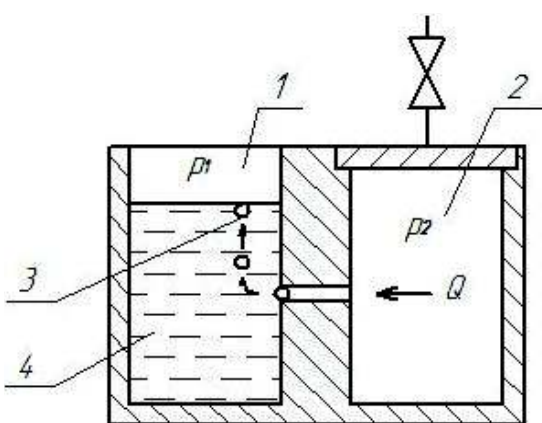


Рисунок 1.2.1 – Схема измерения методом газовых пузырей

В ходе работ был произведен обзор эталонной базы в области измерений потока газа в вакууме, реализующей абсолютные методы измерений потока. Так в 70 – 80-е годы прошлого века в СССР был создан ряд потокометрических установок, приведенных в таблице 1.1.4, в т.ч. установка, используемая для калибровки мер потока газа в вакууме в ОАО «НИИ «Гермес». В данной установке

реализован метод постоянного давления, который использует образование

газовых пузырей. Схема измерения методом газовых пузырей приведена на рисунке 1.2.1.

При вытекании газа из объема 2 в объем 1 при  $p_2 > p_1$  газовый поток может быть рассчитан по скорости  $dN/d\tau$  возникновения и объему  $V_{\text{п}}$  газовых пузырей 4, возникающих в жидкости 3

$$Q = V_{\text{п}} p_1 \frac{dN}{d\tau}. \quad (1.2.1)$$

Однако данный метод обладает достаточно низким нижним пределом измерения, поскольку наличие жидкости в вакуумной системе увеличивает влияние сорбционно-десорбционных процессов за счет давления насыщенных паров жидкости.

Метод постоянного давления нашел свою реализацию и в эталонной потокометрической установке УПВО [36] в виде жидкостно-механического потокомера. Метрологические характеристики данной установки указаны в таблице 1.1.4. Вакуумная принципиальная схема жидкостно-механического потокомера приведены на рисунке 1.2.2.

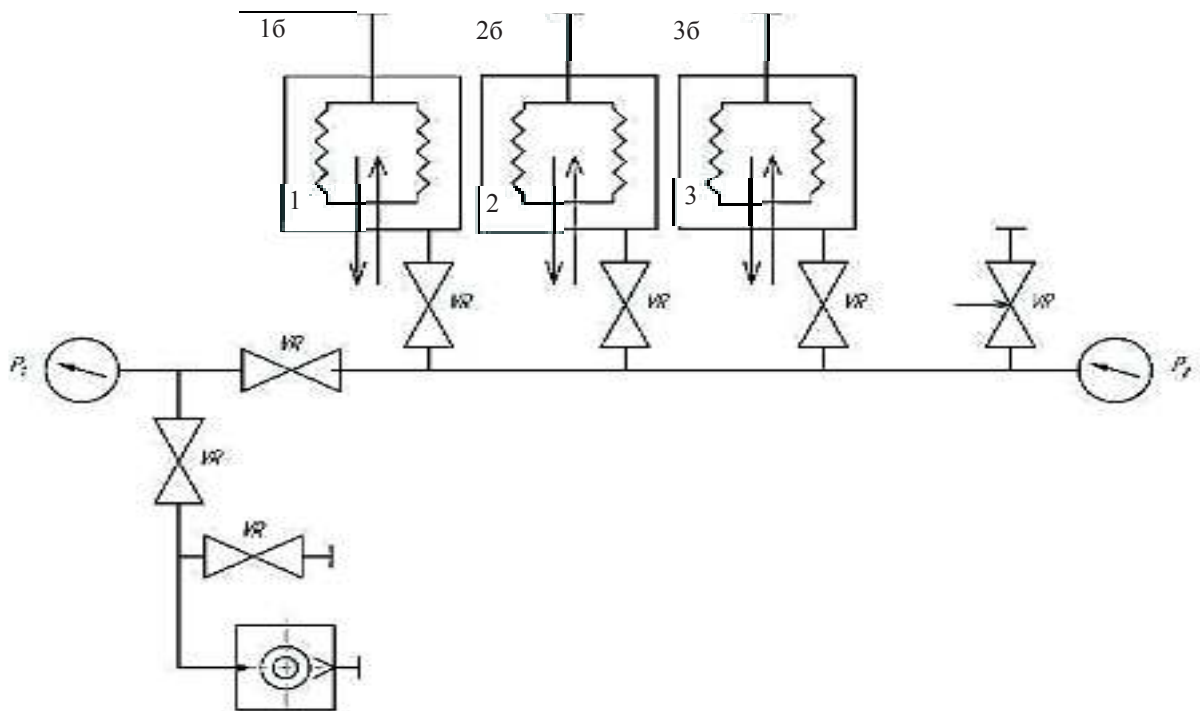


Рисунок 1.2.2 – Принципиальная вакуумная схема измерений жидкостно-механического потокомера из состава УПВО.

В жидкостно-механическом потокомере истечение газа происходит в вакуумные камеры 1,2 и 3, присоединенные к вакуумной системе при помощи клапанов  $VR$ , причем истечение может происходить, как в одну камеру, так и во все три. За счет этого варьируется диапазон измеряемых потоков. Измерение изменения объема происходит при помощи измерительных бюреток 1б, 2б и 3б, которые соединены с вакуумными камерами при помощи сильфонов, позволяющих, в свою очередь, изменять объем вакуумных измерительных камер. При этом происходит поддержание постоянного давления в вакуумных камерах потокомера и его измерение при помощи высокоточного вакуумметра.

Уравнение измерений жидкостно-механического потокомера

$$Q = Kp \frac{dh}{dt}, \quad (1.2.2)$$

где  $K$  – постоянная измерительной бюретки, зависящая от геометрических параметров бюретки;

$p$  – поддерживаемое и измеряемое давление в вакуумных камерах;

$dh$  – изменение уровня жидкости в измерительной бюретке за интервал измерений;

$dt$  – интервал измерений.

Установка УПВО представляет собой интерес и потому, что в ней впервые в нашей стране был реализован комплексный подход к измерению потока газа в вакууме на современном на тот момент времени оборудовании. Разработкой и созданием образцовой потокометрической вакуумной установки занимался В.В. Кузьмин. В работах [36, 80, 84] подробно рассматривается принцип действия и описание установки УПВО.

Помимо метода постоянного давления образцовая потокометрическая вакуумная установка УПВО также реализует методы накопления и калиброванного сопротивления (редукционный).

Так, на рисунке 1.2.3 приведена измерительная принципиальная вакуумная схема накопительного (кумуляционного) метода, реализованного в установке УПВО.

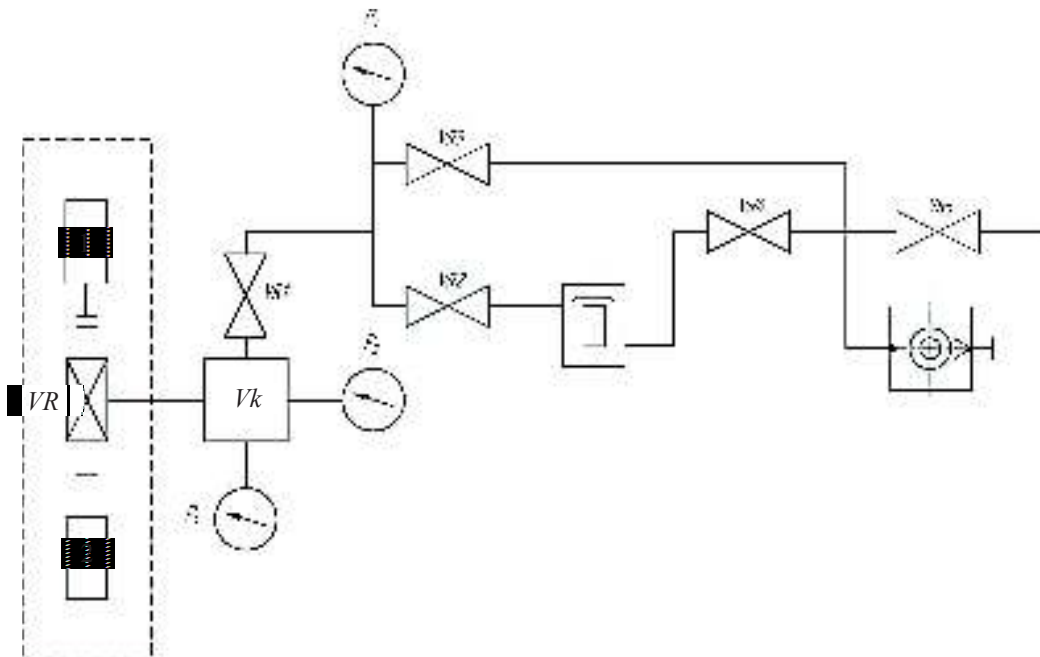


Рисунок 1.2.3 – Принципиальная вакуумная схема измерений кумуляционного метода

Как видно из схемы, накопление газа происходит в калиброванном объеме  $V_k$ , к которому поочередно при помощи трехходового крана  $V_R$  подсоединяются источники потока газа 1 и 2. Изменение давления в измерительной камере происходило при помощи ртутного компрессионного манометра Мак-Леода  $p_1$ . Отсечение измерительной камеры от вакуумной системы производится при помощи клапана  $V_{R1}$ . В данной конструкции В.В.Кузьминым было реализовано такое инженерное решение, как «холостая течь», т.е. течь, идентичная калибруемому источнику потока, но из которой удален пробный газ. Введение «холостой течи» дало возможность учитывать побочные потоки собственного натекания вакуумной системы и позволило производить измерения, как потока от источника потока, так и побочных потоков, существующие в присоединительных трубопроводах вакуумной системы установки.

Уравнение измерения кумуляционного метода, реализованного в установке УПВО

$$Q = \frac{V}{\Delta\tau} [(p - p_0) - (p' - p'_0)], \quad (1.2.3)$$

где  $V$  – калиброванный объем;

$\Delta\tau$  – интервал времени накопления;

$p_0$  – давление в вакуумной камере в начальный момент времени при измерении потока от источника;

$p'_0$  – давление в вакуумной камере в начальный момент времени при измерении потока от «холостой течи»;

$p$  – давление в вакуумной камере в конечный момент времени при измерении потока от источника;

$p'$  – давление в вакуумной камере в конечный момент времени при измерении потока от «холостой течи».

Реализация метода калиброванного сопротивления (редукционного) в установке УПВО приведена на рисунке 1.2.4.

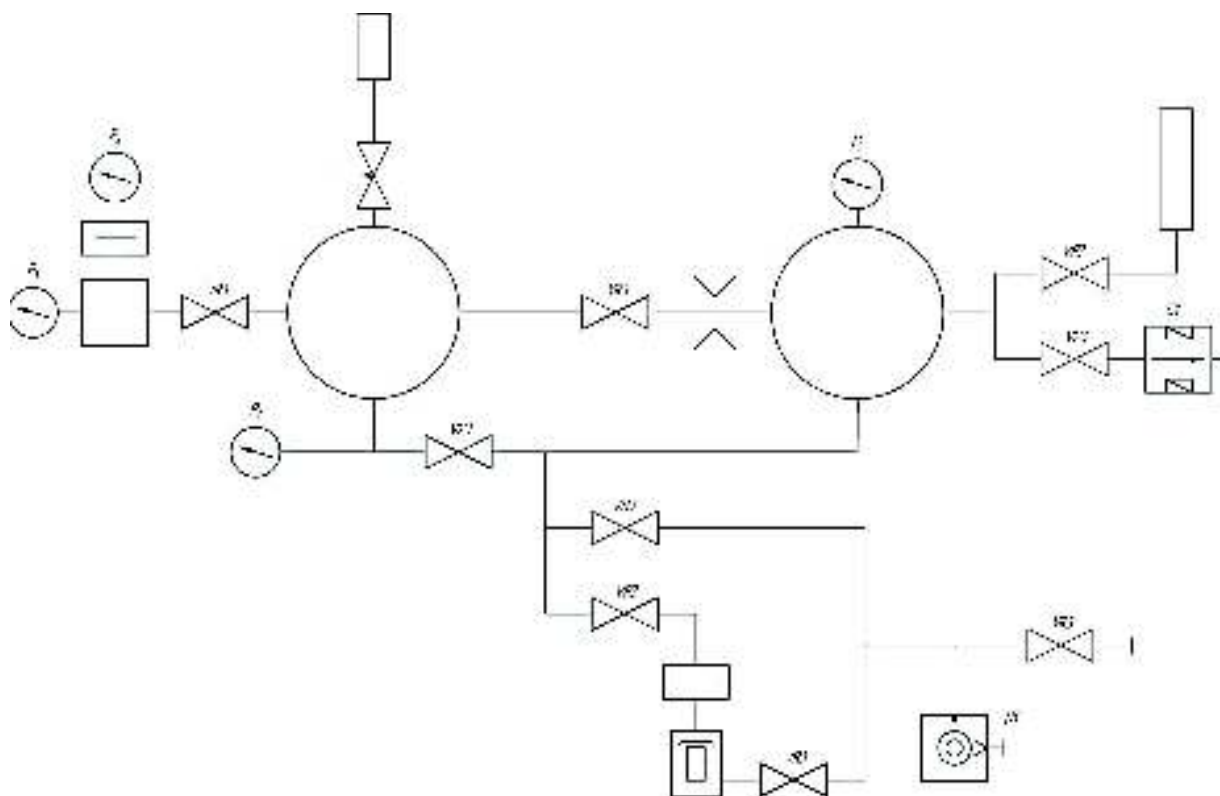


Рисунок 1.2.4 – Принципиальная вакуумная схема измерений редуционного метода

Здесь в высоковакуумную камеру  $V_x$  поступает поток от измеряемого источника течи, который сравнивается с известным потоком из измерительной камеры  $V_n$  через диафрагму малой проводимости  $U$ , определяемой геометрическими размерами диафрагмы. Давление в измерительной камере



измерялось при помощи компрессионного вакуумметра Мак-Леода  $P_3$ . Поток от неизвестной течи определяется в соответствии с уравнением

$$Q = U(p - p_0) - U'(p' - p'_0), \quad (1.2.4)$$

где  $U$  – проводимость диафрагмы по пробному газу;

$U'$  – проводимость диафрагмы для газов, преобладающих в составе остаточных газов;

$p_0$  – остаточное давление в высоковакуумной камере при измерении потока от источника;

$p'_0$  – остаточное давление в высоковакуумной камере при измерении собственного натекания;

$p$  – давление в измерительной камере, соответствующие потоку от источника;

$p'$  – остаточное давление в измерительной камере.

Все указанные методы в той или иной интерпретации нашли применение в различных зарубежных эталонных установках. Так, в таких странах, как США, Германия, Италия, Япония, Сингапур, Чехия и других, как и в установке УПВО в первичных эталонах единицы потока газа в вакууме, применен комплексный подход.

Так в конструкции первичного эталона, используемого в Национальном институте стандартов и технологии США (NIST) [6, 26] реализованы принципы постоянного давления и калиброванного сопротивления. Кроме того, эталон включает в себя компаратор для передачи размера единицы потока газа в вакууме таким средствам измерений, как меры потока газа и течеискатели. Особенный интерес представляет и конструкция потокомера постоянного давления. Мерой изменения объема в данной конструкции являются два поршня разного диаметра. Величина перемещения поршня характеризует изменение объема камеры накопления газа.

Аналогичные потокомеры применены в эталонных установках таких стран, как Германия [15, 16], Чехия [24], Италии [5], Япония [1], Сингапур [33].

На рисунке 1.2.5 показан общий вид новейшего эталона потока газа, созданного в Сингапуре.

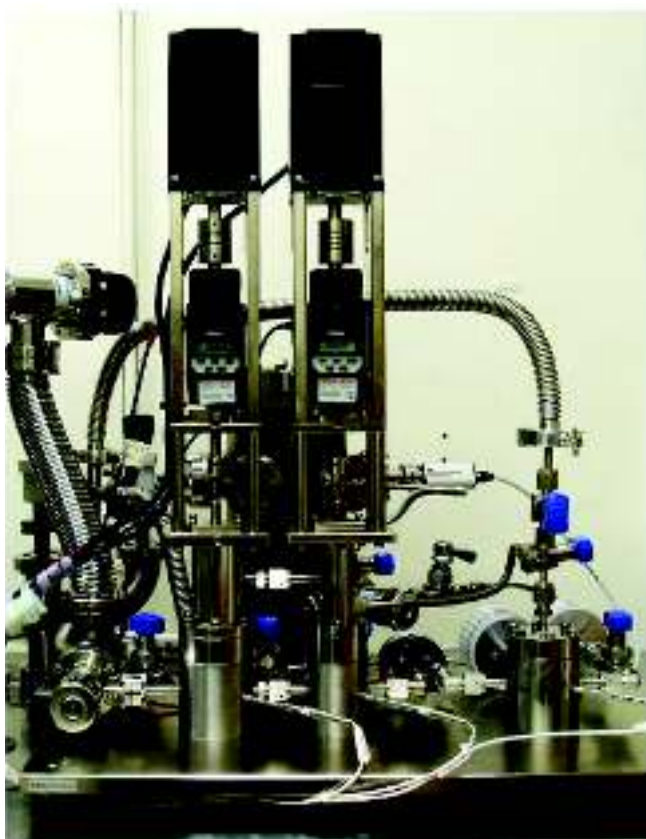


Рисунок 1.2.5 – Общий вид потокомера постоянного давления, входящая в состав эталона потока газа Сингапура

Помимо принципа постоянного давления в эталонных установках используется и принцип накопления. Наиболее современный и один из недавно созданных эталонов является эталон потока газа Словении [9].

Помимо реализации метода накопления данный эталон позволяет производить измерения потока газа, путем сравнения неизвестного потока с эталонным при помощи компаратора.

Аналогичные эталонные установки имеют такие страны, как Франция [12, 17, 27], Китай, Индия [20-22] и другие.

### **1.3 Анализ практической реализации методов измерений потока газа в вакууме**

На основании обзор-анализа эталонного оборудования произведенного выше, можно выделить три метода измерений потока газа в вакууме, которые в мировой практике считающихся абсолютными. Возможные варианты практической реализации этих абсолютных методов измерения потока газа в вакууме рассматриваются в работах [7, 35, 36, 80, 81, 84, 90, 91, 96, 100]. Рассмотрим эти практические варианты реализации абсолютных методов измерения потока разряженного газа:

## 1. Метод постоянного давления

Принципиальная вакуумная схема измерения методом постоянного давления приведена на рисунке 1.3.1.

При измерении потока методом постоянного давления часть вакуумной системы с источником газовой выделением 1, вакуумметром 2 и регулятором - измерителем объема 4 отсоединяется от насоса клапаном 3 на фиксированное время. В отсоединенной части вакуумной системы поддерживается постоянное давление путем увеличения объема отсоединенной от откачки части вакуумной системы. Поток определяется на основании уравнения

$$Q' = \frac{p\Delta V}{\Delta\tau}, \quad (1.3.1)$$

где  $p$  – давление в отсеченной части вакуумной системы;

$\Delta V = V_1 - V_0$  – изменение объема отсеченной части вакуумной системы;

$\Delta\tau = \tau_1 - \tau_0$  – интервал времени измерения.

Основными преимуществами данного метода являются его независимость от рода газа и режима течения. Однако для данного метода характерны следующие недостатки:

- невозможность использования для измерения быстроизменяющихся потоков газа;

- негерметичность вакуумной системы и сорбционно-десорбционные явления в вакуумной системе сильно влияют на результат измерения;

- сложная техническая реализация.

## 2. Метод накопления

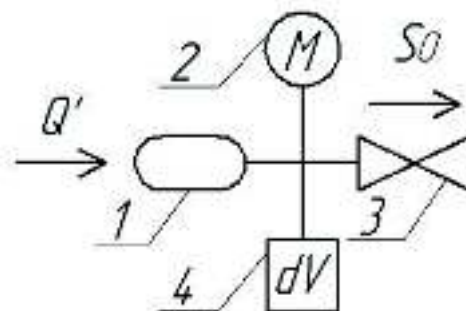


Рисунок 1.3.1 –  
Принципиальная вакуумная  
схема измерения методом  
постоянного давления

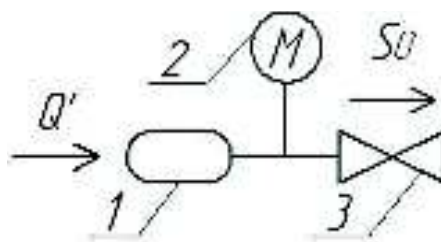


Рисунок 1.3.2 –  
Принципиальная вакуумная  
схема измерения методом  
накопления

Принципиальная вакуумная схема измерения методом накопления приведена на рисунке 1.3.2.

При измерении потока методом накопления часть вакуумной системы с источником газовыделения 1, вакуумметром 2 отсоединяется от насоса клапаном 3 на фиксированное время. В отсоединенной части вакуумной системы с известным объемом вследствие газовыделения увеличивается давление. Поток определяется на основании уравнения

$$Q' = \frac{\Delta p V}{\Delta \tau}, \quad (1.3.2)$$

где  $\Delta p = p_1 - p_0$  – изменение давления за время измерения в отсеченной части вакуумной системы;

$V$  – объем отсеченной части вакуумной системы;

$\Delta \tau = \tau_1 - \tau_0$  – интервал времени измерения.

Метод накопления широко распространен и доступен, но имеет ряд недостатков:

- невозможность использования для измерения быстроизменяющихся потоков газа;
- негерметичность вакуумной системы и сорбционно-десорбционные явления в вакуумной системе сильно влияют на результат измерения;
- необходимость в определении объема вакуумной системы.

### 3. Метод накопления с анализом динамики изменения давления

Принципиальная вакуумная схема измерения данным методом приведена на рисунке 1.3.3.

При измерении потока методом накопления с анализом динамики изменения давления часть вакуумной системы с источником газовыделения 1 отсоединяется

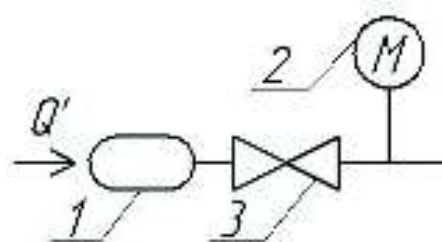


Рисунок 1.3.3 –  
Принципиальная вакуумная  
схема измерения методом  
накопления с анализом  
динамики изменения  
давления

от насоса быстродействующим клапаном 3 на фиксированное время, при этом происходит изменение давления в откачиваемой части вакуумной системы, известного объема, измеряемое вакуумметром 2. Поток определяется на основании уравнения

$$Q' = \frac{\Delta p V}{\Delta \tau}, \quad (1.3.3)$$

где  $\Delta p = p_1 - p_0$  – изменение давления в вакуумной системе после закрытия клапана;

$V$  – объем измерительной части вакуумной системы;

$\Delta \tau = \tau_1 - \tau_0$  – интервал времени изменения давления.

По сравнению с обычным методом накопления данный метод позволяет уменьшить влияние негерметичности вакуумной системы и сорбционно-десорбционных процессов в вакуумной системе на результат измерения.

4. Метод калиброванного сопротивления с применением двух вакуумметров

Принципиальная вакуумная схема измерения методом калиброванного сопротивления с применением двух вакуумметров приведена на рисунке 1.3.4.

Для измерения потока газа методом калиброванного сопротивления с применением двух вакуумметров устанавливают сопротивление 3 (капилляр, диафрагма и т.д.) с известной проводимостью. При прохождении газа через сопротивление возникает разность давлений, определяемая по показаниям вакуумметров 1 и 2, установленных по обе стороны от сопротивления. Поток газа рассчитывается по формуле

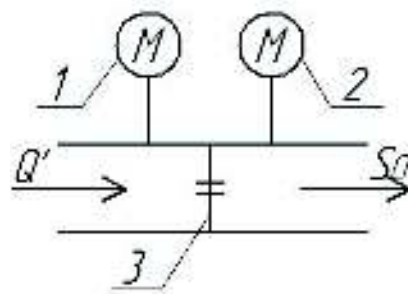


Рисунок 1.3.4 –  
Принципиальная вакуумная  
схема измерения методом  
калиброванного  
сопротивления с  
применением двух  
вакуумметров

$$Q' = U(p_1 - p_2) \quad (1.3.4)$$

где  $p_1$  – давление перед калиброванным сопротивлением;

$p_2$  – давление после калиброванного сопротивления;

$U$  – проводимость калиброванного сопротивления.

Основное достоинство данного метода заключается в том, что он позволяет воспроизводить величину потока газа в широком диапазоне, путем регулирования давления перед калиброванным сопротивлением.

### 5. Метод двух калиброванных сопротивлений и одного вакуумметра

Принципиальная вакуумная схема измерения методом двух калиброванных сопротивлений и одного вакуумметра приведена на рисунке 1.3.5.

В этом случае для измерения потока газа в одном трубопроводе устанавливают калиброванное сопротивление  $1$  (капилляр, диафрагма и т.д.) с известной проводимостью и вакуумметр  $4$ , а в параллельном трубопроводе – калиброванное сопротивление  $2$  и клапан  $3$ . Поток газа рассчитывается по формуле

$$Q' = U_0(p_1 - p_2), \quad (1.3.5)$$

где  $p_1$  – давление перед калиброванным сопротивлением при закрытом клапане;

$p_2$  – давление перед калиброванным сопротивлением при открытом клапане;

$U_0$  – величина зависящая от проводимостей калиброванных сопротивлений (в случае их равенства  $U_0=2U$ ).

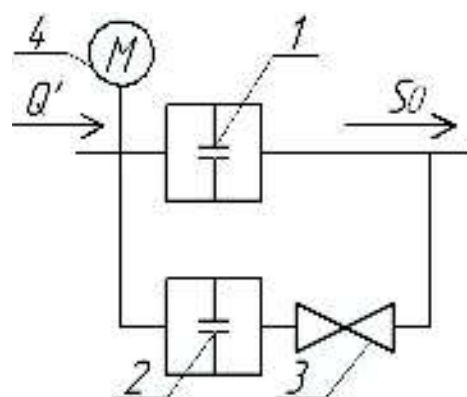


Рисунок 1.3.5 –

Принципиальная вакуумная схема измерения методом двух калиброванных сопротивлений и одного вакуумметра

Данный метод позволяет проводить калибровку вакуумных сопротивлений и элементов малой проводимости, входящих в состав различных СИ потока газа в вакууме, путем сравнения с известной проводимостью.

#### 6. Метод с использованием насоса большой быстроты действия

Принципиальная вакуумная схема измерения данным методом приведена на рисунке 1.3.6.

При использовании этого метода между источником потока  $I$  и насосом устанавливают заслонку 3. Перекрытие трубопровода заслонкой производится настолько, что эффективная быстрота откачки в месте присоединения становится значительно меньше быстроты действия насоса и практически определяется проводимостью заслонки 3. Зная предварительно рассчитанное значение проводимости и установившееся в вакуумной системе давление, поток газа можно определить по формуле

$$Q' = pS_0 = pU, \quad (1.3.6)$$

где  $p$  – давление в вакуумной системе;

$U$  – проводимость заслонки (калиброванного сопротивления);

$S_0$  – эффективная быстрота откачки вакуумной системы.

#### 7. Метод порционного перепуска

Принципиальная вакуумная схема измерения методом порционного перепуска приведена на рисунке 1.3.7.

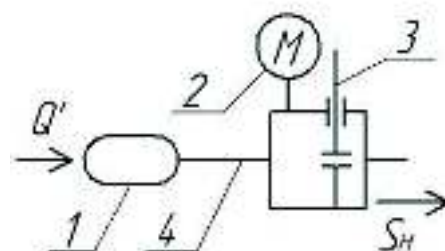


Рисунок 1.3.6 –  
Принципиальная вакуумная  
схема измерения методом с  
использованием насоса  
большой быстроты  
действия

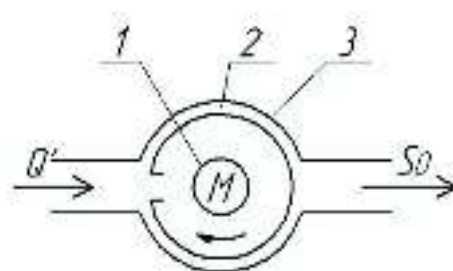


Рисунок 1.3.7 –  
Принципиальная вакуумная  
схема измерения методом  
порционного перепуска

Для измерения потока газа внутренняя полость камеры 2 периодически сообщается то с линией откачки, то с источником потока. Газ порциями, равными внутреннему объему камеры перепускается от источника потока в линию откачки. Измеряемый поток газа определяется из уравнения

$$Q' = V(p_1 - p_2)n = V\bar{p}n, \quad (1.3.7)$$

где  $(p_1 - p_2)$  – разность давлений перепуска;

$n$  – частота перепуска;

$V$  – объем камеры перепуска.

Как видно, данный метод является частным случаем метода постоянного давления.

#### 1.4 Выводы к главе 1

1. Анализ современного состояния метрологического обеспечения в области потоков газа в вакууме и его соответствия требованиям промышленности показал необходимость совершенствования эталонной базы в области потока газа в вакууме и перспективность разработки эталонного комплекса для поверки СИ потока газа в вакууме (эталонной установки). 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 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.

2. В результате проведенного анализа средств измерений потока газа в вакууме, в том числе и эталонных, выявлены три абсолютных метода измерения потока газа в вакууме:

- метод постоянного давления;
- метод накопления (кумуляционный);
- метод калиброванного сопротивления (редукционный).

В таблице 1.4.1 перечислены достоинства и недостатки абсолютных методов измерения потока газа в вакууме.

Таблица 1.4.1 – Достоинства и недостатки абсолютных методов измерения потока газа

Метод измерения	Достоинства	Недостатки
Постоянного давления	- независимость от рода газа; - независимость от режима течения.	- зависимость от величины собственного натекания вакуумной системы; - длительное время накопления при малых потоках.
Накопления (кумуляционный)	- простота в реализации; - независимость от рода газа; - независимость от режима течения.	- зависимость от величины собственного натекания вакуумной системы; - длительное время накопления при малых потоках;

		- необходимость в определении объема вакуумной системе.
Калиброванного сопротивления (редукционный)	- возможность непосредственной калибровки течеискателей и масс-спектрометров; - высокая чувствительность.	- зависимость от рода газа; - зависимость от режима течения; - сложные численные расчеты сопротивления.

3. В результате анализа состояния рынка СИ потока газа в вакууме установлены основные метрологические требования к разрабатываемому эталонному комплексу.

- диапазон измерения потока газа в вакууме, Па·м<sup>3</sup>/с: 10<sup>-13</sup> – 1;
- погрешность измерения, не более 3 - 5 %.

4. Анализ современного состояния средств измерений потока газа в вакууме, в том числе и эталонных, и их классификация, показали необходимость разработки государственной поверочной схемы для СИ потока газа в вакууме, а также различных методик измерений потока газа, необходимых для различных предприятий и институтов РФ, опирающихся на новые 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».

5. Невозможно отдать предпочтение тому или иному методу измерения потока газа в вакууме. Наиболее целесообразным представляется создание комбинированной эталонной установки, реализующей все три абсолютных метода измерения потока газа: метода накопления, метода постоянного давления и метода калиброванного сопротивления, поскольку реализация всех трех методов позволит снизить недостатки эталонного комплекса в целом, а также даст возможность проводить самодиагностику всего комплекса в целом.

6. В результате проведенного анализа эталонных СИ потока газа в вакууме и практически возможных вариантов реализации различных абсолютных методов измерений потока газа, установлена необходимость изучения и исследования современных точностных возможностей различных абсолютных методов измерений потока. Данную исследовательскую задачу можно разделить на следующие подзадачи:

- исследование предельных, на данный момент времени, точностных возможностей, с целью определения возможных метрологических характеристик эталонного комплекса измерений потока газа в вакууме;

- построение реальных моделей измерения потока газа в вакууме различными методами;

- выбор СИ давления, времени, объема, потока газа, средств создания и поддержания давления и практическая реализация эталонного комплекса (установки);

- исследование основных и дополнительных составляющих неопределенности измерений потока газа, реализованного эталона.

## ГЛАВА 2. Математические модели измерения газовых потоков

Данная глава посвящена оценки основных неопределенностей измерения потока газа в вакууме, а также построению реальных моделей измерений потока газа в вакууме, учитывающих влияние основных параметров газовой среды и свойства реальной вакуумной системы.

В результате работ, выполненных в первой главе настоящей работы можно записать три абсолютных модели измерений потока газа в вакууме. В таблице 2.1.1 приведены обобщенные уравнения измерений потока газа в вакууме абсолютными методами.

Таблица 2.1.1 – Основные уравнения измерений потока газа в вакууме абсолютными методами

Метод измерения	Уравнение измерений
Постоянного давления	$Q = \frac{p\Delta V}{\Delta\tau} = \frac{p(V_{i+1} - V_i)}{(\tau_{i+1} - \tau_i)}$
Накопления (кумуляционный)	$Q = \frac{V\Delta p}{\Delta\tau} = \frac{V(p_{i+1} - p_i)}{(\tau_{i+1} - \tau_i)}$
Калиброванного сопротивления (редукционный)	$Q = U\Delta p = U(p_0 - p_x) = Up_0$

Из уравнений измерений видно, что поток измеряется в единицах Па·м<sup>3</sup>/с, однако в Международной системе единицей газового потока является кг/с. Это связано с тем, что при инженерных расчетах вакуумных систем удобно пользоваться единицей Па·м<sup>3</sup>/с, поскольку реальные вакуумные системы имеют конечный объем и предполагается, что вакуумная система находится при постоянной температуре. Далее будет показано, что зная состав и температуру газа легко перейти от одной единицы измерений потока к другой, используя уравнение идеального газа.

## **2.1 Исследование предельных измерительных возможностей методов воспроизведения единицы потока газа в вакууме**

В соответствии с определением потока: под газовым потоком понимается масса газа, проходящая в единицу времени через заданное поперечное сечение элемента вакуумной системы, однако для удобства оценки предельных, на данный момент времени, измерительных возможностей различных абсолютных методов измерений потока газа в вакууме будем пользоваться общепринятыми уравнениями, приведенными в таблице 2.1.1.

Отметим, что поскольку принципы измерения разные, то есть и существенные различия в источниках неопределенностей. Используя методики оценки неопределенности измерений рекомендованные в [93, 95, 106], рассмотрим источники неопределенности измерений потока газа в вакууме различными методами, а также метрологические характеристики, а именно диапазон и неопределенность измерений методов в целом.

### **2.1.1 Исследование неопределенностей измерений потока газа методом постоянного давления**

При измерении потока газа в вакууме методом постоянного давления величина потока определяется уравнением

$$Q = p \frac{\Delta V}{\Delta \tau}, \quad (2.1.1)$$

где  $p$  – давление в камере, куда истекает газ;

$\Delta \tau$  – промежуток времени, за который происходит измерение потока газа в вакууме;

$\Delta V$  – изменение объема камеры натекания.

Тогда неопределенность измерения потока определяется формулой

$$u_{rel}(Q_i) = \sqrt{u_{rel}^2(p) + u_{rel}^2(\Delta V) + u_{rel}^2(\Delta \tau)}, \quad (2.1.2)$$

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

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

$u_{rel}(\Delta\tau)$  – относительное стандартное отклонение измерения интервала времени измерения.

Рассмотрим составляющие неопределенности.

### 2.1.1.1 Неопределенности, связанные с измерением давления.

Для определения неопределенности измерения давления определим диапазон измерений. Как правило, большая часть мер потока, используемых в промышленности, истекает в вакуумную систему, давление в которой, лежит в диапазоне  $1 \cdot 10^{-4}$  -  $1 \cdot 10^5$  Па. ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» имеет следующие измерительные возможности по данным международного бюро мер и весов [10]:

- в диапазоне от  $1 \cdot 10^{-7}$  до  $1 \cdot 10^{-3}$  Па (при доверительной вероятности 95 % и коэффициенте охвата  $k = 2$ ) неопределенность измерения давления линейно возрастает от  $7 \cdot 10^{-9}$  Па до  $4 \cdot 10^{-5}$  Па;

- в диапазоне от  $1 \cdot 10^{-3}$  до  $1 \cdot 10^3$  Па (при доверительной вероятности 95 % и коэффициенте охвата  $k = 2$ ) неопределенность измерения давления линейно возрастает от  $1 \cdot 10^{-5}$  Па до 6,6 Па;

- в диапазоне от  $2,7 \cdot 10^2$  до  $1,3 \cdot 10^5$  Па (при доверительной вероятности 95 % и коэффициенте охвата  $k = 2$ ) неопределенность измерения давления 6,7 Па.

Таким образом, достижимое на данном этапе развития СИ давления, относительное стандартное отклонение измерения давления

$$u_{rel}(p) = \left\{ \begin{array}{ll} \mp(0,035 \div 0,02); & 1 \cdot 10^{-7} \text{ Па} \leq P < 1 \cdot 10^{-3} \text{ Па} \\ \mp(5,0 \cdot 10^{-3} \div 3,3 \cdot 10^{-3}); & 1 \cdot 10^{-3} \text{ Па} \leq P \leq 1 \cdot 10^3 \text{ Па} \\ \mp 3,35 \cdot 10^{-3}; & 1 \cdot 10^3 \text{ Па} < P \leq 1,3 \cdot 10^5 \text{ Па} \end{array} \right\}. \quad (2.1.3)$$

### 2.1.1.2 Неопределенности, связанные с измерением изменений объема

Рассмотрим неопределенности, связанные с измерением изменения объема. Уравнение измерения изменения объема

$$\Delta V = V_{i+1} - V_i, \quad (2.1.4)$$

где  $V_i$  – показания прибора, измеряющего объём натекания в начальный момент времени  $\tau_i$ ;

$V_{i+1}$  – показания прибора измеряющего объём натекания в конечный момент времени  $\tau_{i+1}$ .

Как видно из уравнения измерения, неопределенность измерения изменения объема определяется выражением

$$u_{rel}(\Delta V) = \frac{\sqrt{u^2(V_{i+1})+u^2(V_i)-2cov(V_{i+1},V_i)}}{\Delta V}, \quad (2.1.5)$$

где  $u(V_i)$  – стандартное отклонение измерения объема натекания в начальный момент времени  $\tau_i$ ;

$u(V_{i+1})$  - стандартное отклонение измерения объема натекания в конечный момент времени  $\tau_{i+1}$ ;

$cov(V_{i+1},V_i)$  – ковариация величин  $V_{i+1}$  и  $V_i$ .

Как правило, СИ объема, получают размер единицы от эталона массы и плотности гравиметрическим методом.

В самом общем случае выражение измерения объема для гравиметрического метода имеет вид

$$V = m/\rho, \quad (2.1.6)$$

где  $m$  – масса жидкости, которой заполнен взвешиваемый объем;

$\rho$  – плотность жидкости.

Согласно 2.1.6 относительное стандартное отклонение измерения объема равно

$$u_{rel}(V) = \sqrt{u_{rel}^2(m) + u_{rel}^2(\rho)}, \quad (2.1.7)$$

где  $u_{rel}(m)$  – относительное стандартное отклонение измерения массы жидкости;

$u_{rel}(\rho)$  – относительное стандартное отклонение измерения плотности жидкости.

Измерительные возможности определения массы и плотности ФГУП «ВНИИМ им Д.И. Менделеева» по данным [10]:

- в диапазоне измерения масс от 1 г до 10 г (при доверительной вероятности 95 % и коэффициенте охвата  $k = 2$ ) неопределенность измерения массы меняется от 2 до 5 мкг;

- в диапазоне измерения масс от 10 г до 100 г (при доверительной вероятности 95 % и коэффициенте охвата  $k = 2$ ) неопределенность измерения массы меняется от 5 до 10 мкг;

- в диапазоне измерения масс от 100 г до 1 кг (при доверительной вероятности 95 % и коэффициенте охвата  $k = 2$ ) неопределенность измерения массы меняется от 10 до 50 мкг;

- в диапазоне измерения плотности от 600 кг/м<sup>3</sup> до 1000 кг/м<sup>3</sup> (при доверительной вероятности 95 % и коэффициенте охвата  $k = 2$ ) неопределенность измерения массы меняется от 0,010 до 0,013 кг/м<sup>3</sup>;

- в диапазоне измерения плотности от 1000 кг/м<sup>3</sup> до 2000 кг/м<sup>3</sup> (при доверительной вероятности 95 % и коэффициенте охвата  $k = 2$ ) неопределенность измерения массы меняется от 0,013 до 0,028 кг/м<sup>3</sup>;

Преобразуем выражение 2.1.5 следующим образом

$$u_{rel}(\Delta V) = \sqrt{\frac{1}{(1-\frac{V_i}{V_{i+1}})^2} u_{rel}^2(V_{i+1}) + \frac{1}{(1-\frac{V_{i+1}}{V_i})^2} u_{rel}^2(V_i)}. \quad (2.1.8)$$

Таким образом, теоретически возможное относительное стандартное отклонение измерения изменения объема

$$u_{rel}(\Delta V) = \left\{ \begin{array}{l} \pm (1,4 \cdot 10^{-3} \div 2,3 \cdot 10^{-4}); 1 \text{ см}^3 < \Delta V \leq 10 \text{ см}^3 \\ \pm (2,3 \cdot 10^{-4} \div 7,1 \cdot 10^{-5}); 10 \text{ см}^3 < \Delta V \leq 100 \text{ см}^3 \\ \pm (7,1 \cdot 10^{-5} \div 3,7 \cdot 10^{-5}); 100 \text{ см}^3 < \Delta V \leq 1000 \text{ см}^3 \end{array} \right\}. \quad (2.1.9)$$

### 2.1.1.3 Неопределенности, связанные с измерением интервала времени измерений

Для измерения интервала времени могут использоваться различные приборы. В настоящий момент времени при контроле интервалов времени, например при помощи глобальной системы «Глонасс» по данным [10] РФ имеет следующие измерительные возможности:

- интервал измерений времени 1 с;
- неопределенность измерения времени (при доверительной вероятности 95 % и коэффициенте охвата  $k = 2$ )  $2 \cdot 10^{-8}$  с.



Следовательно, стандартная относительная неопределенность измерения интервала времени  $u_{rel}(\Delta\tau) = 1,4 \cdot 10^{-8}$ .

#### **2.1.1.4 Анализ предельных измерительных возможностей метода постоянного давления**

Оценка измерительных возможностей РФ в областях измерения физических величин, входящих в формулу 2.1.2, показывает, что наибольшую величину в неопределенность результата измерения потока газа в вакууме методом постоянного давления, вносит неопределенность измерения давления, а наименьшую – неопределенность измерения времени.

Определим предельные измерительные возможности метода постоянного давления. Для этого положим, что нижняя и верхняя границы диапазона измерений метода определяются нижними и верхними пределами измерений СИ, входящих в формулу 2.1.1, величин, а суммарная неопределенность измерения потока характеризуется неопределенностями измерений этих величин.

При этом следует учесть, что на диапазон измерения влияют следующие практические факторы и соображения:

- интервал времени измерения обуславливается не столько неопределенностью измерения времени, сколько временем, необходимым для проведения измерений давления и изменения объема натекания. Исходя из этого, а также исходя из конечности времени измерения, диапазон измерения интервалов времени 1-10000 с.

- диапазон измерений изменения объема ограничен конечностью физических размеров вакуумной системы. С одной стороны, невозможно увеличивать вакуумную систему до бесконечности, а с другой, приборы и оборудование, входящие в вакуумную систему, имеют реальные размеры и объем. Как правило, величина объема самой вакуумной системы лежит в пределах от 1 до 10000 см<sup>3</sup>. Следует отметить, что уменьшение величины изменения объема приводят к сокращению интервала времени измерения, а увеличение, к громоздкости всей измерительной системы в целом.

Подставив полученные выше значения нижних и верхних пределов измерений в формулу 2.1.1, а неопределенности измерений входящих в данное уравнение величин в формулу 2.1.2, получим достижимые на современном этапе развития науки и техники метрологические характеристики измерений потока газа в вакууме методом постоянного давления:

- диапазон измерений, Па м<sup>3</sup>/с:  $1 \cdot 10^{-17} - 1 \cdot 10^2$ ;
- относительное стандартное отклонение, %:  $(3,5 - 3,35 \cdot 10^{-1})$ .

### **2.1.2 Исследование составляющих неопределенности измерений потока газа методом накопления (кумуляционным)**

При измерении потока газа в вакууме методом накопления величина потока определяется уравнением

$$Q = V \frac{\Delta p}{\Delta \tau}, \quad (2.1.10)$$

где  $V$  – объем измерительной камеры;

$\Delta \tau$  – промежуток времени, за который происходит измерение потока газа в вакууме;

$\Delta p$  – изменение давления в измерительной камере.

Уравнения 2.1.10 и 2.1.1 схожи между собой, поэтому методика оценки неопределенности кумуляционного метода аналогична методике оценки неопределенности измерений потока методом постоянного давления. Уравнение неопределенности измерения потока кумуляционным методом имеет вид

$$u_{rel}(Q_i) = \sqrt{u_{rel}^2(\Delta p) + u_{rel}^2(V) + u_{rel}^2(\Delta \tau)}, \quad (2.1.11)$$

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

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

$u_{rel}(\Delta \tau)$  – относительное стандартное отклонение измерения интервала времени измерения.

Метод постоянного давления и кумуляционный метод опираются на измерения одних и тех же величин – давление, объем и время, а значит,

составляющие неопределенности измерения потока схожи и в то же время имеют существенные отличия. Так неопределенность измерения времени одинаковы для обоих методов, если измеряются одинаковые интервалы времени. Измерение же давления и объема в данном методе имеют существенные отличия. Рассмотрим эти отличия.

### 2.1.2.1 Неопределенности, связанные с измерением объема

Измерить объем реальной вакуумной системы на практике гравиметрическим методом или измерением геометрических размеров объема натекания не представляется возможным, поскольку демонтировать всю измерительную систему в сборе практически невозможно. Кроме того, даже в случае определения объема измерительной камеры одним из абсолютных методов, невозможно учесть объемы присоединяемых приборов и оборудования. Однако, при условии постоянства температуры в ходе измерения, из выражения  $PV=\text{const}$  получаем формулу для расчета суммарного объема натекания

$$V = V_0 \frac{p_1}{p_2}, \quad (2.1.12)$$

где  $V_0$  – известный объем, определенный гравиметрическим методом;

$p_1$  – давление газа в известном объеме до статического расширения;

$p_2$  – давление газа в неизвестном объеме после статического расширения.

Таким образом, величину неопределенности измерения объема можно рассчитать по формуле

$$u_{rel}(V) = \sqrt{u_{rel}^2(V_0) + u_{rel}^2(p_1) + u_{rel}^2(p_2)}, \quad (2.1.13)$$

где  $u_{rel}(V_0)$  – относительное стандартное отклонение измерения известного объема;

$u_{rel}(p_1)$  – относительное стандартное отклонение измерения давления газа в известном объеме до статического расширения;

$u_{rel}(p_2)$  – относительное стандартное отклонение измерения давления газа в неизвестном объеме после статического расширения.

Неопределенности измерения объема и давления определены выражениями 2.1.3, 2.1.6 и 2.1.7, соответственно и составляют:

- относительное стандартное отклонение измерения давления

$$u_{rel}(p) = \left\{ \begin{array}{ll} \mp(0,035 \div 0,02); & 1 \cdot 10^{-7} \text{ Па} \leq P < 1 \cdot 10^{-3} \text{ Па} \\ \mp(5,0 \cdot 10^{-3} \div 3,3 \cdot 10^{-3}); & 1 \cdot 10^{-3} \text{ Па} \leq P \leq 1 \cdot 10^3 \text{ Па} \\ \mp 3,35 \cdot 10^{-3}; & 1 \cdot 10^3 \text{ Па} < P \leq 1,3 \cdot 10^5 \text{ Па} \end{array} \right\},$$

относительное стандартное отклонение измерения объема

$$u_{rel}(V) = \left\{ \begin{array}{l} \pm(1,0 \cdot 10^{-3} \div 1,6 \cdot 10^{-4}); \quad 1 \text{ см}^3 < V \leq 10 \text{ см}^3 \\ \pm(1,6 \cdot 10^{-4} \div 5,0 \cdot 10^{-5}); \quad 10 \text{ см}^3 < V \leq 100 \text{ см}^3 \\ \pm(5,0 \cdot 10^{-5} \div 2,6 \cdot 10^{-5}); \quad 100 \text{ см}^3 < V \leq 1000 \text{ см}^3 \end{array} \right\}. \quad (2.1.14)$$

### 2.1.2.2 Погрешности, связанные с измерением изменений давления

Уравнение измерения изменения давления

$$\Delta p = p_{i+1} - p_i, \quad (2.1.15)$$

где  $p_i$  – значение давления в начальный момент времени  $\tau_i$ ;

$p_{i+1}$  – значение давления в конечный момент времени  $\tau_{i+1}$ .

Неопределенность измерения изменения давления определяется выражением

$$u_{rel}(\Delta p) = \sqrt{\frac{1}{(1-\frac{p_i}{p_{i+1}})^2} u_{rel}^2(p_{i+1}) + \frac{1}{(1-\frac{p_{i+1}}{p_i})^2} u_{rel}^2(p_i)}, \quad (2.1.16)$$

где  $u_{rel}(p_i)$  – относительное стандартное отклонение измерения давления в начальный момент времени  $\tau_i$ ;

$u_{rel}(p_{i+1})$  – относительное стандартное отклонение измерения давления в конечный момент времени  $\tau_{i+1}$ .

Величина неопределенности измерения давления определяются выражением 2.1.3.

### 2.1.2.3 Анализ предельных измерительных возможностей метода накопления

Критерии, ограничивающие диапазон измерений метода накопления (кумуляционного), аналогичны изложенным в параграфе 2.1.1 настоящей главы, т.е это:

- верхние и нижние пределы измерений СИ давления, объема, и времени;
- интервал времени измерения обуславливается не столько неопределенностью измерения времени, сколько временем, необходимым для проведения измерений изменения давления. Исходя из этого, а также исходя из конечности времени измерения, диапазон измерения интервалов времени 1-10000 с.

- диапазон измерений объема ограничен конечностью физических размеров вакуумной системы. С одной стороны, невозможно увеличивать вакуумную систему до бесконечности, а с другой, приборы и оборудование, входящие в вакуумную систему, имеют реальные размеры и объем. Как правило, величина объема самой вакуумной системы лежит в пределах от 1 до 10000 см<sup>3</sup>. Следует отметить, что уменьшение величины изменения объема приводят к сокращению интервала времени измерения, а увеличение, к громоздкости всей измерительной системы в целом.

Оценка измерительных возможностей РФ в области измерений таких величин, как давление, объем и время позволяет сформулировать следующие возможные метрологические характеристики кумуляционного метода:

- диапазон измерений, Па м<sup>3</sup>/с:  $1 \cdot 10^{-17} - 1 \cdot 10^2$ ;
- относительное стандартное отклонение, %: (5,0 – 0,5).

### **2.1.3 Исследование составляющих неопределенности измерений потока газа методом калиброванного сопротивления (редукции давления)**

При измерении потока газа в вакууме методом редукции давления величина потока определяется уравнением

$$Q = U\Delta p = U(p_0 - p_x) = Up_0 \quad (2.1.17)$$

где  $U$  – проводимость элемента вакуумной системы, м<sup>3</sup>/с;

$p_x$  – давление, измеренное за элементом вакуумной системы с проводимостью  $U$ , Па;

$p_0$  – давление перед элементом вакуумной системы с проводимостью  $U$ , Па.

Тогда уравнение неопределенности измерения принимает вид

$$u_{rel}(Q) = \sqrt{u_{rel}^2(U) + \frac{1}{(1-\frac{p_x}{p_0})^2} u_{rel}^2(p_0) + \frac{1}{(1-\frac{p_0}{p_x})^2} u_{rel}^2(p_x)}, \quad (2.1.18)$$

где  $u_{rel}(U)$  – относительное стандартное отклонение определения проводимости диафрагмы;

$u_{rel}(p_0)$  – относительное стандартное отклонение измерения давления перед элементом вакуумной системы с проводимостью  $U$ ;

$u_{rel}(p_x)$  – относительное стандартное отклонение измерения давления за элементом вакуумной системы с проводимостью  $U$ .

Рассмотрим составляющие неопределенности измерения редуционного метода.

### **2.1.3.1 Неопределенности, связанные с измерением перепада давления**

Следует отметить, что при определении перепада давления, необходимо стремиться, чтобы давление за элементом с известной проводимостью было много меньше, чем давление перед проводимостью вакуумной системы с проводимостью  $U$ . В этом случае уравнение неопределенности, можно записать в виде

$$u_{rel}(Q) = \sqrt{u_{rel}^2(U) + u_{rel}^2(p_0)}, \quad (2.1.19)$$

а уравнение измерений примет вид

$$Q = U p_0. \quad (2.1.20)$$

Измерительные возможности РФ в области измерений низких абсолютных давлений, указанные в параграфе 2.1.1.1, правомерны и при измерении давления редуционным методом и характеризуются уравнением 2.1.3.

### **2.1.3.2 Неопределенности, связанные с измерением проводимости элемента.**

Проводимость элемента вакуумной системы может быть определена расчетным путем. Существует несколько методов определения проводимости. Воспользовавшись информацией изложенной в [96 параграф 3.7] можно

записать выражение для расчета проводимости идеальной круглой диафрагмы в молекулярном режиме течения

$$U = 114,35d^2/4 \cdot \sqrt{T/M}, \quad (2.1.21)$$

где  $d$  – диаметр диафрагмы, м;

$T$  – абсолютная температура газа, °К;

$M$  – молярная масса газа, кг/кмоль.

В предположении о постоянстве температуры, из уравнения 2.1.21, неопределенность определения проводимости в молекулярном режиме зависит только от линейных размеров диафрагмы

$$u_{rel}(U) = 2u_{rel}(d), \quad (2.1.22)$$

где  $u_{rel}(d)$  – относительное стандартное отклонение измерения диаметра.

В настоящее время возможно получить отверстия малого диаметра правильной формы от нескольких десятков микрометров до десятков миллиметров.

Измерительные возможности в области измерений длины ФГУП «ВНИИМ им Д.И. Менделеева» по данным [10]:

- в диапазоне измерения длины от 0,01 до 1000 мм (при доверительной вероятности 95 % и коэффициенте охвата  $k = 2$ ) неопределенность измерения длины в нм определяется выражением

$$u(a) = \frac{\sqrt{20^2 + (0,3a)^2}}{2}, \quad (2.1.24)$$

где  $a$  – измеряемый размер, мм.

### **2.1.3.3 Анализ предельных измерительных возможностей редуционного метода**

Оценка измерительных возможностей РФ в области измерений таких величин, как давление и длина выражается в следующих возможно достижимых в настоящий момент времени метрологических характеристиках редуционного метода:

- диапазон измерений, Па м<sup>3</sup>/с:  $1 \cdot 10^{-15} - 1 \cdot 10^3$ ;
- относительное стандартное отклонение, %: (3,5 – 0,4).

#### 2.1.4 Выводы к параграфу

В результате анализа, проведенного в параграфе 2.1 настоящей главы, на основании уравнений, полученных при обзоре современного состояния средств измерений потока газа в вакууме, в том числе и эталонных, и их классификации, были получены теоретически возможные на данном этапе развития науки и техники метрологические характеристики абсолютных методов измерений потока газа в вакууме. Полученные результаты позволяют сделать вывод о возможности создания эталона с метрологическими характеристиками удовлетворяющими требованиям промышленности, а также превосходящими существующие аналоги. Однако следует отметить, что реальные метрологические характеристики разрабатываемого эталона требуют уточнения, поскольку при обзоре современного состояния средств измерений потока газа в вакууме, в том числе и эталонных, поиске возможных методов измерений потока газа, оценке предельных измерительных возможностей абсолютных методов измерений потока газа, были сделаны допущения, а также выявлены факторы, которые устанавливают ряд противоречий, дополнительных условий и задач. Перечислим их:

1. Необходимо учитывать конечность габаритов и объемов реальной вакуумной системы.

2. Расчет велся в предположении об идеальности вакуумной системы, однако это не так. Реальная вакуумная система всегда имеет побочные потоки натекания извне, обусловленные негерметичностью вакуумной системы.

3. На внутренней поверхности реальной вакуумной системы всегда протекают процессы газоотделения, обусловленные свойствами газа, материалом и чистотой поверхности вакуумной системы и т.д.

4. Расчет велся в предположении о постоянстве температуры в процессе измерений потока газа.

5. Расчет велся в предположение о постоянстве проводимости элемента малой проводимости вакуумной системы, т.е. соблюдении молекулярного режима течения газа.



6. При расчете учитывались метрологические характеристики СИ давления, длины, массы, времени наивысшей точности в РФ. Использование их в реальном измерительном комплексе невозможно.

Сказанное выше ставит дополнительные исследовательские задачи:

1. Необходимо построить модели измерений потока газа в вакууме, отражающие и учитывающие основные свойства окружающей среды, реального газа и реальной вакуумной системы.

2. Необходимо провести обзор, выбор или разработку СИ измерений давления, времени, объема, которые непосредственно войдут в состав эталона потока газа в вакууме.

## **2.2 Математические модели методов измерений газовых потоков**

Успехам вакуумной техники и развитию измерений потока газа в вакууме способствовали многочисленные теоретические и экспериментальные работы, проведенные в первые десятилетия XX в. Серия классических исследований С. Дэшмана, М. Кнудсена и П. Клаузинга, а также ряда других исследователей позволили ввести понятие потока газа в вакууме и теоретически обосновали методы измерения потока газа в вакууме. Рассмотрим основные этапы, характеризующие процессы формирования и развития различных теорий и воззрений на пути анализа вакуумных систем.

Наиболее распространенной методикой анализа вакуумных систем является методика на основе теории сосредоточенных параметров. В рамках данной теории состояние разреженного газа описывают термодинамически, а его параметры связаны между собой уравнением состояния идеального газа. Данная теория определяет такие базовые понятия вакуумной техники, как проводимость, сопротивление и быстрота действия. Согласно этой теории основная часть расчетов базируется на интегральных балансовых уравнениях сохранения. В рамках этого подхода были выработаны основные соотношения для расчетов суммарных проводимости и сопротивления сложных составных вакуумных систем, а также основное уравнение вакуумной техники,

устанавливающее связь между быстротой действия насоса  $S_n$ , присоединенного к откачиваемому объему через патрубок, имеющий проводимость  $U$ , и эффективной быстротой откачки рассматриваемого объема  $S_{эф}$ .

Большой вклад в развитие данного подхода внес С. Дэшман, выдвинувший гипотезу об аналогии процессов течения разреженного газа в каналах и тока в электрических цепях и предложивший соотношение для расчета суммарной проводимости составного трубопровода, аналогичное проводимости электрического тока. Данное соотношение не учитывает так называемый «пучковый эффект», когда параметры газового потока на входе в каждую следующую часть формируются предыдущей частью и структура потока приобретает значительную продольную составляющую. В результате этого эффекта параметры потока на входе в каждую следующую часть существенно отличаются от условий диффузного напуска.

Другую теорию течения разреженного газа через канал предложил М. Кнудсен. Основные постулаты ее формулируются так:

- молекулярный поток на поверхность формируется и определяется параметрами газовой среды в рассматриваемом элементарном объеме;
- поведение газа описывается в терминах механики сплошных сред;
- при рассмотрении процессов взаимодействия молекулы со стенками не учитываются температура стенки (изотермическая система), возможность поглощения или миграции молекулы по поверхности.

В рамках разработанной теории М. Кнудсеном были получены приближенные соотношения для расчета проводимости протяженного канала круглого сечения, позднее подтвержденные М. Смолуховским, который на основе подхода М. Кнудсена при более строгом рассмотрении процесса течения разреженного газа получил соотношения для расчета проводимости протяженного канала произвольного сечения.

Благодаря простому математическому аппарату теория М. Кнудсена нашла широкое применение в качестве базиса для развития аналитических подходов для анализа молекулярных течений.

Следующим шагом развития анализа потоков газа в вакууме стала теория П. Клаузинга. Клаузинг в своей теории полностью отказался от попытки увязать плотность падающего потока молекул на фрагмент поверхности системы с локальными характеристиками газовой среды в прилегающем объеме. Следуя П. Клаузингу, поток молекул  $Q_{\text{тр}}$ , вылетающих через выходное сечение канала, можно выразить через поток молекул  $Q_{\text{отв}}$ , влетающих в его входное отверстие. Этот подход развивал и С. Дэшман, однако П. Клаузинг дал коэффициенту пропорциональности – проводимости ясное физическое толкование и вычислил его для труб круглого и прямоугольного сечений. Теория П. Клаузинга показала ряд принципиальных моментов:

- поток через трубопровод не зависит от температуры его стенок, а зависит только от температуры газа на входе в трубопровод;
- на поток через канал влияют лишь геометрические характеристики канала и параметры взаимодействия молекул со стенками – физическая модель рассеяния и характеристики поверхности с точки зрения возможности поглощения (захвата) молекул.

П. Клаузинг внес существенный вклад в чисто практическую область проведения вакуумных расчетов: обосновал диффузный (косинусный) закон отражения молекул от стенки, получил соотношения для расчета проводимости каналов произвольной длины и различных поперечных сечений, одним из первых применил законы молекулярного течения газов к расчету оптической задачи, а при расчете молекулярных потоков использовал законы оптики и др. Методика П. Клаузинга получила широкое использование для расчетов проводимостей каналов, а заложенные в нее предпосылки позволили рассматривать этот подход в качестве начального этапа для развития единой универсальной методики для анализа потоков газа в вакууме и сложных вакуумных систем.

Перечисленные выше подходы анализа потока газа в вакууме получили интенсивное развитие в работах Б.Д. Ершова [39], Г.Л. Саксаганского [39, 100], Л.Н. Розанова [96, 97], В.В. Кузьмина [19, 80-84] и др. Данные авторы

исследовали различные подходы и методы измерений потока газа в вакууме, систематизировали и определили возможные пути их практической реализации.

### 2.2.1 Статические модели измерений

Как известно, состояние газа в некоем объеме описывается уравнением Менделеева-Клапейрона

$$pV = \frac{m}{M}RT, \quad (2.2.1)$$

где  $p$  – давление газа в сосуде, Па;

$V$  – объем газа, м<sup>3</sup>;

$M$  – молярная масса газа, кг/моль;

$m$  – масса газа, кг;

$R$  – универсальная газовая постоянная, Дж/моль<sup>°К</sup>;

$T$  – абсолютная температура газа, °К.

При истечении газа из сосуда изменяется масса газа в сосуде, а величину изменения массы газа можно представить уравнением

$$dm = d\left(\frac{pVM}{RT}\right). \quad (2.2.2)$$

Согласно определению потока газа и уравнению 2.2.2 поток можно определить в соответствии с формулой

$$Q = \frac{dm}{d\tau} = \frac{M}{R} \left( \frac{p}{T} \frac{dV}{d\tau} + \frac{V}{T} \frac{dp}{d\tau} - \frac{pV}{T^2} \frac{dT}{d\tau} \right). \quad (2.2.3)$$

Согласно определению производной функции

$$\frac{df(x)}{dx} = \lim_{\Delta x \rightarrow 0} \frac{\Delta f(x)}{\Delta x}, \quad (2.2.4)$$

где  $f(x)$  – дифференцируемая функция;

$x$  – аргумент функции;

$\Delta x$  – приращение аргумента;

$\Delta f(x)$  – приращение функции.

Используя выражение 2.2.4 произведем замену дифференциала в окрестностях точки, характеризующейся параметрами  $p$ ,  $V$ ,  $T$ , отношением приращения функций к приращению аргумента при  $\Delta\tau \rightarrow 0$ . Тогда перепишем выражение 2.2.3 в виде

$$Q = \frac{M}{R} \left( \frac{p\Delta V}{T\Delta\tau} + \frac{V\Delta p}{T\Delta\tau} - \frac{pV}{T^2} \frac{\Delta T}{\Delta\tau} \right). \quad (2.2.5)$$

где  $\Delta p$  – изменение давления в объеме накопления, Па;

$\Delta V$  – изменение объема накопления, м<sup>3</sup>;

$\Delta T$  – изменение температуры за время накопления, °К;

$\Delta\tau$  – промежуток времени накопления, за который происходит измерение потока газа в вакууме, с.

Из выражения 2.2.5 следует, что поток газа, поступающий или истекающий в сосуд можно измерить методом косвенных измерений на основании непосредственных измерений таких величин, как давление, объем, время и температура.

В условиях постоянной температуры можно переписать уравнения 2.2.5 в виде

$$Q = \frac{M}{R} \left( \frac{p\Delta V}{T\Delta\tau} + \frac{V\Delta p}{T\Delta\tau} \right). \quad (2.2.6)$$

Из уравнения 2.2.7 вытекает два практически реализуемых метода измерения потока газа в вакууме, а именно:

- метод постоянного давления, когда  $\frac{\Delta p}{\Delta\tau} = 0$ , а уравнение измерений выражается формулой

$$Q = \frac{M}{RT} \frac{p\Delta V}{\Delta\tau}. \quad (2.2.7)$$

- метод накопления (кумуляционный), когда  $\frac{\Delta V}{\Delta\tau} = 0$ , а уравнение измерений приобретает вид

$$Q = \frac{M}{RT} \frac{V\Delta p}{\Delta\tau}. \quad (2.2.8)$$

Однако не следует забывать, что эти уравнения измерений правомерны только в условиях постоянства температуры, что на самом деле не так. Поэтому при практических измерениях потока газа в вакууме необходимо учитывать поправки, связанные с изменениями температуры во времени и неравномерностью распределения температуры по объему вакуумной системы.

Запишем эти идеальные модели измерений потока газа в вакууме в виде системы уравнений – теоретической модели измерений:

- для метода постоянного давления

$$\left\{ \begin{array}{l} \Delta\tau \rightarrow 0 \\ T = const \\ p = const \\ Q = \frac{M}{RT} p \frac{\Delta V}{\Delta\tau} \\ u_{rel}(Q) = \sqrt{u_{rel}^2(p) + u_{rel}^2(\Delta V) + u_{rel}^2(\Delta\tau)} \end{array} \right. ; \quad (2.2.9)$$

- для метода накопления

$$\left\{ \begin{array}{l} \Delta\tau \rightarrow 0 \\ T = const \\ V = const \\ Q = \frac{M}{RT} V \frac{\Delta p}{\Delta\tau} \\ u_{rel}(Q) = \sqrt{u_{rel}^2(V) + u_{rel}^2(\Delta p) + u_{rel}^2(\Delta\tau)} \end{array} \right. . \quad (2.2.10)$$

Данные теоретические статические модели измерений построены на предположениях о малости интервалов времени измерений и постоянстве температуры и давления или объема вакуумной системы в течении времени измерений. Однако в реальных вакуумных системах это не так. Введем в систему уравнений корректировки статической модели измерений потока газа в вакууме и выявим дополнительные неопределенности измерений, связанные с несоблюдением граничных условий.

С учетом несоблюдения граничных условий из уравнения 2.2.5 можно записать уравнение измерений для метода постоянного давления

$$Q = \frac{M}{R} \frac{p\Delta V}{\Delta\tau} \frac{1}{T} \left( 1 + \frac{V\Delta p}{p\Delta V} - \frac{V}{T} \frac{\Delta T}{\Delta V} \right) = \frac{M}{R} \frac{p\Delta V}{\Delta\tau} \frac{1}{T} \left( 1 + \frac{\Delta_0 p}{\Delta_0 V} - \frac{\Delta_0 T}{\Delta_0 V} \right), \quad (2.2.11)$$

где  $\Delta_0 p = \Delta p/p$  – относительное изменение давления в объеме накопления за время измерений;

$\Delta_0 V = \Delta V/V$  – относительное изменение объема накопления;

$\Delta_0 T = \Delta T/T$  – относительное изменение температуры за время накопления.

Перепишем уравнение измерений для метода постоянного давления в виде

$$Q = \frac{M}{R} \frac{p\Delta V}{\Delta\tau} \frac{1}{T} (1 + \delta(p) + \delta(T)) = \frac{M}{R} \frac{p\Delta V}{\Delta\tau} \frac{\delta}{T}, \quad (2.2.12)$$

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

$\delta(T)$  – поправка на нестабильность поддержания температуры.

По аналогии запишем уравнение измерений для метода накопления (кумуляционного)

$$Q = \frac{M}{R} \frac{\Delta p V}{\Delta \tau} \frac{1}{T} \left( 1 + \frac{p \Delta V}{V \Delta p} - \frac{p}{T} \frac{\Delta T}{\Delta p} \right) = \frac{M}{R} \frac{\Delta p V}{\Delta \tau} \frac{1}{T} \left( 1 + \frac{\Delta_0 V}{\Delta_0 p} - \frac{\Delta_0 T}{\Delta_0 p} \right), \quad (2.2.13)$$

$$Q = \frac{M}{R} \frac{p \Delta V}{\Delta \tau} \frac{1}{T} (1 + \delta(V) + \delta(T)) = \frac{M}{R} \frac{p \Delta V}{\Delta \tau} \frac{\delta}{T}, \quad (2.2.14)$$

где  $\delta(V)$  – поправка на изменение объема натекания.

Тогда запишем уравнение для расчета неопределённости измерений потока газа статическими методами с учетом введённых поправок на граничные условия:

Относительная неопределенность измерений потока методом постоянного давления

$$u_{rel}(Q) = \sqrt{u_{rel}^2(p) + u_{rel}^2(\Delta V) + u_{rel}^2(\Delta \tau) + u_{rel}^2(T) + u_{rel}^2(\delta)}, \quad (2.2.15)$$

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

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

Относительная неопределенность измерений потока методом накопления

$$u_{rel}(Q) = \sqrt{u_{rel}^2(V) + u_{rel}^2(\Delta p) + u_{rel}^2(\Delta \tau) + u_{rel}^2(T) + u_{rel}^2(\delta)}. \quad (2.2.16)$$

При построении реальной модели измерений потока газа статическими методами, следует учесть тот факт, что на границе раздела в системе газ – твердое тело протекают процессы, переноса массы, энергии и импульса молекул. Отражение данных процессов в реальных вакуумных системах выражается в виде процессов сорбции – десорбции. Сорбцией называется процесс поглощения газов или паров твердыми телами независимо от того, происходит он на поверхности или в объеме твердых тел, а десорбция – процесс при котором поглощённое вещество покидает поверхность или объём твердого тела. По характеру поглощения сорбционные явления разделяют на два типа: адсорбцию — концентрирование поглощенных молекул газа на поверхности раздела фаз или их поглощение поверхностным слоем твердого тела и абсорбцию — объёмное поглощение, при котором поглощенные молекулы газа распределяются по всему объёму твердого тела. Кроме того,

согласно физико – химической классификации различают физическую (молекулярную) адсорбцию, хемосорбцию и ионный обмен.

Таким образом, часть молекул газа, попадающих в вакуумную систему, может быть «захвачена» или «отдана» поверхностью, материалами и оборудованием вакуумной системы в ходе измерений, а концентрация молекул газа в поверхностном слое может отличаться от концентрации молекул газа в объёмной фазе.

Теоретического описания всех процессов, протекающих на границе раздела фаз на данный момент нет. Однако имеются достаточно развитые модели первичного соударения молекулы газа с поверхностью. Теоретические аспекты различных моделей взаимодействия газа с твердыми телами, описываются в работах [7, 66, 76, 96, 109].

При измерении потока газа в вакууме, прежде всего, интересует количество поглощаемого или выделяемого поверхностью, материалами и приборами реальной вакуумной системы газа. Следует отметить, что в самом общем виде количество поглощённого газа пропорционально массе образца, а также зависит от температуры,  $T$ , давления газа  $p$ , природы твёрдого тела и газа. Модель для расчета количества газа поглощаемого поверхностью реальной вакуумной системы, которая наиболее полно описывает процессы, протекающие на границе раздела фаз газ-твёрдое тело и применима для оценки количества поглощаемого поверхностью вакуумной системы газа и дополнительных неопределённостей измерений, связанных с сорбционно-десорбционными явлениями, протекающими в реальной вакуумной системе предложена С.Брунауэром, Л.Демингом, У.Демингом и Э.Теллером. Данная модель носит название Модель Брунауэра, Эммета и Теллера (БЭТ).

Модель БЭТ основывается на следующих важных допущениях:

1. Прилипание молекул газа к поверхности вакуумной системы происходит не на всей поверхности вакуумной системы, а на активных центрах, которыми являются выступы либо впадины на поверхности вакуумной



системы, характеризующиеся наличием свободных энергетических связей - адсорбционных центрах.

2. Поверхность вакуумной системы является однородной и все адсорбционные центры энергетически эквивалентны.

3. Адсорбционные центры послойно заполняют молекулы газа, причём молекулы во всех слоях, следующих за первым, рассматриваются как совершенно идентичные.

4. Модель учитывает лишь силы взаимодействия между молекулами газа и Поверхности вакуумной системы («вертикальные» силы) и пренебрегает силами взаимодействия между молекулами газа на поверхности вакуумной системы в данном слое («горизонтальные» силы).

Результат данной модели выражается в уравнении Брунауэра, Эммета и Теллера (БЭТ), которое связывает адсорбцию  $m_{\Pi}$  вещества на поверхности с давлением газа  $p$  того же вещества над поверхностью. Уравнение описывает полимолекулярную адсорбцию в интервале давлений от  $p = 0$  до давления насыщенного пара адсорбируемого вещества  $p_0$ . Когда давление достигает  $p_0$ , начинается конденсация вещества на поверхности с образованием объемной фазы.

Запишем уравнение БЭТ

$$\frac{1}{m_{\Pi}(p_0/p-1)} = \frac{1}{m_m C} \left( 1 + p/p_0 (C - 1) \right), \quad (2.2.17)$$

где  $p$  – давления в объеме накопления, Па;

$p_0$  – давления насыщенного пара газа, Па;

$m_{\Pi}$  – масса поглощенного поверхностью газа, кг;

$m_m$  – максимально возможная масса поглощенного поверхностью газа, кг;

$C$  – постоянная адсорбции.

Перепишем уравнение в виде удобном для нахождения массы поглощенного поверхностью вакуумной системы газа

$$m_{\Pi} = \frac{m_m C}{(p_0/p-1)(1+p/p_0(C-1))}. \quad (2.2.18)$$

Найдем изменение массы поглощенного газа во времени проинтегрировав уравнение 2.2.18

$$\frac{dm_{II}}{d\tau} = \frac{C \frac{dm_m}{d\tau} - m_m C \frac{d\left(\left(\frac{p_0}{p}-1\right)\left(1+\frac{p}{p_0}(C-1)\right)\right)}{d\tau}}{\left(\left(\frac{p_0}{p}-1\right)\left(1+\frac{p}{p_0}(C-1)\right)\right)^2} = \frac{C}{\left(\left(\frac{p_0}{p}-1\right)\left(1+\frac{p}{p_0}(C-1)\right)\right)^2} \frac{dm_m}{d\tau} + \frac{m_m C \left[2\frac{p_0}{p^2} + \frac{1}{p}(C-1) + \frac{1}{p_0}(C-1)\right] dp}{\left(\left(\frac{p_0}{p}-1\right)\left(1+\frac{p}{p_0}(C-1)\right)\right)^2 d\tau} = A \frac{dm_m}{d\tau} + B \frac{dp}{d\tau}. \quad (2.2.19)$$

Из уравнения 2.2.19, следует, что изменения количества поглощенного поверхностью вакуумной системы газа могут быть вызваны изменением давления в вакуумной системе, что характерно для метода накопления (кумуляционного) метода измерений потока газа в вакууме, или изменением предельного возможного количества газа поглощенного на поверхности вакуумной системы. Последнее характерно для метода постоянного давления, поскольку изменяя объем вакуумной системы, мы тем самым меняем и площадь ее поверхности, а значит и предельное возможное количество газа поглощенного на поверхности вакуумной системы.

С учетом этого фактора необходимо скорректировать уравнения измерений статическими методами:

Для модели измерений методом постоянного давления с учетом того, что  $\Delta m_m \cong \Delta V$  уравнение измерений

$$Q = \frac{M}{R} \frac{p \Delta V}{\Delta \tau} \frac{1}{T} \left(1 + \frac{\Delta_0 p}{\Delta_0 V} - \frac{\Delta_0 T}{\Delta_0 V} + A \frac{RT}{Mp}\right) \quad (2.2.20)$$

Для модели измерений методом накопления уравнение измерений

$$Q = \frac{M}{R} \frac{\Delta p V}{\Delta \tau} \frac{1}{T} \left(1 + \frac{\Delta_0 V}{\Delta_0 p} - \frac{\Delta_0 T}{\Delta_0 p} + B \frac{RT}{MV}\right). \quad (2.2.21)$$

Наконец следует отметить, что в реальной вакуумной системе могут присутствовать различные источники газоотделения, такие как ионизационные вакуумметры и другие приборы и устройства, обладающие собственной быстротой откачки или газоотделения. Таким образом, уравнение единичного измерения потока газа статистическими методами можно переписать в виде:

Для модели измерений методом постоянного давления уравнение измерений приобретает вид

$$Q = \frac{M}{R} \frac{p\Delta V}{\Delta \tau} \frac{1}{T} \left( 1 + \frac{\Delta_0 p}{\Delta_0 V} - \frac{\Delta_0 T}{\Delta_0 V} + A \frac{RT}{Mp} + s \frac{\Delta \tau}{\Delta V} \right), \quad (2.2.22)$$

где  $s$  – собственная быстрота откачки или газоотделения СИ давления и других приборов в объеме накопления, м<sup>3</sup>/с;

Для модели измерений методом накопления уравнение измерений

$$Q = \frac{M}{R} \frac{\Delta p V}{\Delta \tau} \frac{1}{T} \left( 1 + \frac{\Delta_0 V}{\Delta_0 p} - \frac{\Delta_0 T}{\Delta_0 p} + B \frac{RT}{MV} + s \frac{p\Delta \tau}{V\Delta p} \right). \quad (2.2.23)$$

Помимо указанных выше факторов следует учесть тот факт, что не существует реальной вакуумной системы, в которой полностью отсутствовало натекание газов извне. Следовательно, помимо потока измеряемого газа в вакуумную систему попадает смесь газов. Можно представить, что в вакуумную систему попадает смесь двух газов: искомого – измеряемого и паразитного - фонового. Запишем уравнение состояния идеального газа для двухкомпонентной смеси

$$pV = \left( \frac{m_x}{M_x} + \frac{m_\phi}{M_\phi} \right) RT, \quad (2.2.24)$$

где  $M_x$  – молярная масса искомого газа;

$M_\phi$  – молярная масса газа, поступающего в объем натекания извне;

$m_x$  – масса искомого газа;

$m_\phi$  – масса газа, поступающего в объем натекания извне.

Тогда изменение массы искомого вещества в вакуумной системе отражается уравнением

$$dm_x = d \left( \frac{pVM_x}{RT} \right) - \frac{M_x}{M_\phi} dm_\phi. \quad (2.2.25)$$

Из уравнения следует, что величина потока паразитных газов, попадающих извне, может быть определена статическими методами в отсутствии искомого потока

$$dm_\phi = d \left( \frac{pVM_\phi}{RT} \right). \quad (2.2.26)$$

Тогда уравнение измерений можно переписать в виде

$$dm_x = d\left(\frac{pVM_x}{RT}\right) - d\left(\frac{pVM_x}{RT}\right)_0. \quad (2.2.27)$$

В общем виде можно записать выражение для измерений потока статическими методами

$$Q = Q_\Sigma - Q_0. \quad (2.2.28)$$

Изложенные соображения позволяют сказать, что измерение потока состоит, как минимум из двух измерений: суммарного потока газа и потока газов, попадающих в вакуумную систему извне, а неопределенность измерений потока газа статическими методами характеризуется выражением

$$u(Q) = \sqrt{u^2(Q_\Sigma) + u^2(Q_0)}, \quad (2.2.29)$$

где  $u(Q_\Sigma)$  – стандартное отклонение измерения суммарного потока газа;

$u(Q_0)$  – стандартное отклонение измерения потока газа, обусловленного натеканием извне.

В заключении запишем систему уравнений, описывающих реальную модель измерений потока газа в вакууме статическими методами:

Метода постоянного давления

$$\left\{ \begin{array}{l} \Delta\tau \rightarrow 0 \\ T \cong const \\ p \cong const \\ Q = Q_\Sigma - Q_0 \\ Q_i = \frac{M p \Delta V \delta}{R \Delta\tau T} \\ \delta = 1 + \delta(p) + \delta(T) + \delta(A) + \delta(s) \\ \delta(p) = \frac{\Delta_0 p}{\Delta_0 V} \\ \delta(T) = -\frac{\Delta_0 T}{\Delta_0 V} \\ \delta(A) = A \frac{RT}{Mp} \\ \delta(s) = s \frac{\Delta\tau}{\Delta V} \\ u_{rel}(Q_i) = \sqrt{u_{rel}^2(p) + u_{rel}^2(\Delta V) + u_{rel}^2(\Delta\tau) + u_{rel}^2(T) + u_{rel}^2(\delta)} \\ u_{rel}(Q) = \sqrt{\frac{1}{(1-\frac{Q_0}{Q_\Sigma})^2} u_{rel}^2(Q_\Sigma) + \frac{1}{(1-\frac{Q_\Sigma}{Q_0})^2} u_{rel}^2(Q_0)} \end{array} \right., \quad (2.2.30)$$

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

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

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

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

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

Метод накопления

$$\left\{ \begin{array}{l} \Delta\tau \rightarrow 0 \\ T \cong const \\ V \cong const \\ Q = Q_{\Sigma} - Q_0 \\ Q_i = \frac{M V \Delta p \delta}{R \Delta\tau T} \\ \delta = 1 + \delta(V) + \delta(T) + \delta(A) + \delta(s) \\ \delta(V) = \frac{\Delta_0 V}{\Delta_0 p} \\ \delta(T) = -\frac{\Delta_0 T}{\Delta_0 p} \\ \delta(A) = B \frac{RT}{MV} \\ \delta(s) = s \frac{p \Delta\tau}{V \Delta p} \\ u_{rel}(Q_i) = \sqrt{u_{rel}^2(V) + u_{rel}^2(\Delta p) + u_{rel}^2(\Delta\tau) + u_{rel}^2(T) + u_{rel}^2(\delta)} \\ u_{rel}(Q) = \sqrt{\frac{1}{(1-\frac{Q_0}{Q_{\Sigma}})^2} u_{rel}^2(Q_{\Sigma}) + \frac{1}{(1-\frac{Q_{\Sigma}}{Q_0})^2} u_{rel}^2(Q_0)} \end{array} \right. \quad (2.2.31)$$

Из выражения 2.2.30 и 2.2.31 следует:

- при величине собственного натекания  $Q_0 \ll Q$  неопределенностью измерения потока собственного натекания вакуумной системы можно пренебречь;

- при величине собственного натекания  $Q_0 \gg Q$  неопределенность измерения потока газа определяются только неопределенностью измерения собственного натекания, а искомое значение потока газа в вакууме «растворится» в неопределенности измерения собственного натекания.

Исходя из вышесказанного ясно, что нижний предел измерения данного метода определяется собственным натеканием вакуумной системы.

### 2.2.2 Динамические модели измерений

Рассмотрим теперь процесс откачки простейшей вакуумной системы, представленной на рисунке 2.2.1. Согласно теории подобия любую вакуумную систему можно представить в виде простейшей вакуумной системы (идеальной вакуумной камеры и вакуумного насоса, соединенных между собой вакуумным элементом с проводимостью  $U$ ).

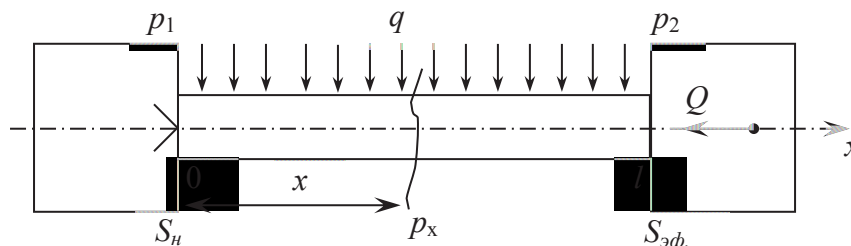


Рисунок 2.2.1 – Схема простейшей вакуумной системы

где  $p_1$  – предельное остаточное давление на входе системы создания и поддержания давления (вакуумного насоса), Па;  $p_2$  – воспроизводимое в вакуумной камере давление, Па;  $p_x$  – давление в произвольном сечении вакуумной системы, Па;  $Q$  – неизвестный поток газа, поступающий в вакуумную камеру, Па·м<sup>3</sup>/с;  $q$  – газоразделение с единицы поверхности вакуумной системы поперечного сечения периметром  $\Pi$  и длиной  $l$ , имеющий проводимость  $U$ , м<sup>3</sup>/с.

Считая, что вакуумная система в момент измерения находится в стационарном режиме работы, который характеризуется постоянством во времени потоков и давлений во всех сечениях вакуумной системы и, опираясь на уравнение неразрывности, можно записать уравнение баланса сил в вакуумной системе.

$$Q = C \frac{dp}{dx}, \quad (2.2.32)$$

где  $C$  – коэффициент пропорциональности.

При этом газовый поток не остается постоянным по длине вакуумной системы, а изменяется за счет натекания и газовыделения. В этом случае дифференциальное уравнение баланса массы

$$\frac{dQ(x)}{dx} = -q\Pi. \quad (2.2.33)$$

На основании изложенного в [96] получим уравнение для нахождения величины давления в вакуумной камере простейшей вакуумной системы

$$p_2 = p_1 + \frac{l}{c} \left( Q + \frac{q\Pi l}{2} \right), \quad (2.2.34)$$

Обозначив  $C/l=U$  преобразуем выражение 2.2.34 в уравнение измерений потока

$$Q = U(p_2 - p_1) - \frac{q\Pi l}{2}. \quad (2.2.35)$$

Данное уравнение позволяет измерить поток газа в вакууме, если известна проводимость элемента вакуумной системы и перепад давления на данном вакуумном элементе. Из выражения 2.2.35 видно, что на элементе вакуумной системы происходит понижение давления, называемое редукией давления. Данный метод называется методом калиброванного сопротивления или методом редукии давления (редукционным).

Перепишем выражение 2.2.35 в виде

$$Q = U(p_2 - p_1) \left( 1 - \frac{q\Pi l}{2U(p_2 - p_1)} \right) = U(p_2 - p_1)(1 + \delta(q)) = U\Delta p\delta, \quad (2.2.36)$$

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

Следует отметить, что при определении потенциальных возможностей метода редукии предполагалось, что соблюдается молекулярный режим течения и температур не изменяется за время измерений и от измерения к измерению. Однако это не так. Еще раз запишем уравнение для расчета проводимости идеальной круглой диафрагмы 2.1.21

$$U = 114,35d^2/4 \cdot \sqrt{T/M}.$$

Как видно из уравнения, проводимость элемента малой проводимости зависит не только от геометрических размеров, но и от температуры. Тогда

необходимо скорректировать выражение для расчета неопределенности измерения проводимости диафрагмы

$$u_{rel}(U) = \sqrt{4u_{rel}^2(d) + \frac{1}{4}u_{rel}^2(T)}, \quad (2.2.37)$$

где  $u_{rel}(T)$  – относительное стандартное отклонение измерения температуры.

Здесь следует отметить, что практически очень трудно изготовить идеальное отверстие малого диаметра. Как правило, в результате изготовлений малых отверстий получается короткий канал. Поэтому при расчете целесообразно воспользоваться теорией Клаузинга, согласно которой, поток молекул, вылетающих из выходного отверстия трубы, можно выразить через поток молекул, влетающих во входное отверстие трубы, и некоторый коэффициент, характеризующий вероятность прохождения молекулой газа всего трубопровода. Запишем тогда выражение для нахождения проводимости трубопровода в виде:

$$U = PU_0 = P114,35d^2/4 \cdot \sqrt{T/M}, \quad (2.2.38)$$

где  $U_0$  – проводимость идеального отверстия, м<sup>3</sup>/с;

$P$  – вероятность прохождения молекулой газа всего трубопровода в молекулярном режиме течения.

Следовательно, неопределенность определения проводимости диафрагмы малой проводимости необходимо записать в виде

$$u_{rel}(U) = \sqrt{4u_{rel}^2(d) + \frac{1}{4}u_{rel}^2(T) + u_{rel}^2(P)}, \quad (2.2.39)$$

где  $u_{rel}(P)$  – относительное стандартное отклонение результата расчета вероятности прохождения молекулой газа всего трубопровода.

Для записи системы уравнений, описывающих реальную модель измерений редуцированным методом, необходимо добавить условия соблюдения молекулярного режима течения, при котором проводимость не зависит от давления газа. Запишем это условие согласно [96]



$$a \ll L = \frac{kT^2}{\sqrt{2}\pi p d_m^2 (T+C)}, \quad (2.2.40)$$

где  $a$  – характерный размер трубопровода, м;

$d_m$  – диаметр молекул газа, м;

$C$  – постоянная Сезерленда, °К;

$k$  – постоянная Больцмана, Дж/°К.

В заключении запишем систему уравнений, описывающих реальную модель измерений потока газа в вакууме методом калиброванного сопротивления (редукционного)

$$\left\{ \begin{array}{l} Q = U(p_2 - p_1) \left( 1 - \frac{q\Pi l}{2U(p_2 - p_1)} \right) = U(p_2 - p_1)(1 + \delta(q)) = U\Delta p\delta \\ T \cong const \\ U = PU_0 = P114,35d^2/4 \cdot \sqrt{\frac{T}{M}} \\ a \approx d \ll L = \frac{kT^2}{\sqrt{2}\pi p d_m^2 (T+C)} \\ \delta = (1 + \delta(q)) = 1 + \frac{q\Pi l}{2U(p_2 - p_1)} \\ u_{rel}(U) = \sqrt{4u_{rel}^2(d) + \frac{1}{4}u_{rel}^2(T) + u_{rel}^2(P)} \\ u_{rel}(Q) = \sqrt{u_{rel}^2(U) + u_{rel}^2(\Delta p) + u_{rel}^2(\delta)} \end{array} \right. \quad (2.2.41)$$

### 2.3 Выводы к главе 2

Из полученных реальных моделей измерений потока газа в вакууме различными методами следует, что неопределенность измерений потока газа зависит не только от неопределенностей измерений давления, объема и времени, но и от ряда других факторов, таких как нестабильность поддержания температуры, давления, объема, диаметров диафрагмы, а также, собственного газоотделения вакуумной системы, натекания извне и стационарности режима течения.

Так известно, что температура в помещениях не постоянна, а меняется во времени. К тому же поле температура неоднородно в пространстве, причем не

только по помещению, но и в объеме экспериментальных и эталонных установок. Тоже относиться и к различным элементам вакуумных систем. Данный факт обуславливает необходимость измерений температуры окружающей среды и вакуумной системы.

Следует отметить, что данный фактор может оказывать влияние не только в случае изменения температуры во времени, но также и неравномерном распределении температуры по всей вакуумной системе в целом.

Рассматривая реальные модели измерений, можно выявить следующие возможные методы уменьшения неопределенностей, возникающей из-за неравномерности распределения температуры по вакуумной системе и изменения температуры во времени:

1. Уменьшение времени измерения, поскольку за короткий период измерения температура практически не меняется в силу медленных температурных процессов;

2. Термостабилизация всей вакуумной системы в целом.

Однако практическая реализация данных методов не всегда возможна, поскольку их реализации мешают следующие причины:

- ограниченность объема вакуумной системы, надо стремиться к уменьшению;

- необходимость измерения достаточно высоких давлений, порядка  $10^{-3}$  -  $10^3$  Па, для обеспечения точности измерения давления;

- необходимость увеличивать время измерений для получения необходимых точностей измерений объема, давления и интервалов времени;

- сложность термостабилизации вакуумной системы в целом, поскольку она включает в себя источники тепла.

Помимо этого, температура также оказывает влияния и на другие макропараметры вакуумной системы.

Прежде всего, следует отметить, что объем и проводимость вакуумной системы непосредственно зависят от линейных размеров, а значит, зависят от температуры и коэффициента линейного расширения материалов, что может

вносить дополнительные неопределенности в измерения объема и проводимости. Как правило, эти неопределенности не превышают тысячных долей процента, однако, в аспекте влияния на проводимость, таких малоразмерных элементов, как сильфоны клапанов, диафрагмы и капилляры, в совокупности с механическими напряжениями, возникающими в результате заделки и нагрева элементов, пространственные и временные вариации могут оказывать ощутимое влияние на параметры вакуумной системы.

Помимо влияния температуры на результаты измерений потока, необходимо отметить, что современные вакуумные элементы состоят из многих деталей и узлов, соединяющихся между собой при помощи разъемных и неразъемных соединений и имеющие различные физико-химические свойства. В свою очередь, для каждого элемента вакуумной системы и всей системы в целом характерны такие процессы, как собственное натекание, включающее в себя диффузию сквозь материал вакуумной системы, диффузию из материала вакуумной системы, натекание сквозь неплотности и дефекты вакуумной системы. Все эти процессы носят вероятностный характер и на их течение во времени оказывают влияние десятки и сотни факторов. Кроме того, величина собственного натекания меняется во времени. Можно сказать, что величина собственного натекания обладает такими характеристиками, как дрейф и шум вакуумной системы.

Здесь следует отметить, что на собственное натекание всей вакуумной системы в целом, температура также оказывает влияние. Тогда поток веществ, попадающих в вакуумную систему, можно в общем виде представить в виде выражения

$$Q_{\Sigma} = \Delta p U_{\Sigma}, \quad (2.3.1)$$

где  $\Delta p$  – перепад между давлением окружающей среды и давлением в вакуумной системе;

$U_{\Sigma}$  - некая суммарная проводимость, которая зависит в частности, от такого фактора, как температура, а также от давления, материалов вакуумной

системы, чистоты поверхностей вакуумной системы, геометрических размеров, электромагнитных и химических свойств и т.д.

Таким образом, в заключение главы 2 можно сделать следующие выводы:

1. В результате работы были проанализированы составляющие неопределенности измерения потока газа в вакууме абсолютных методов измерений потока газа. На основании анализа были определены основные величины, влияющие на неопределенность измерения потока газа в вакууме эталонной установкой.

2. Анализ потенциальных измерительных возможностей различных моделей измерений потока газа в вакууме показал, что точность измерения давления оказывает наибольшее влияние на погрешность результата измерений потока. Причем, необходимость измерения давления присутствует во всех трех абсолютных моделях измерений потока газа – постоянного давления, кумуляционного, калиброванного сопротивления.

3. В результате работ построены реальные модели измерений потока газа в вакууме.

4. Построение реальных моделей измерений позволяет сказать, что при измерении потоков газа в вакууме, необходимо детально учитывать неопределенности вносимые нестабильностью температуры, а также собственным газоотделением и натеканием извне.

5. Анализ полученных реальных моделей измерений показывает возможность создания аппаратуры для проведения комплексных измерений потока газа в вакууме с учетом всех влияющих факторов.

Данные выводы и исследования, проведенные в главе 2, ставят ряд исследовательских, инженерных и конструкторских задач:

1. Поиск путей повышения точности измерения потока газа в вакууме за счет СИ давления.

2. Разработка и реализация методик и алгоритмов измерений потока газа в вакууме, позволяющих максимально учесть все, входящие в реальные модели измерений факторы.

3. Реализация разработанных моделей измерений и алгоритмов в железе.  
При этом необходимо максимально использовать имеющиеся в ФГУП  
«ВНИИМ им. Д.И.Менделеева» оборудование.

### **ГЛАВА 3. Практическая реализация эталонной установки**

В данной главе рассматриваются вопросы практической реализации методов измерения потока газа в вакууме в эталонной установке ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

#### **3.1 Исследование путей повышения точности измерения потока газа за счет средств измерения давления**

Как было выяснено в главе 2, точность измерения давления оказывает наибольшее влияние на неопределенность результата измерений потока. Причем, необходимость измерения давления присутствует во всех трех абсолютных моделях измерений потока газа – постоянного давления, кумуляционного, калиброванного сопротивления. Все эти факторы накладывают ряд требований на средства измерений давления:

1. Наиболее широкий диапазон измерений с верхним пределом измерений (ВПИ), обусловленным наличием СИ потока газа, у которых истечение газа происходит не в вакуум, а в атмосферу, Па:  $10^5$  Па.

2. Требование обеспечения наименьшей погрешности во всем диапазоне измерений.

3. Необходимо обеспечить низкое влияние на вакуумную систему, а именно на собственное газоотделение системы и температурный режим работы вакуумной системы.

4. Требование зависимости от рода газа.

5. Требование независимости от рода газа.

Как видно, первое и второе требование являются общими для всех СИ. Однако факторы минимизации влияния на вакуумную систему и независимости и зависимости показаний СИ от температуры, рода газа и т.д. являются не менее важными, если не сказать определяющими.

При создании эталонной установки следует отметить, что истечение газа, как правило, происходит в вакуум, для которого характерны молекулярные и молекулярно-вязкостные режимы течения газа. Тем не менее, существует ряд

приборов, в которых истечение газа происходит в атмосферу. Данные приборы, прежде всего, связаны с контролем герметичности опасных промышленных объектов, поскольку наличие утечек опасных газов в атмосферу может нанести вред человеку и окружающей среде.

В настоящее время промышленность выпускает широкий спектр вакуумметров и измерителей абсолютного и дифференциального давления. Обзор принципов действия наиболее распространённых измерителей давления приводится в [7, 45, 80, 81, 84, 96]. Из всего огромного перечня вакуумметров и дифференциальных манометров условиям обеспечения наивысшей точности удовлетворяют жидкостные, деформационные, единичные экземпляры тепловых, ионизационных, вязкостных вакуумметров. Правильность данного перечня подтверждает и [55], поскольку к эталонным СИ согласно государственной поверочной схеме отнесены жидкостные, деформационные, тепловые и ионизационные вакуумметры. В таблице 3.1.1 приведены основные преимущества и недостатки, характерные тем или иным СИ измерения давления.

Таблица 3.1.1 – Достоинства и недостатки СИ давления различных принципов действия

<b>Принципы СИ давления</b>	<b>Преимущества</b>	<b>Недостатки</b>
Грузопоршневые манометры абсолютного давления.	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Высокая точность измерения.</li> <li>- Абсолютный метод измерений.</li> <li>- Стабильность показаний.</li> <li>- Независимость от рода газа.</li> <li>- Изученность метода.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Не всегда возможны продолжительное измерение давления (режим онлайн) и организация обратной связи.</li> <li>- Зависимость от температуры.</li> <li>- Влияние на собственное газоотделение и</li> </ul>

		герметичность вакуумной системы. Большие габариты.
Жидкостные СИ давления	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Высокая точность измерения.</li> <li>- Стабильность показаний.</li> <li>- Абсолютный метод измерений.</li> <li>- Изученность метода.</li> <li>- Ряд СИ позволяет работать в режиме измерения перепада давления.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Узкий диапазон измерений: <math>1 - 10^3</math> Па.</li> <li>- Наличие паров жидкости в системе.</li> <li>- Сложность создания системы отсчета уровней жидкости.</li> <li>- Различная для разных газов скорость газоотделения и газопоглощения.</li> <li>- Не всегда возможны продолжительное измерение давления (режим онлайн) и организация обратной связи.</li> <li>- Зависимость от температуры.</li> <li>- Большие габариты.</li> </ul>
Вязкостные СИ давления	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Высокая точность измерения.</li> <li>- Широкий диапазон измерений: <math>10^{-4} - 10^2</math> Па.</li> <li>- Отсутствие паров жидкости.</li> <li>- Компактность и</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Не абсолютный метод измерений.</li> <li>- Нуждаются в калибровке.</li> <li>- Зависимость от состава пробного газа, поскольку от состава зависит вязкость газа.</li> </ul>



	<p>возможность интеграции.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Отсутствие собственной скорости откачки влияющей на вакуумную систему.</li> <li>- Возможность непрерывного измерения давления и подключения к ПК.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Сильная зависимость от температуры.</li> </ul>
<p>Мембранно-емкостные деформационные СИ давления</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Абсолютный метод измерений.</li> <li>- Высокая точность измерения.</li> <li>- Широкий диапазон измерений: <math>10^{-3} - 10^5</math> Па.</li> <li>- Независимость от рода газа.</li> <li>- Ряд СИ позволяет работать в режиме измерения перепада давления.</li> <li>- Отсутствие паров жидкости.</li> <li>- Компактность и возможность интеграции.</li> <li>- Отсутствие собственной скорости откачки, влияющие на вакуумную систему.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Неабсолютные деформационные СИ давления нуждаются в калибровке.</li> <li>- Сильная зависимость от температуры.</li> </ul>

	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Возможность непрерывного измерения давления и подключения к ПК.</li> <li>- Технологичность изготовления.</li> </ul>	
Тепловые СИ давления	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Низкая точность измерения.</li> <li>- Широкий диапазон измерений: <math>10^{-2} - 10^5</math> Па.</li> <li>- Отсутствие паров жидкости.</li> <li>- Компактность и возможность интеграции.</li> <li>- Отсутствие собственной скорости откачки и газоотделения, влияющих на вакуумную систему.</li> <li>- Возможность непрерывного измерения давления и подключения к ПК.</li> <li>- Технологичность изготовления.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Не абсолютный метод измерений</li> <li>- Нуждаются в калибровке.</li> <li>- Высокая зависимость от температуры.</li> <li>- Зависимость от рода газа.</li> <li>- Инерционность.</li> </ul>
Ионизационные СИ давления	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Низкая точность измерения.</li> <li>- Широкий диапазон измерений: <math>10^{-7} - 10^2</math> Па.</li> <li>- Отсутствие паров</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Не абсолютный метод измерений</li> <li>- Нуждаются в калибровке.</li> <li>- Зависимость от рода газа.</li> <li>- Собственная быстрота</li> </ul>

	<p>жидкости.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Компактность и возможность интеграции.</li> <li>- Возможность непрерывного измерения давления и подключения к ПК.</li> <li>- Технологичность изготовления.</li> </ul>	<p>откачки и газоотделения, влияющие на вакуумную систему.</p>
--	---	--

На основании оценок преимуществ и недостатков тех или иных СИ давления можно сказать, что перспективным для использования в эталонной установке представляются деформационные СИ давления, как основные эталонные СИ и тепловые, ионизационные и вязкостные вакуумметры в качестве вспомогательных.

В аспекте повышения точности и воспроизводимости единицы давления использование деформационных преобразователей в качестве эталонных СИ давления при измерении потока газа является наиболее перспективным. Т.к., с ростом современных технологий, таких как микро и нанотехнологии появилась уникальная возможность реализовать деформационные принципы измерения давления, в том числе и абсолютные, в очень малых габаритах. Это позволяет не только интегрировать датчики в любое место вакуумной системы, но и повысить точность измерения давления за счет компактных размеров датчика и всей вакуумной системы в целом, поскольку малые габариты изделия позволяют значительно уменьшить собственное газоотделение и натекание извне, как самого датчика давления, так и всей вакуумной системы в целом. Другое преимущество малых габаритов – это возможность термостатировать микродатчик как самостоятельно, так и в комплексе с вакуумной системой. Данный фактор позволяет увеличить точность измерения давления в разы, по сравнению с громоздкими датчиками старого исполнения и других принципов действия. Так ряд производителей уже сейчас может серийно выпускать MEM

и МЕМК размером порядка 5-30 мм, причем ожидаемая точность этих датчиков сравнима с точностью государственного эталона.

Технические характеристики серийно выпускаемых деформационных СИ давления приведены в таблице 3.1.2. В последнем столбце данной таблицы для сравнения приведены технические характеристики компрессионного ртутного манометра, используемого в эталонной установке УПВО.

Таблица 3.1.2 – Технические характеристики современных высокоточных СИ давления

Характеристики/ Тип прибора	Баратрон 690А/698А	ВК-1	Изготавли- ваемые способами микро- мехатроники	Ртутный компрес- сионный манометр Мак-Леода
Диапазон, Па	$10^{-3} - 10^5$	$10^{-1} - 10^2$	$10^{-3} - 10^2$	$10^{-1} - 10^2$
Неопределенность измерений, %	2-0,05	5-1,5	2 - 0,5	5-1
Габариты, мм	<200	<200	<30	500-1000

Тем не менее, деформационные СИ давления имеют сравнительно высокий нижний предел измерения, порядка  $10^{-3}$  Па. При измерении давлений менее  $10^{-3}$  Па целесообразно использовать другие типы СИ давления, такие как ионизационные и вязкостные. Однако зависимость их показаний от состава газовой среды не дает конкретного значения величины потока какого-то конкретного газа и требует дополнительного анализа остаточных газов. Наиболее широкую и подробную информацию об остаточных газах позволяют получать измерители парциальных давлений различных типов, другими словами различные масс-спектрометры. По принципу действия масс-спектрометры классифицируются следующим образом:

1. Статические масс-спектрометры, где разделение ионов осуществляется при помощи постоянных или медленно меняющихся

магнитного и электрического полей, причем период изменения полей намного продолжительней времени движения ионов в анализаторе.

2. Времяпролетные масс-спектрометры (хронотроны), в которых разделение ионов в анализаторе происходит во время их пролета в пространстве, свободном от электрического и магнитного полей.

3. Радиочастотные масс-спектрометры, в которых характер движения ионов, например частоты колебаний, зависит от приложенного высокочастотного напряжения:

а) омегатрон;

б) квадрупольный и монополярный масс-спектрометры.

В таблице 3.1.3 приведены основные типы и характеристики масс-спектрометров различных типов.

Таблице 3.1.3 – Основные типы и характеристики масс-спектрометров различных типов

Тип прибора	Метод разделения ионов	Рабочий диапазон давлений, Па	Диапазон масс, атомные единицы массы.
Статический масс-спектрометр с магнитной разверткой	Постоянное электрическое и магнитное поле	$10^{-2}$ - $10^{-9}$	1-200
Времяпролетный масс-спектрометр (хронотрон)	Время пролета за счет разницы скоростей	$10^{-3}$ - $10^{-8}$	1-600
Омегатронный масс-спектрометр	Постоянное магнитное и переменное электрическое поле	$10^{-3}$ - $10^{-9}$	1-250
Квадрупольный и	Переменное	$10^{-2}$ - $10^{-10}$	1-300

монополярный масс-спектрометры	электрическое поле		
--------------------------------	--------------------	--	--

Наиболее подробно принципы действия различных измерителей парциального давления изложены в [7, 35, 68, 80, 81, 84, 96, 108] и др.

Как видно, использование измерителей парциальных давлений позволяет расширить предел измерения низких абсолютных давлений вплоть до  $10^{-10}$  Па, а использование различных способов фильтрации и усиления сигнала еще на 2-3 порядка. Однако не следует забывать о таком недостатке измерителей парциальных давлений и других СИ давления, как зависимость от рода и состава истекающего газа.

С учетом вышеизложенного можно резюмировать, что в составе разрабатываемой установки необходимо предусмотреть возможность подключения, а при возможности включить в состав, такие СИ давления, как:

- деформационные вакуумметры 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.

### **3.2 Общие инженерные решения, реализованные в эталонной установке**

Следует отметить, что в эталонной установке использовались технические и инженерные решения, направленные на получение наивысшей точности измерений потока газа в вакууме.

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 отоженных 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°С 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.

Однако наибольшие изменения и новшества затронули всю вакуумную систему в целом. На рисунке 3.2.1 изображена принципиальная вакуумная схема разработанной эталонной установки. Измерительная часть системы состоит из 3-х измерительных блоков: кумуляционного, реализующего принцип накопления; жидкостномеханического, реализующего принцип постоянного объема и редуктометрического.

На схеме штриховыми линиями и выносками 1, 2, 3 изображены устройства термостатирования поверяемых (калибруемых) СИ потока газа в вакууме кумуляционного, редуктометрического и жидкостномеханического измерительных блоков, соответственно. Следует сразу отметить, что

жидкостномеханический измерительный блок вошел в эталонную установку практически без изменений из состава эталонной установки УПВО. Остальными штриховыми линиями показаны места установки дополнительных СИ давления или дополнительного вакуумного оборудования.

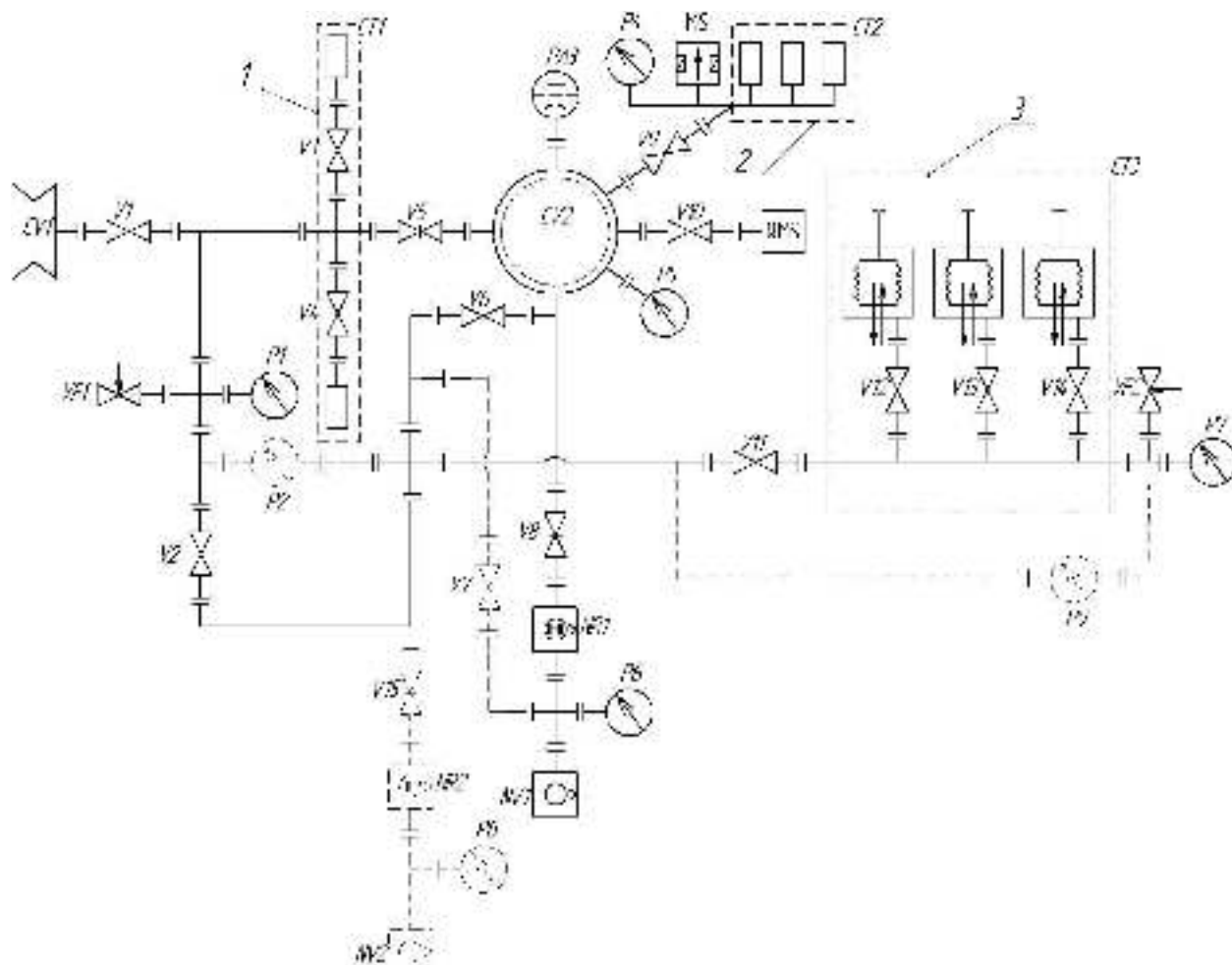


Рисунок 3.2.1 – Схема вакуумная принципиальная эталонной установки

В эталонной установке были применены безмасляные средства создания и поддержания давления, такие как турбомолекулярный насос и многоступенчатый насос Рутса. Использование данных типов насосов по сравнению с ранее используемыми в аналогичных установках в РФ, дает следующие возможности и преимущества:

1. Отсутствие паров масла в вакуумной системе, что означает уменьшение влияния откачных средств на собственное газоотделение вакуумной системы в целом, и уменьшает ошибку, связанную с измерением



низких абсолютных давлений такими СИ давления, как ионизационные и вязкостные вакуумметры, а также различными измерителями парциальных давлений.

2. Возможность получения более высокого вакуума, вплоть до  $10^{-7} - 10^{-8}$  Па и высокая быстрота откачки.

3. Удобство эксплуатации, которое выражается в таких факторах, как: малые габариты, отсутствие водяного охлаждения, отсутствие ловушек паров масла, малая мощность, легкая автоматизация запуска и др.

Помимо создания откачной системы на базе безмасляных средств откачки с использованием современных материалов и комплектующих, были разработаны кумуляционный и редуктометрический измерительные блоки.

### **3.3 Практическая реализация и анализ погрешности кумуляционного измерительного блока**

#### **3.3.1 Устройство кумуляционного измерительного блока**

На принципиальной вакуумной схеме эталонной установки (см. рис. 3.2.1) кумуляционный измерительный блок имеет обозначение *СТ1*. На данной схеме поверяемая (калибруемая) мера потока или потокомер обозначены *Q*, а символом *Φ* обозначена течь, имитирующая натекание газа в вакуумную систему извне. Таким образом, в эталонной установке реализована операция «холостой течи». Поверяемая и холостая течь присоединяются к фланцам электромагнитных вакуумных или ручных сверхвысоковакуумных клапанов *V3* и *V4*. В качестве холостой течи используются заглушки, форма и объем которых аналогичны реальным мерам потока и изготовленные из тех же материалов, что и реальные меры потока.

В качестве СИ давления в кумуляционном измерительном блоке использованы мембранно-емкостные датчики давления Баратрон абсолютного и дифференциального типа.

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 [55] и государственного специального эталона единицы давления для разности давлений в диапазоне  $1 \cdot 10^{-1}$  до  $1 \cdot 10^4$  Па ГЭТ 95-75 [56]. Технические характеристики датчиков Баратрон, приведены в приложении А.

Протоколы калибровки датчиков Баратрон, используемых в эталонной установке, приведены в приложениях Б, В, Г. Из протоколов следует, что:

1. Относительная погрешность датчика Баратрон 690А с ВПИ 0,1 Торр в диапазоне от  $2,5 \cdot 10^{-3}$  до 10 Па не превышает 0,6 %.

2. В составе вакуумной системы разработанной эталонной установки разброс показаний датчика Баратрон 690А с ВПИ 0,1 Торр в диапазоне от  $1,3 \cdot 10^{-1}$  до  $4 \cdot 10^{-1}$  Па существенно увеличился и изменялся от 4,5 до 1,2 %.

3. В остальной части диапазона измерений датчика Баратрон 690А с ВПИ 0,1 Торр разброс показаний датчика Баратрон 690А с ВПИ 0,1 не превышает 0,6 %.

4. Поэтому при измерениях потока газа целесообразно применять датчик Баратрон 690А с ВПИ 0,1 в диапазоне от  $5,0 \cdot 10^{-1}$  до 10 Па

5. Относительная погрешность датчика Баратрон 698А не превышает 0,15 %.

Следует отметить, что наличие возможности соединения датчика с персональным компьютером 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. Что в свою очередь позволяет оптимизировать временные интервалы измерений с целью минимизации основных и дополнительных неопределенностей измерения, обусловленных построенной реальной моделью измерений потока газа в вакууме методом накопления.

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 [40].

Помимо возможности непрерывной регистрации таких важных характеристик, как время, давление, величина изменения давления во времени, 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. На рисунке 3.3.2 приведен общий вид нескольких «экранов» данного программного обеспечения.

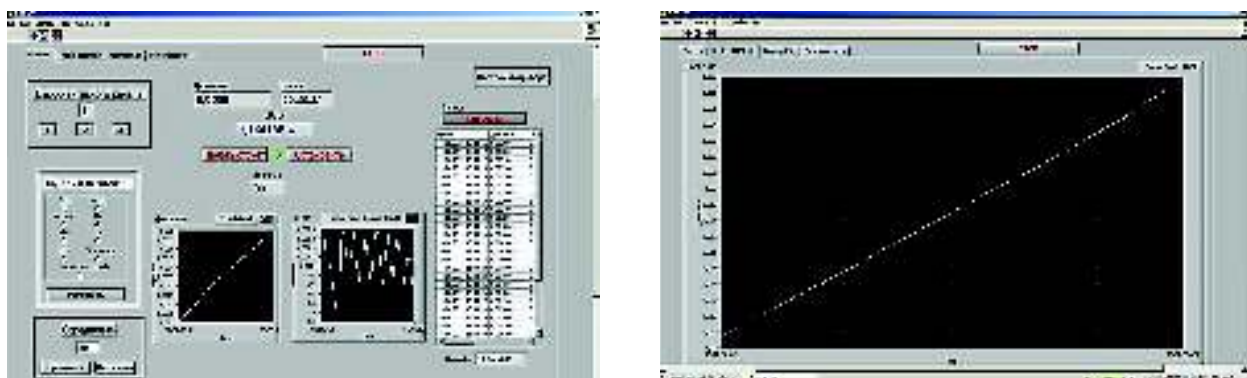


Рисунок 3.3.2 – Некоторые «экраны» программного обеспечения «Поток MKS 670 В»

Совместное использование датчиков Баратрон и разработанного программного обеспечения позволило разработать гибридную методику калибровки мер потока и потокометров различных типов. Данная методика позволяет реализовать, как классический метод накопления, так и метод накопления с анализом динамики изменения давления. Для реализации гибридной методики в составе кумуляционного блока предусмотрены сверхвысоковакуумные и высокоскоростные электромагнитные вакуумные клапаны, которые позволяют в короткий промежуток времени присоединять и отсекают от измерительного объема как средства откачки, так и поверяемые (калибруемые) меры потока и потокометры.

Таким образом, газ поступает в измерительный объем, который включает калиброванный объем  $CVI$ ; объем открытого клапана  $VI$ ; объем одного из открытых клапанов к калибруемым потокометрам  $V3$  или  $V4$ ; объемы закрытых клапанов  $V2$ ,  $V5$  и натекателя  $VF1$ ; объемы непосредственно присоединенных к

вакуумной системе СИ давления  $P1$ ,  $P2$ ; а также объем присоединительного фланца калибруемого потокомера. Поскольку объем присоединяемых потокомеров и СИ давления неизвестен, а вакуумное оборудование имеет скрытые полости, то для определения общего объема вакуумной системы, участвующей в процессе измерений, в конструкцию кумуляционного измерительного блока введен калиброванный объем  $CVI$ . Данный объем представляет собой цилиндрическую вакуумную камеру из нержавеющей стали, жестко соединенную с вакуумным клапаном  $VI$ , посредством которого калиброванный объем может присоединяться и отсекается от вакуумной системы. Протокол калибровки данного объема приведен в приложении Д. Для калиброванного объема были получены следующие метрологические характеристики:

- среднее значение вместимости калиброванного объема, см<sup>3</sup>:

30,586;

- относительная расширенная неопределенность результата

измерений, %: 0,62.

### **3.3.2 Измерение потока газа кумуляционным измерительным блоком**

В результате работ по созданию нового кумуляционного измерительного блока была разработана методика поверки (калибровки) мер потока газа в вакууме. Данная методика разбита на несколько этапов:

1. Подготовка к поверке (калибровке). На данном этапе происходит присоединение поверяемых потокомеров, контроль герметичности вакуумной системы кумуляционного измерительного блока, а также прогрев и обезгаживание вакуумной системы.

2. Определение измерительного объема. Процедура определения объема заключается в следующем:

- при помощи натекателя установить в вакуумной системе кумуляционного измерительного блока давление  $p_1$ , близкое к верхнему пределу измерений СИ давления при отсеченной откачке и открытых клапанах  $VI$  и  $V3$ ;

- отсечь калиброванный объем от измерительного при помощи клапана  $V1$ , тем самым сохраняя давление  $p_1$  в калиброванном объеме  $CV1$ ;
- открыть клапан  $V2$  и откачать оставшуюся часть вакуумной системы до давления  $P_0$ ;
- по достижении давления  $p_0$  величины не более  $1 \cdot 10^{-4}$  Па перекрыть откачку клапаном  $V2$  и соединить калиброванный объем  $CV1$  с общим измерительным объемом, при этом в измерительном объеме установится давление  $p_2$ , регистрируемое по эталонному СИ давления;
- используя закон Бойля-Мариота, рассчитать величину измерительного объема по формуле 2.1.12.

Типичная диаграмма регистрации давления при измерении объема приведена на рисунке 3.3.3.

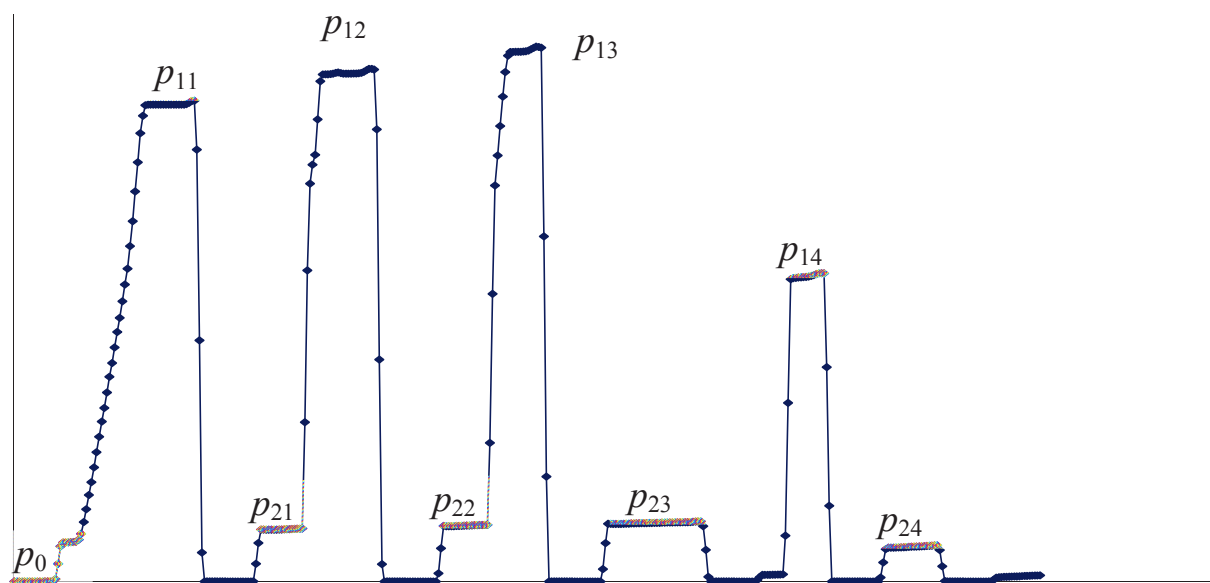


Рисунок 3.3.3 – Диаграмма измерения объема

### 3. Измерение потока газа от потокомера.

Как говорилось ранее, измерение потока возможно двумя методами. На рисунке 3.3.4 представлена диаграмма измерения потока, полученная классическим методом накопления.

Видно, что процедура одного измерения состоит из серии единичных измерений. Расчет скорости изменения давления для каждого единичного

измерения выполняется в программе автоматически и выводится на дисплей компьютера в виде графика. На рисунке 3.3.5 изображен соответствующий график зависимости скорости изменения давления от времени. Как видно из графиков, полученные результаты легко линейризируются при помощи метода наименьших квадратов.

Помимо отображения на графике величина изменения потока совместно с давлением и временем регистрируется в файл данных формата Excel [44] для последующей статистической обработки. Записанные в файле результаты представляются в виде таблицы. Форма зарегистрированных результатов, приведена в таблице 3.3.1.

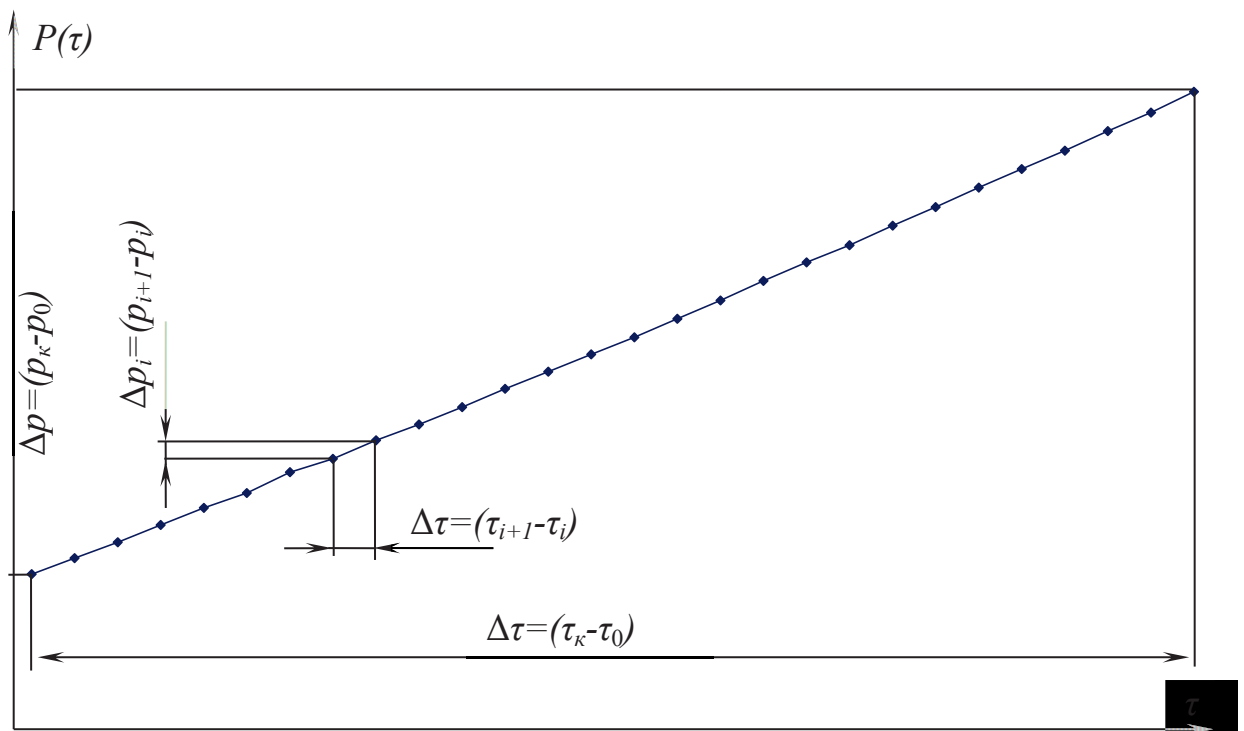


Рисунок 3.3.4 – Диаграмма изменения давления при измерении потока кумуляционным измерительным блоком

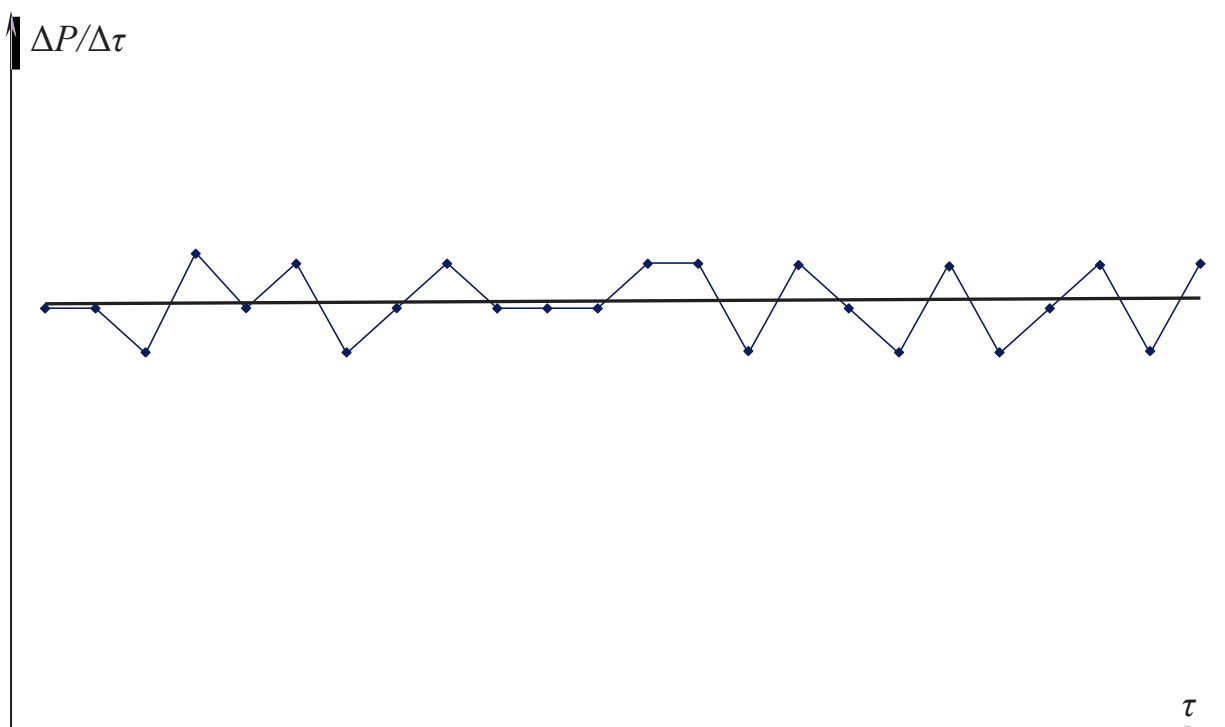


Рисунок 3.3.5 – График изменения потока во времени при измерении кумуляционным измерительным блоком

Таблица 3.3.1 – Представление результатов измерений в виде файла - таблицы

Время регистрации	Давление	$\Delta P/\Delta \tau$	Время, с
03.04.2013 12:27	0,163	0,000243	900
03.04.2013 12:32	0,241	0,000255	1200
03.04.2013 12:37	0,325	0,00027	1500
03.04.2013 12:42	0,409	0,00028	1800
03.04.2013 12:47	0,499	0,00029	2100
03.04.2013 12:52	0,589	0,0003	2400
03.04.2013 12:57	0,682	0,000305	2700
03.04.2013 13:02	0,776	0,000312	3000
03.04.2013 13:07	0,872	0,000317	3300
03.04.2013 13:12	0,972	0,000327	3600
03.04.2013 13:17	1,073	0,000335	3900

Процедура измерений потока газа заключается в следующем:

- после предварительного обезгаживания и откачки кумуляционного измерительного блока до предельного остаточного давления  $p_0$  при открытых клапанах к калиброванному объему  $V1$ , откачной системе  $V2$ , поверяемой (калибруемой) мере потока или потокоммеру  $V3$  и холостой течи  $V4$ , с помощи

клапана  $V3$  поверяемая мера потока (потокомер, источник потока) изолируется от измерительного объема, а измерительный объем, в свою очередь, отсекается от системы откачки клапаном  $V2$ ;

- происходит накопление газа в измерительном объеме, при этом программно регистрируются все необходимые параметры кумуляционного измерительного блока и происходит измерение величины «холостой течи» - собственного (фоновое) натекания кумуляционного измерительного блока;

- после измерения собственного натекания соединяют измерительный объем с системой откачки и поверяемой мерой потока и вновь откачивают до предельного остаточного давления  $p_0$ , контролируемого по вспомогательному СИ давления;

- производят измерения суммарного потока от поверяемой меры потока совместно с собственным натеканием при перекрытом клапане системы откачки  $V2$ , закрытом клапане на холостую течь  $V4$  и открытом клапане к поверяемой (калибруемой) мере потока или потокомеру  $V3$ ;

- измерения собственного натекания и суммарного потока газа выполняют поочередно.

Данный метод хорошо зарекомендовал себя при измерении потоков вплоть до величин потока порядка  $1 \cdot 10^{-8}$  Па·м<sup>3</sup>/с. Однако, при измерении потоков, соизмеримых с величиной собственного натекания кумуляционного измерительного блока, данный метод дает высокую неопределенность. Это связано, прежде всего, с тем, что для получения ощутимого прироста давления необходимы достаточно длительные интервалы времени, соизмеримые с макропроцессами, протекающими в кумуляционном измерительном блоке и в помещении в целом, а значит, за время между измерениями суммарного потока и потока собственного натекания вакуумной системы, последний может существенно измениться.

Физические процессы, протекающие в вакуумной системе и вызывающие данные изменения, изложены в главе 2 данной работы. В результате изучения причин, вызывающих изменения, степень их влияния на точность измерений и



зависимости от внешних факторов, был разработан гибридный метод поверки (калибровки) мер потока кумуляционным измерительным блоком, который позволяет одновременно проводить измерения, как поток газа за длительный период времени, так и мгновенное значение в текущий момент времени.

Суть данного метода заключается в следующем:

- после предварительного обезгаживания и откачки кумуляционного измерительного блока до предельного остаточного давления  $p_0$  при открытых клапанах к калиброванному объему  $V1$ , откачной системе  $V2$ , поверяемой (калибруемой) мере потока или потокомеру  $V3$  и холостой течи  $V4$ , с помощи клапана  $V3$  поверяемая мера потока (потокомер, источник потока) изолируется от измерительного объема, а измерительный объем, в свою очередь, отсекается от системы откачки клапаном  $V2$ ;

- происходит накопление газа в объеме, ограниченном клапаном  $V3$  и присоединительным фланцем поверяемого потокомера, и в объеме, ограниченном клапаном  $V4$  и присоединительным фланцем холостой течи;

- после истечения времени накопления газа перекрывают откачку клапаном  $V2$  и открывают клапан  $V4$  от холостой течи, при этом происходит расширение накопившегося газа в измерительный объем и регистрируется величина установившегося давления;

- открывают клапан откачки измерительного объема  $V2$ , перекрывают холостую течь и вновь откачивают измерительный объем до предельного остаточного давления  $p_0$ ;

- перекрывают откачку клапаном  $V2$  и открывают клапан  $V3$  к поверяемому потокомеру, при этом происходит расширение накопившегося газа - суммарного потока от поверяемой меры потока с собственным натеканием объема накопления, в измерительный объем и регистрируется величина установившегося давления.

На рисунке 3.3.6 изображен соответствующий график изменения давления.

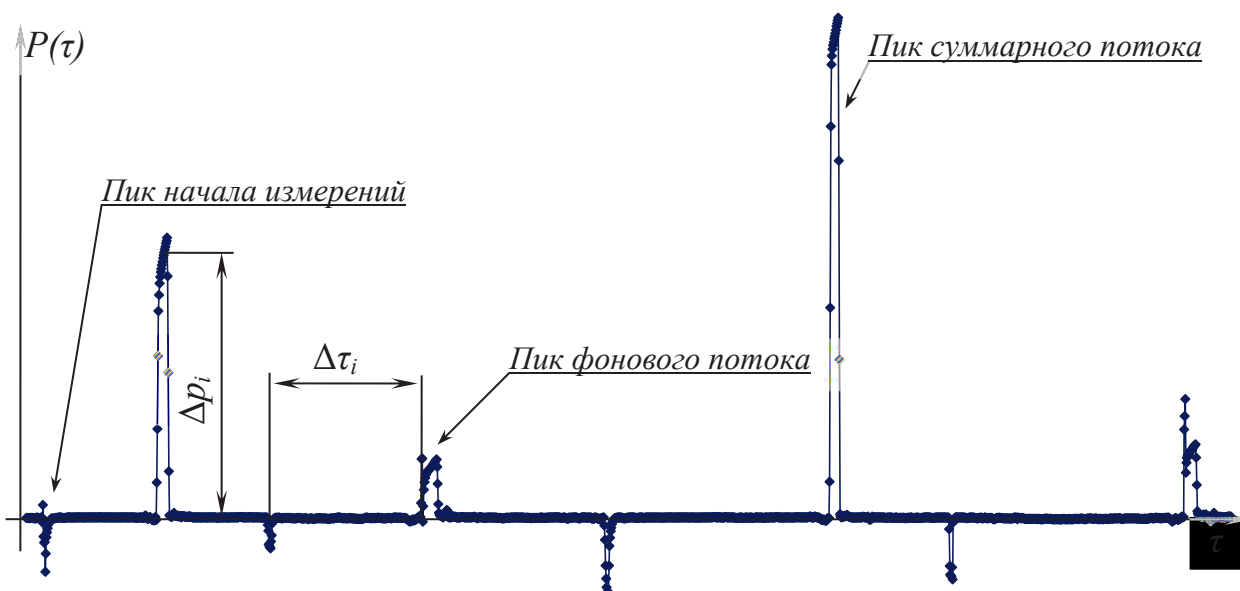


Рисунок 3.3.6 – Диаграмма изменения давления при измерении потока гибридным методом кумуляционным измерительным блоком

Для реализации данного метода измерений в вакуумную систему кумуляционного измерительного блока были установлены электромагнитные клапаны  $V3$  и  $V4$ . Для обеспечения равенства собственного натекания вакуумных систем поверяемой и холостой течи данные клапаны идентичны и выбраны из одной партии.

### 3.2.3 Обработка результатов измерений и анализ неопределенности измерений кумуляционного измерительного блока

После выполнения измерений одним из методов выполняется статистическая обработка полученных результатов в следующем порядке:

#### 1. Расчет средней величины объема измерений

Расчет измерительного объема выполняется в соответствии с формулой 2.1.12 для каждого результата. Полученные результаты проверяются на выбросы и ошибки в соответствии с существующими методиками [98, 106]. После исключения ошибок рассчитывается средняя величина объема, которая в дальнейшем используется при расчете потока газа от потокомера или холостой течи.

#### 2. Расчет потока газа от поверяемого потокомера и холостой течи

Расчет величин суммарного потока и собственного натекания ведется в соответствии с построенной математической моделью измерений, описываемой системой уравнений 2.2.31.

В случае измерения классическим методом накопления результаты расчета в каждой серии измерений проверяются на выбросы и ошибки [106]. После исключения ошибок рассчитывается средняя величина потока газа в серии, а затем средняя величина по всем сериям.

Гибридный метод позволяет одновременно проводить измерения как фонового потока, так и суммарного потока газа, а также существенно снизить собственное натекание вакуумной системы установки за период измерений, за счет значительного уменьшения объема накопления. При этом реальное накопление происходит в малом объеме накопления, а весь измерительный объем находится под откачкой, т.е. его собственное натекание за период измерения отсутствует. Это позволяет уменьшить расчетную величину собственного натекания во столько раз, во сколько величина собственного натекания объема накопления меньше собственного натекания измерительного объема. На рисунке 3.3.7 изображена диаграмма единичного измерения потока газа гибридным методом.

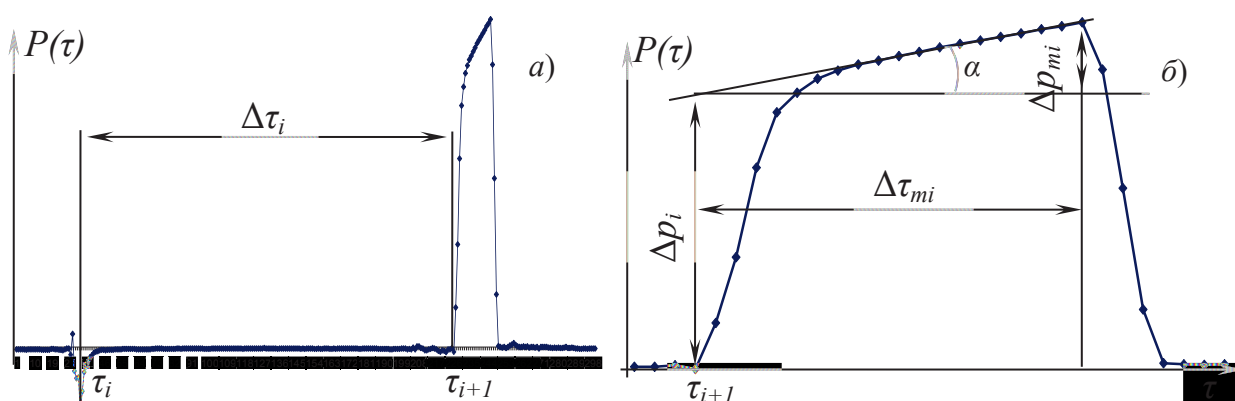


Рисунок 3.3.7 – Диаграмма единичного изменения потока гибридным методом (а) длительные измерения потока, (б) мгновенное значение потока

Информация, приведенная на рисунке 3.3.7б, позволяет оценить реальное мгновенное значение собственного натекания в измерительном объеме в момент измерения, причем методика обработки результатов идентична

классическому методу измерений. И в том и в другом случае, расчет величины потока производится в соответствии с построенной математической моделью измерений, описываемой системой уравнений 2.2.31. Расчет потока классическим и гибридным методами измерения с использованием одних и тех же выражений позволил провести общий анализ неопределенности измерений потока газа кумуляционным измерительным блоком, используя методику оценки, изложенную в главе 2 данной работы.

### 3. Анализ неопределенности кумуляционного измерительного блока

Анализ неопределенности кумуляционного измерительного блока проводился в соответствии с [98, 106].

Неопределенность измерения объема определена в соответствии с выражением 2.1.31. Расчет неопределенности объема состоял из следующих операций:

- величина калиброванного объема  $V_0$  определялась гравиметрическим методом согласно [53, 63] и приведена в протоколе калибровки известного объема (см. приложение Д);

- относительное стандартное отклонение измерения известного объема  $u_{rel}(V_0)$  рассчитывалась в соответствии с выражением 2.1.7 и указано в протоколе калибровки известного объема (см. приложение Д);

- измерение давлений  $p_1$  и  $p_2$  производилось при помощи мембранно-емкостных датчиков Баратрон;

- при расчете неопределенности измерения объема учитывается только случайная составляющая неопределенности измерения давления;

- согласно протокола калибровки составляющие неопределенности измерения объема имеют величины

$$u_{rel}(V_0) = U(V_0)/2 = 0,0031, \quad (3.3.1)$$

$$u_{rel}(p_1) = u_{rel}(p_2) = \text{Max}(\Delta_0)/\sqrt{3} = 0,001. \quad (3.3.2)$$

Таким образом, величина неопределенности измерений объема кумуляционного измерительного блока по типу В составляет

$$u_{relB}(V) = \sqrt{u_{rel}^2(V_0) + 2u_{rel}^2(p)} = 0,0035. \quad (3.3.3)$$

Однако здесь необходимо учесть случайную составляющую измерений объема, которая рассчитывается по формуле СКО

$$u_{relA} = \frac{\sqrt{\frac{\sum_1^n (x_i - \bar{x})^2}{(n-1)}}}{\bar{x}}, \quad (3.3.4)$$

где  $n$  – количество измерений;

$x_i$  – измеренное значение величины  $i$ -го измерения;

$\bar{x} = \sum(x_i)/n$  – среднеарифметическое, по всем измерениям, значение величины.

Практические результаты многократных измерений объема кумуляционного измерительного блока показали, что диапазон измеряемых объемов варьируется от 100 до 1000 см<sup>3</sup> в зависимости от размеров и конструкции фланцев присоединяемых поверяемых (калибруемых) потокомеров. При этом среднеквадратическое отклонение не превышало 0,3 %. Таким образом, величина неопределенности измерения объема составляет

$$u_{rel}(V) = \sqrt{u_{relA}^2(V) + u_{relB}^2(V)} = 0,0046. \quad (3.3.5)$$

При расчете неопределенности измерения давления использовалась следующая информация:

1) давление измерялось при помощи датчиков Баратрон с ВПИ 10 Па, протоколы калибровки приведены в приложениях Б и В;

2) учитывалась только случайная составляющая неопределенности СИ давления, исходя из следующих рассуждений:

- и при измерении классическим методом, и при измерении гибридным методом давление измерялось одним и тем же СИ,

- величины измеряемых давлений – соизмеримые величины, это достигается за счет варьирования времени накопления.

- величина неопределенности измерения давления датчиком Баратрон 690А с ВПИ 10 Па определялась в соответствии с протоколом калибровки,

приведенном в приложении В, и максимальное значение в диапазоне от  $5 \cdot 10^{-1}$  до  $1 \cdot 10^1$  Па составило

$$u_{relA}(p) = \text{Max}(CKO) = 0,0061. \quad (3.3.6)$$

Неопределенность измерения интервала времени обусловлена следующими соображениями:

- измерение интервалов времени производилось при помощи программного обеспечения, неопределенность измерения сопоставима с тактовой частотой процессора и находится на уровне  $10^{-6}$  с;

- измерение давления производилось при заводских установках датчика Баратрон, согласно которым периодичность измерения давления датчиком составляет 1, 40 и 400 мс;

- длина интервалов времени варьировалась в пределах от нескольких десятков секунд до нескольких суток, в зависимости от величины измеряемого потока.

Таким образом, неопределенность измерения интервалов времени в диапазоне от 10 до 100000 с составляет

$$u_{relB}(\Delta\tau_i) = \frac{\Delta(\Delta\tau_i)}{\Delta\tau_i\sqrt{3}} = (2 \cdot 10^{-7} \div 0,0023). \quad (3.3.7)$$

Суммарная неопределенность измерения потока газа в вакууме, обусловленная неопределенностями, входящих в состав кумуляционного измерительного блока СИ давления, объема и времени составляет

$$u_{relB}(Q_i) = \sqrt{u_{rel}^2(V) + u_{relB}^2(\Delta\tau) + 2u_{relA}^2(p)} = 0,010. \quad (3.3.8)$$

Выбранные диапазоны измерений СИ давления, объема и времени позволяют реализовать следующий диапазон измерений:

- нижний предел измерений, Па·м<sup>3</sup>/с –  $1,5 \cdot 10^{-10}$ ;
- верхний предел, Па·м<sup>3</sup>/с –  $3,0 \cdot 10^{-4}$ .

Однако при практических измерениях, после продолжительного прогрева кумуляционного измерительного блока под непрерывной вакуумной откачкой при температуре порядка 200 °С, удалось получить степень собственного натекания порядка  $6,5 \cdot 10^{-10}$  Па·м<sup>3</sup>/с.

При калибровке различных мер потока газа в вакууме случайная составляющая неопределенности измерения потока газа в вакууме классическим методом изменялась от десятой доли процента до нескольких десятков процентов, в зависимости от типа калибруемого потокомера и величины измеряемого потока, и рассчитывается по формуле

$$u_{relA} = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n(n-1)}}}{\bar{x}} \quad (3.3.9)$$

Здесь, в отличие от формулы 3.3.4:

$n$  – количество серий измерений потока;

$x_i$  – среднее по результату измерений  $i$ -ой серии;

$\bar{x} = \Sigma(x_i)/n$  – среднеарифметическое, по всем сериям.

В случае гибридного метода расчет случайной составляющей погрешности измерения потока газа велся по формуле 3.3.4. Причем, использование гибридного метода позволило получить случайную составляющую не более  $u_{relA}(Q_i) = 0,008$  для наиболее стабильных потокомеров, таких как, диффузионные и отдельные типы капиллярных мер потока, вплоть до потоков порядка  $10^{-9}$  Па·м<sup>3</sup>/с.

Таким образом, суммарная неопределенность измерения потока газа, рассчитанная в соответствии с [98, 106] и методикой, изложенной в главе 2 настоящей работы, составляет

$$u_{rel}(Q_i) = \sqrt{u_{relA}^2(Q_i) + u_{relB}^2(Q_i)} = 0,0128 \quad (3.3.10)$$

Итоги практических и теоретических исследований погрешности кумуляционного измерительного блока эталонной установки для поверки мер потока газа в вакууме представлены в виде бюджета неопределенности, приведенном в таблице 3.3.2.

Таблица 3.3.2 – Бюджет неопределенности кумуляционного

измерительного блока

Величина	Оценка	Тип оценивания	Источник информации	Коэффициент чувствительности	Вклад в погрешность
$V_0$	$V_0=f(\rho, m)$ 30,587 см <sup>3</sup>	А,В	Протокол калибровки	1	0,0031
$V_i$	$V_i=f(p, V_0)$ (70-1000) см <sup>3</sup>	А,В	Экспериментальные измерения	1	0,0046
$p$	(5·10 <sup>-1</sup> -10) Па	А	Протокол калибровки	2	0,0061
$\Delta\tau$	10-10 <sup>5</sup> с	В	Руководство по эксплуатации на Баратрон	1	0,0023
$Q_i$	$Q_i=f(p, V_i, \Delta\tau)$ (10 <sup>-9</sup> -10 <sup>-4</sup> ) Па·м <sup>3</sup> /с	А,В	Данная работа		0,0128

### 3.4 Практическая реализация и анализ неопределенности редуктометрического измерительного блока эталонной установки

#### 3.4.1 Устройство редуктометрического измерительного блока

Помимо кумуляционного измерительного блока автором был разработан редуктометрический измерительный блок, реализующий метод калиброванного сопротивления (редукционный). Прежде всего, следует отметить, что по сравнению с конструкциями аналогичных эталонов, в редуктометрическом измерительном блоке предусмотрена возможность подключения к редукционному измерительному блоку, как кумуляционного, так и жидкостно-механического измерительных блоков, причем, как одновременно, так и по отдельности. При этом поверяемая (калибруемая) мера потока или потокомер



могут присоединяться, как к любому из измерительных блоков, так и непосредственно к сферической измерительной камере установки.

Такую возможность дает клапан *V5*, причем оригинальная конструкция клапана позволяет использовать его для реализации принципа калиброванного сопротивления. Данный клапан представляет собой два проходных, соединенных последовательно и герметично сверхвысоковакуумных клапана, в заслонке одного из которых изготовлена конструкция для крепления диафрагмы малой проводимости *U*; а второй работает, как обычный отсечной клапан. Принцип действия клапана и его конструкцию демонстрирует рисунок 3.4.1.

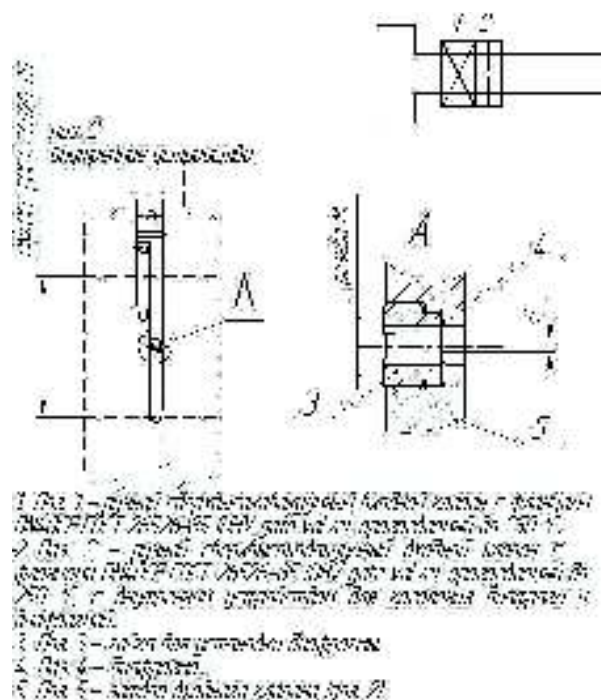


Рисунок 3.4.1 – Принцип действия и устройство калиброванного сопротивления

Помимо данного преимущества в разработанном измерительном блоке разница давлений до и после калиброванного сопротивления может измеряться, как абсолютными, так и дифференциальными мембранно-емкостными датчиками давления Баратрон, теми же, что и в кумуляционном измерительном блоке. Кроме Баратронов в состав редуктометрического блока, для контроля остаточного давления, а также для измерения перепада давления, введены ионизационный вакуумметр AIGX и вязкостный вакуумметр SRG 2CE. Их технические характеристики приведены в приложениях Е и Ж. Кроме того, для измерения парциальных давлений различных газов и исследования состава смеси остаточных газов, в состав данного блока были введены измерители парциальных давлений таких типов, как течеискатель гелиевый масс-спектрометрический MS-40 и квадрупольный масс-спектрометр HAL 8 RC

RGA 51, обозначенные на вакуумной схеме *MS* и *QMS*, соответственно. Их технические характеристики приведены в приложениях И и К.

Введение в редуктометрический измерительный блок этих дополнительных современных СИ давления позволяет использовать его в качестве компаратора при передаче единицы потока газа в вакууме различным СИ давления и потока газа. Для этой цели в редуктометрическом измерительном блоке предусмотрен узел для подключения различных поверяемых потокомеров и эталонов сравнения. Данный узел выполнен термостатированным при помощи жидкостного термостата, что дополнительно позволяет использовать его для определения температурных поправок, свойственных СИ потока газа в вакууме.

Помимо реализации принципа калиброванного сопротивления, данные и другие технические решения, реализованные в редуктометрическом измерительном блоке дают следующие преимущества и возможности:

1. Реализация модели измерений метода калиброванного сопротивления в редуктометрическом блоке в различных интерпретациях позволяет:

- производить передачу единицы потока газа в вакууме рабочим и эталонным СИ потока газа в вакууме;

- производить калибровку малых проводимостей и диафрагм эталонных вакуумметрических установок;

- непосредственно воспроизводить единицу потока газа в вакууме в широком диапазоне и передавать ее СИ парциального давления, таким как течеискатели и масс-спектрометры других типов;

- минимизировать влияние собственного натекания вакуумной системы, так как реализуется динамический метод измерения.

2. Возможность использования редуктометрического измерительного блока совместно с кумуляционным измерительным блоком позволяет реализовать кумуляционную модель измерений потока газа в вакууме с использованием таких СИ давления, как течеискатель и квадрупольный масс-спектрометр.

3. Благодаря введению в состав редуктометрического измерительного блока квадрупольного масс-спектрометра реализована возможность поверки и калибровки потокомеров различного типа по разным газам.

4. Благодаря введению в состав редуктометрического измерительного блока течеискателя и мер потока газа в вакууме в качестве средств передачи единицы обеспечена возможность передачи единицы потока газа в вакууме рабочим и эталонным СИ потока как на эталонной установке, так и на месте эксплуатации СИ потока газа в вакууме.

5. Ввод в состав редуктометрического измерительного блока клапана оригинальной конструкции позволяет подключать к редукционному измерительному блоку как жидкостно-механический измерительный блок, так и кумуляционный. Это позволяет производить непосредственное сличение между собой всех трех измерительных блоков.

Здесь также необходимо отметить, что использование датчиков Баратрон при измерении перепада давления позволяет использовать разработанное для кумуляционного измерительного блока программное обеспечение. Помимо этого, аналогичное программное обеспечение поставлено и изготовителем квадрупольного масс-спектрометра.

Данное программное обеспечение дает возможность реализовывать методики измерений кумуляционного метода.

### **3.4.2 Методика измерений редуктометрического измерительного блока**

В результате работ была разработана методика поверки (калибровки) различных потокомеров с использованием редуктометрического измерительного блока. Как и для кумуляционного, данная методика состоит из несколько этапов:

1. Подготовка к поверке (калибровке). На данном этапе происходит присоединение поверяемых потокомеров, контроль герметичности вакуумной системы кумуляционного измерительного блока, а также прогрев и обезгаживание вакуумной системы.

2. Определение измерительного объема в случае реализации накопительного метода измерений. Данная процедура идентична процедуре, производимой при определении объема кумуляционного измерительного блока, с той лишь разницей, что измерительный объем редукометрического измерительного блока включает в себя измерительную камеру, объем квадрупольного масс-спектрометра, объемы вакуумной арматуры и клапанов редукометрического измерительного блока, а также объемы присоединенных СИ давления и потокомеров.

3. В случае реализации накопительного метода измерений используется методика измерений кумуляционного измерительного блока.

4. Измерение потока газа от потокомера методом калиброванного сопротивления. При измерении данным методом поверяемый потокомер подключается непосредственно к измерительной камере установки. В случае калибровки различного типа масс-спектрометров и других СИ парциального давления регулировка величины подаваемого в измерительную камеру потока осуществляется при помощи высокоточного натекателя и одновременной откачки вакуумной системы жидкостно-механического или кумуляционного измерительных блоков. При этом регистрируется разность давлений между измерительной камерой установки и входом клапана с установленной диафрагмой. Причем измерение разности давлений до и после клапана может осуществляться непосредственно при помощи дифференциальных датчиков Баратрон, а может регистрироваться с помощью других СИ давления, установленных в эталонной установке. Величина подаваемого через клапан с диафрагмой потока рассчитывается согласно системы уравнений 2.2.41, описывающих реальную модель измерения методом калиброванного сопротивления (редукционным). При этом, осуществляя регулировку давления на входе калиброванного сопротивления, мы таким образом имеем возможность подачи потока газа различной величины в диапазоне соблюдения молекулярного режима течения. В случае поверки меры потока или потокомера аналогичного принципа действия при помощи СИ парциального давления

регистрируется сигнал от калибруемого потокомера, а затем калибруемый потокомер отсекается от измерительной части редуктометрического измерительного блока, а в камеру подается такой же точно поток через диафрагму путем установления соответствующего давления перед клапаном с диафрагмой. О величине равенства потоков судят по показанием СИ парциального давления, т.е.: получение сигнала СИ парциального давления при протекании потока через диафрагму, такой же величины, как сигнал от поверяемого потокомера, говорит о равенстве неизвестного потока и потока, протекающего через клапан с диафрагмой. При этом величина потока рассчитывается в соответствии с системой уравнений 2.2.41.

### **3.4.3 Обработка результатов измерений и анализ неопределенности измерений редуктометрического измерительного блока**

Здесь необходимо отметить, что обработка результатов измерений и анализ неопределенности в случае использования редуктометрического блока для реализации кумуляционного метода измерений ведется согласно методике, изложенной в настоящей работе для кумуляционного измерительного блока. Однако при расчете неопределенности измерения, вызванного неопределенностями СИ давления, следует учитывать неопределенность используемого СИ парциального давления. Технические характеристики СИ парциального давления приведены в приложениях Е-К.

При измерении непосредственно редуccionным методом выполняется необходимое количество независимых измерений, рассчитывается средняя величина потока газа.

Оценка неопределенности измерений проводилась в соответствии с методикой, изложенной в главе 2 настоящей работы.

Поскольку измерение разности давлений до и после элемента малой проводимости измеряется при помощи все тех же датчиков Баратрон, то и неопределенность измерения давления соответствующая. Однако, в случае использования датчика Баратрон дифференциального типа, необходимо учитывать и систематическую составляющую неопределенности измерения

давления. Здесь необходимо отметить, что диапазон измерения давления определяется критерием соблюдения молекулярного режима течения, т.е. геометрическими размерами диафрагмы. Так, для диаметра диафрагмы порядка 10 мкм верхний предел измерения перепада давления из соображений соблюдения молекулярного режима течения составляет величину порядка  $5 \cdot 10^2$  Па. Нижний же предел определяется диапазоном и неопределенностью измерения используемого датчика Баратрон. Следовательно, в диапазоне измеряемых давлений  $5 \cdot 10^{-1} - 10$  Па неопределенность измерения определяется систематической составляющей государственного специального эталона ГЭТ 49-80 и случайной составляющей датчика Баратрон 690А с ВПИ 10 Па; в диапазоне измеряемых давлений свыше 10 Па определяется систематической составляющей неопределенности государственного специального эталона единицы давления для разности давлений ГЭТ 95-75 и случайной составляющей датчика Баратрон 698А.

Систематическая составляющая погрешности ГЭТ 49-80

$$u_{relB}(p) = \theta_0(\text{ГЭТ 49-80}) = 0,003. \quad (3.4.1)$$

Систематическая составляющая погрешности ГЭТ 95-75

$$u_{relB}(p) = \theta_0(\text{ГЭТ 95-75}) = 0,008. \quad (3.4.2)$$

По результатам калибровки датчиков давления Баратрон, представленных в приложениях Б-Г

$$u_{relA}(p) = \text{СКО}(690\text{А}) = 0,0061, \quad (3.4.3)$$

$$u_{relA}(p) = \text{Max}(\Delta_0) / \sqrt{3} = 0,001. \quad (3.4.4)$$

Таким образом, суммарная неопределенность измерения давления:

- в диапазоне от  $5 \cdot 10^{-1}$  Па до  $10^1$  Па

$$u_{rel}(p) = \sqrt{u_{relA}^2(p) + u_{relB}^2(p)} = 0,0068; \quad (3.4.5)$$

- в диапазоне от  $10^1$  Па до  $5 \cdot 10^2$  Па

$$u_{rel}(p) = 0,0081 \quad (3.4.6)$$

Другим фактором, влияющим на неопределенность измерения редуктометрического измерительного блока, являются неопределенности, связанные с определением проводимости диафрагмы.

Аналитических формул для расчета малой проводимости не существует. Однако на сегодняшний день существует ряд аналитических методов расчета и целый ряд экспериментальных способов, дающих необходимую точность при определении проводимости диафрагм. Ниже кратко перечислены аналитические методы расчета проводимостей элементов вакуумных систем [39, 90, 91, 100]:

- **метод угловых коэффициентов или метод лучистой аналогии** - он строится на аналогии между закономерностями течения газа в системах с диффузно отражающими стенками и лучистого теплообмена в диатермических замкнутых средах.

- **метод эквивалентных поверхностей** - данный подход не является методом анализа в непосредственном понимании, он представляет собой методику, органично дополняющую практически любой метод анализа. Суть этой методики сводится к замене сложного фрагмента вакуумной системы на некоторую поверхность, характеристики которой эквивалентны характеристикам всего фрагмента.

- **метод анализа газовых потоков путем решения кинетического уравнения Л. Больцмана** является самым строгим и общим подходом к анализу течений разреженного газа в вакуумных системах, состоящий в использовании кинетического уравнения Л. Больцмана. Данное уравнение было выведено Л. Больцманом в 1872 г. и устанавливает взаимосвязь между скоростями молекул до столкновения и после него.

- **метод Монте-Карло пробной частицы**. Метод Монте-Карло, называемый также методом статистических испытаний, является численным методом решения математических и физических задач путем моделирования характерной случайной величины.

Для проведения расчета было выполнены измерения геометрических размеров диафрагм. Результаты измерений диафрагмы приведены в протоколе калибровки диафрагмы, копия которого приведена в приложении Л. На основании этого, неопределенность расчета проводимости диафрагмы, совпадающая с неопределенностью расчета площади отверстия диафрагмы, для диафрагмы диаметром порядка 10 мкм и 100 мкм составляет

$$u_{rel}(U_{10}) = u_{rel}(S) = 2\sqrt{u_{rel}^2(d)} = 2\sqrt{\frac{U^2(d)}{3d^2}} = 0,045, \quad (3.4.6)$$

$$u_{rel}(U_{100}) = 0,0041. \quad (3.4.7)$$

Кроме того, измерения геометрических размеров калиброванного сопротивления – клапана с установленной диафрагмой, позволили составить математическую модель для расчета проводимости диафрагмы. Так на рисунке 3.4.2 представлен общий вид входного отверстия диафрагмы и эквивалентная математическая модель всего калиброванного сопротивления – клапана с диафрагмой.

Данная модель позволила разработать программное обеспечение для расчета проводимости, совмещающее в себе несколько методов расчета, таких как метод Монте-Карло пробной частицы, метод эквивалентных поверхностей и метод угловых коэффициентов.

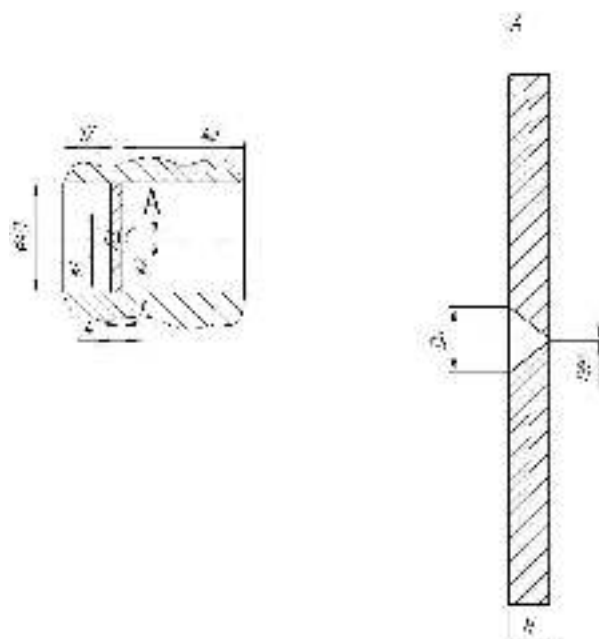
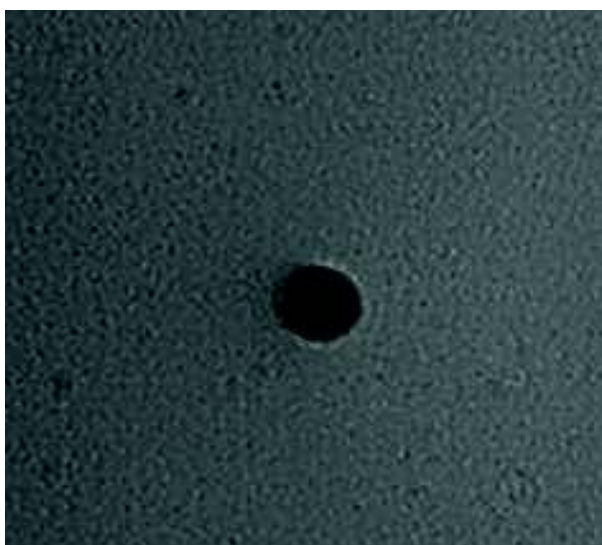


Рисунок 3.4.2 – Общий вид входного отверстия диафрагмы и модель расчета проводимости.



Данное программное обеспечение было создано на базе разработанного ранее ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» программного обеспечения и прошедшего опробование в ходе работ по теме EUROMET (проект 658) [10]. Программное обеспечение в данной работе применялось для расчета излучательной способности различных полостей.

Вычисленные значения излучательной способности были сопоставлены со средневзвешенным результатом расчетов трех институтов: NPL (Великобритания), IMGС (Италия) и РТВ (Германия) (см. табл. 3.4.1).

Таблица 3.4.1 – Сравнение результатов расчета излучательной способности различных полостей с данными сличений EUROMET (проект 658)

Модель	Излучательная способность, %		Модель	Излучательная способность, %	
	Результаты ВНИИМ	Результаты EURAMET.T-S1		Результаты ВНИИМ	Результаты EURAMET.T-S1
A1	99,979	99,978	B4	99,886	99,876
A2	99,998	99,998	C1	99,954	99,962
B1	99,944	99,940	C2	99,996	99,997
B2	99,996	99,995	C3	99,807	99,799
B3	99,737	99,728	C4	99,914	99,909

Результаты по модели А были сопоставлены только с результатами NPL, т.к. программное обеспечение других участников сличений не позволяет рассчитывать полости с обратным конусом дна. Максимальное расхождение результатов наблюдалось при расчете по модели В4 и составило  $1 \cdot 10^{-4}$ . Полученные результаты дают достаточную степень достоверности расчета и позволили использовать его в качестве базы для реализации алгоритма расчета проводимости различных элементов вакуумной системы.

В разработанном группой авторов ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 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 того или иного элемента вакуумной системы. Используемые в программном обеспечении алгоритмы расчета и математические приемы позволили максимально приблизить математическую модель к реальной вакуумной системе.

Под проводимостью в данном программном обеспечении понимается отношение прошедших частиц к общему количеству частиц, попавших на вход клапана с диафрагмой, т.е. вероятность прохождения молекулой газа элемента малой проводимости. Непосредственно проводимость элемента малой проводимости определяется в соответствии с выражением 2.2.38, где в качестве входного диаметра принимается входной диаметр вакуумной арматуры, где установлена диафрагма.

Алгоритм расчета коэффициента проводимости предусматривает следующие операции:

1. задание расположения и вида источников газа в предположение, что молекулы газа вводятся в структуру вакуумного элемента через входное отверстие по диффузному закону;
2. задание всех поверхностей в аналитическом виде;
3. определения на всех поверхностях коэффициента прилипания;
4. задание закона рассеяния молекул поверхностями элемента вакуумной системы (в дальнейшем принят диффузный закон);
5. построение генератора случайных чисел от 0 до 1, равномерно распределенных на данном отрезке;
6. расчет вероятности прохождения молекулой элемента вакуумной системы в соответствии с [39].

Расчет проводимости клапана с диафрагмой имел следующие характеристики:

- число прослеживаемых частиц в одном испытании 16965;
- число прослеживаемых переотражений одной частицы не менее 7.

При этом для диафрагм различных диаметров расчет выполнялся не менее трех раз. Общее количество испытаний каждого расчета варьировалось от 100000 до 400000 испытаний. Например, расчет проводимости диафрагмы диаметром порядка 10 мкм велся около пяти месяцев и каждый из трех расчетов содержал около 400000 испытаний.

Так в таблице 3.4.2 приведены результаты расчета проводимости для диафрагмы, диаметром порядка 10 мкм.

Таблица 3.4.2 – Результаты расчета вероятности, диаметром 10 мкм

Расчетное значение вероятности прохода	Среднее значение вероятности прохода	$U_{rel}(P)=СКО$ расчета
$2,2086 \cdot 10^{-8}$	$2,198 \cdot 10^{-8}$	0,01
$2,1956 \cdot 10^{-8}$		
$2,2017 \cdot 10^{-8}$		

При расчете же проводимости порядка 100 мкм, те же результаты были получены в течении всего двух месяцев. Следовательно, при расчете неопределенности измерения потока редуктометрическим измерительным блоком, целесообразно использовать в качестве неопределенности измерения проводимости неопределенность измерения площади отверстия диафрагмы или результаты экспериментальных измерений проводимости, при условии, что неопределенность измерения площади больше, чем неопределенность расчета; и неопределенность расчета, в случае, когда неопределенность расчета больше неопределенности измерения площади отверстия диафрагмы.

Таким образом, при использовании диафрагмы, диаметром 100 мкм неопределенность определения проводимости диафрагмы составляет

$$u_{rel}(U)=0,01, \quad (3.4.8)$$

при использовании диафрагмы, диаметром 10 мкм неопределенность определения проводимости диафрагмы составляет

$$u_{rel}(U)=0,045 \quad (3.4.9)$$

Результаты, полученные расчетным путем, были сопоставлены с результатами, полученными при практических измерениях проводимости диафрагмы диаметром 10 мкм жидкостно-механическим и кумуляционным измерительными блоками согласно разработанным методикам. При этом:

- неопределенность измерения проводимости принята в соответствии с неопределенностями измерения кумуляционного и жидкостно-механического блока;

- разница между расчетным и экспериментальным значением проводимости не превышала 1,2 %, что подтверждает достаточную степень достоверности расчета, поскольку данная величина сравнима как с неопределенностью измерения площади отверстия диафрагмы и неопределенностью расчета проводимости, так и с неопределенностью экспериментальных измерений проводимости.

Приведенные данные и результаты исследований позволяют при расчете неопределенности редуктометрического измерительного блока принять неопределенность определения проводимости диафрагмы равной неопределенности измерения кумуляционного или жидкостно-механического измерительного блока, а проводимость определять экспериментально. Следовательно, неопределенность измерения проводимости диафрагмы составляет

$$u_{rel}(U)=0,0128. \quad (3.4.9)$$

Тогда неопределенность измерения потока газа в вакууме редуктометрического измерительного блока составляет

$$u_{relB}(Q) = \sqrt{u_{rel}^2(p) + u_{rel}^2(U)} = 0,015. \quad (3.4.10)$$

Здесь также необходимо учесть случайную составляющую неопределенности измерения потока, которая рассчитывается по формуле СКО и по результатам многократных измерений не превысила 0,01.

$$u_{rel}(Q) = \sqrt{u_{relA}^2(Q) + u_{relB}^2(Q)} = 0,018. \quad (3.4.11)$$

Результаты исследования редуктометрического измерительного блока сведены в виде бюджета неопределенности, приведенного в таблице 3.4.3.

Таблица 3.4.3 – Бюджет неопределенности редуктометрического измерительного блока

Величина	Оценка	Тип оценивания	Источник информации	Коэффициент чувствительности	Вклад в погрешность
$P$	$2,198 \cdot 10^{-8}$	A,B	Экспериментальные измерения и теоретический расчет.	1	0,0129
$p$	$(5 \cdot 10^{-1} - 10)$ Па	A,B	Протоколы калибровки, ГОСТ 8.107-81.	1	0,0068
$p$	$(10 - 500)$ Па	A,B	Протоколы калибровки, ГОСТ 8.187-76.	1	0,0081
$Q$	$Q=f(p,U)$ $(10^{-10} - 10^{-5})$ Па·м <sup>3</sup> /с	A,B	Данная работа		0,018

### 3.5 Использование жидкостно-механического измерительного блока

Жидкостно-механический измерительный блок был заимствован из состава установки УПВО и вошел в состав эталонной установки практически без изменений. Однако в настоящий момент времени в измерительной системе жидкостно-механического блока используются датчики давления Баратрон. Конструкция, методики измерения жидкостно-механическим измерительным блоком детально изложены в [36]. Там же детально исследованы и составляющие погрешности измерения данного жидкостно-механического

измерительного блока. Для подтверждения легитимности этих данных была проведена калибровка измерительных бюреток жидкостно-механического измерительного блока. Протоколы калибровки бюреток приведены в приложениях М-П.

На основании протоколов калибровки датчиков давления Баратрон и измерительных бюреток составлен бюджет неопределенности существующего жидкостно-механического блока, (см. таблице 3.5.1).

Таблица 3.5.1 – Бюджет неопределенности жидкостно-механического измерительного блока

Величина	Оценка	Тип оценивания	Источник информации	Коэффициент чувствительности	Вклад в погрешность
$V_i$	$V$ (5-170) см <sup>3</sup>	А	Протокол калибровки	2	0,008
$p$	(5·10 <sup>-1</sup> -10) Па	А,В	Протоколы калибровки, ГОСТ 8.107-81.	1	0,0068
$p$	(10-500) Па	А,В	Протоколы калибровки, ГОСТ 8.187-76.	1	0,0081
$\Delta\tau$	10-10 <sup>4</sup> с	В	РЭ на Баратрон	1	0,0023
$Q_i$	$Q_i=f(p, V_i, \Delta\tau)$ (10 <sup>-7</sup> -10 <sup>-4</sup> ) Па·м <sup>3</sup> /с	А,В	Данная работа		0,0141

### **3.6 Исследование дополнительных неопределенностей, возникших при практических измерениях потока газа в вакууме**

В ходе создания эталонной установки для поверки мер потока газа в вакууме были проведены сличения различных измерительных блоков между

собой. Для этого была выбрана мера потока газа в вакууме с ориентировочным значением потока газа в вакууме порядка  $1 \cdot 10^{-7}$  Па·м<sup>3</sup>/с, поскольку в этой области пересекаются диапазоны измерений различных измерительных блоков. Результаты этих сличений приведены в таблице 3.6.1.

Таблица 3.6.1 – Результаты сличений различных измерительных блоков эталонной установки между собой

№	ЖМИБ	КМИБ	РИБ
1	$2,24 \cdot 10^{-7}$	$2,28 \cdot 10^{-7}$	$2,22 \cdot 10^{-7}$
2	$2,21 \cdot 10^{-7}$	$2,27 \cdot 10^{-7}$	$2,21 \cdot 10^{-7}$
3	$2,23 \cdot 10^{-7}$	$2,24 \cdot 10^{-7}$	$2,24 \cdot 10^{-7}$
Среднее значение потока, Па·м <sup>3</sup> /с	$2,23 \cdot 10^{-7}$	$2,26 \cdot 10^{-7}$	$2,22 \cdot 10^{-7}$
Стандартное отклонение, %	0,7	0,9	1,5
Отклонение от средневзвешенного значения, %	- 0,5	+ 0,9	- 0,9

При этом максимальное расхождение составило 0,9 %. Данные результаты хорошо коррелируют с результатами, приведенными в [36].

Кроме того, эти работы позволили выявить следующие дополнительные неопределенности:

- температурные неопределенности, связанные с изменением потока от потокомера при изменении температуры последнего;
- температурные неопределенности, связанные с дрейфом температуры окружающей среды;
- температурные неопределенности, связанные с неравномерностью распределения температуры по объему вакуумной системы;
- неопределенности, связанные с изменением собственного натекания и газоотделения вакуумной системы.

Данные неопределенности были выявлены при изучении причин, вызывающих изменения величины потока газа во времени при измерении кумуляционным измерительным блоком. В дальнейшем результаты, полученные при измерении жидкостно-механическим измерительным блоком

также изменялись во времени, в зависимости от изменений условий измерений. В большинстве случаев, при измерении жидкостно-механическим и кумуляционным измерительными блоками наблюдалось явное увеличение потока газа, причем форма графика изменения давления имела явно выраженный квадратичный характер, что позволило предположить, что в основе данного явления лежат температурные явления. Этому предположению также способствовал и тот факт, что при использовании кумуляционного метода с использованием редуцированного измерительного блока, так же наблюдался аналогичный дрейф потока, хотя и с менее выраженным наклоном в сторону увеличения. Прежде всего, были изучены неопределенности, связанные с изменением температуры калибруемой меры потока. Термостатирование меры потока осуществлялось при помощи жидкостного термостат LOIP LT100. Неопределенность поддержания температуры калибруемой меры потока газа при помощи данного термостата

$$u_{1rel}(T) = \sqrt{\frac{u_1^2(T) + u_2^2(T)}{T^2}} = 0,05 \% , \quad (3.6.1)$$

где  $u_1(T)$  – точность поддержания температуры;

$u_2(T)$  – неопределенность установления заданной температуры.

Однако данная неопределенность характерна только для той части вакуумной системы, которая находится в термостате. Изменение же температуры остальной части вакуумной системы в течение времени изменялась от 0,5 до 2 °С. Таким образом, неопределенность, связанная с изменением температуры окружающей среды и неравномерностью распределения температуры по объему нетермостатированной части вакуумной системы, составляет

$$u_{2rel}(T) = 0,6 \% . \quad (3.6.2)$$

Помимо неравномерности распределения температуры и нестабильности ее поддержания во времени на результат измерения оказывают тепловые источники, находящиеся в вакуумной системе. К ним можно причислить датчики «Баратрон», которые термостатируются при температуре 45 °С.



Влияние температуры датчиков «Баратрон» на результаты измерений определяется соотношением объемов измерительной части установки и объемом датчика, а также перепадом температуры между ними. Характерное соотношение объемов для установки не менее 1:10, а перепад 25 °С, что может приводить к неопределенности измерений

$$u_{3rel}(T) = 0,5 \%. \quad (3.6.3)$$

Таким образом, суммарная неопределенность измерений потока газа, связанная с температурными эффектами, составляет

$$u_{rel}(T) = \sqrt{u_{1rel}^2(T) + u_{2rel}^2(T) + u_{3rel}^2(T)} = 0,78 \%. \quad (3.6.4)$$

Определенные температурные поправки хорошо объясняют дрейф, возникающий при измерении потока газа кумуляционным и жидкостно-механическим измерительными блоками, поскольку в течение времени измерения наблюдался рост температуры окружающей среды. Однако при использовании редуктометрического блока, как правило, наблюдался дрейф в сторону уменьшения потока газа, причем при измерении давлений различными СИ парциального давления. Как известно, СИ давления, в которых происходит ионизация молекул газа, являются в своем роде минивакуумными насосами, т.е. обладают собственной быстротой откачки. Именно на таком принципе работают ионизационный вакуумметр AIGX и СИ парциального давления, вошедшие в состав установки.

Была оценена степень влияния на результат измерения того или иного СИ парциального давления. Для этого были проведены измерения потока газа с использованием СИ парциального давления и без его использования. В этом случае в качестве СИ давления использовались датчики Баратрон и вязкостный вакуумметр SRG-2CE. Неопределенность измерения потока газа в вакууме, обусловленная наличием в редуктометрической системе источников газоотделения, составляет

$$u_{rel}(S) = 0,12 \%. \quad (3.6.5)$$

В заключении необходимо привести суммарную неопределенность измерения потока газа в вакууме эталонной установкой.

Для жидкостно-механического измерительного блока неопределенность измерения потока газа в вакууме составляет

$$u_{relЖМИБ}(Q) = \sqrt{u_{rel}^2(Q) + u_{1rel}^2(T) + u_{2rel}^2(T)} = 1,53 \% . \quad (3.6.6)$$

Для кумуляционного измерительного блока неопределенность измерения потока газа в вакууме составляет

$$u_{relКИБ}(Q) = \sqrt{u_{rel}^2(Q) + u_{rel}^2(T)} = 1,50 \% . \quad (3.6.7)$$

Для редуктометрического измерительного блока неопределенность измерения потока газа в вакууме составляет

$$u_{relРИБ}(Q) = \sqrt{u_{rel}^2(Q) + u_{rel}^2(T) + u_{rel}^2(S)} = 1,97 \% . \quad (3.6.8)$$

В случае компарирования с известным потоком

$$u_{relК}(Q) = \sqrt{u_{relРИБ}^2(Q) + u_{rel}^2(p_{п})} = 2,21 \% , \quad (3.6.9)$$

где  $u_{rel}(p_{п})=1$  % – неопределенность СИ парциального давления, определяемая в соответствии с технической документацией и калибровкой СИ, принимаемая равной погрешности квадрупольного масс-спектрометра.

В случае измерений кумуляционным методом с использованием редуктометрического измерительного блока необходимо учесть погрешности СИ давления, таких, как ионизационный вакуумметр и измеритель парциального давления, составляющие 5 % и 1 % соответственно. Тогда

$$u_{relКРИБ}(Q) = \sqrt{u_{relКИБ}^2(Q) + u_{rel}^2(p_{п}) + u_{rel}^2(p_{ион})} = 5,32 \% . \quad (3.6.10)$$

Следует отметить, что практические измерения потока на уровне  $1 \cdot 10^{-12}$  Па·м<sup>3</sup>/с не проводились в силу отсутствия мер потока такой величины, при измерении потока порядка  $10^{-11}$  Па·м<sup>3</sup>/с стандартное отклонение не превышало 5 %, на уровне потоков  $10^{-10}$  Па·м<sup>3</sup>/с стандартное отклонение результата измерения не превышало 3,5 %.

### **3.7 Методика калибровки вторичного эталона и поверочная схема для СИ потока газа в вакууме**

С целью аттестации разработанной эталонной установки в качестве государственного вторичного (рабочего) эталона единицы потока газа в вакууме ГВЭТ 49-2-2006, на основании проведенных исследований неопределенностей измерения потока газа в вакууме и классификации СИ потока газа в вакууме была разработана методика калибровки эталонной установки и поверочная схема для СИ потока газа в вакууме, приведенная в приложении С.

Настоящая методика и поверочная схема распространяется на государственный вторичный (рабочий) эталон ГВЭТ 49-2-2006 для СИ потока газа в вакууме в диапазоне от  $1 \cdot 10^{-12}$  –  $1 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$  и устанавливает порядок калибровки вторичного эталона и порядок передачи размера единицы потока газа в вакууме от государственного вторичного (рабочего) эталона ГВЭТ 49-2-2006 при помощи эталонных средств измерений рабочим средствам измерений с указанием погрешностей и основных методов поверки. Рассмотрим подробнее поверочную схему.

Здесь в качестве первичного эталона принят государственный специальный эталон единицы давления для области абсолютных давлений от  $10^{-3}$  до  $10^3$  Па, поскольку измерение давления вносит наибольшие неопределённости в измерения потока газа в вакууме. Данный эталон предназначен для воспроизведения и хранения единицы давления в диапазоне  $10^{-3}$  –  $10^3$  Па и передачи размера единиц вторичному эталону СИ измерений абсолютного давления, входящих в состав ГВЭТ 49-2-2006.

Помимо СИ давления в ГВЭТ 49-2-2006 используются заимствованные из других поверочных схем средства измерений, такие как эталонные гири 1-го разряда по ГОСТ 8.021-2005, предназначенные для определения калиброванного объема, штриховые меры длины по ГОСТ Р 8.763-2011, предназначенные для измерения диаметров элементов малой проводимости и

рабочие эталоны времени по ГОСТ 8.129-99, предназначенные для калибровки СИ времени, входящих в состав вторичного эталона.

Государственный вторичный (рабочий) эталон имеет следующие метрологические характеристики:

Диапазон измерений потока газа в вакууме, Па·м<sup>3</sup>/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·м<sup>3</sup>/с  $0,1 - 0,015$

- в диапазоне  $1 \cdot 10^{-9} - 1$  Па·м<sup>3</sup>/с  $0,015$ .

Размер единицы потока газа в вакууме от вторичного эталона передается эталонным средствам измерений. В качестве эталонных средств измерений применяют эталонные кумуляционные установки в диапазоне измерений  $1 \cdot 10^{-9} - 1 \cdot 10^{-4}$  Па·м<sup>3</sup>/с, эталонные редуктометрические установки в диапазоне  $1 \cdot 10^{-12} - 1 \cdot 10^{-4}$  Па·м<sup>3</sup>/с, эталонные масс-спектрометрические потокомерные установки в диапазоне  $1 \cdot 10^{-13} - 1 \cdot 10^{-6}$  Па·м<sup>3</sup>/с, эталонные жидкостные и механические потокомеры в диапазоне  $1 \cdot 10^{-7} - 1$  Па·м<sup>3</sup>/с, эталонные меры потока газа в вакууме в диапазоне  $1 \cdot 10^{-12} - 1$  Па·м<sup>3</sup>/с. Относительные доверительные границы погрешности  $\delta_0$  эталонных СИ потока газа в вакууме составляют от 0,03 до 0,3. Эталонные СИ потока газа в вакууме применяют для поверки и калибровки рабочих СИ потока газа в вакууме методами прямых измерений, компарирования и непосредственным сличением.

В качестве рабочих СИ потока газа в вакууме применяют меры потока газа в вакууме в диапазоне измерений  $1 \cdot 10^{-12} - 1$  Па·м<sup>3</sup>/с, течеискатели в диапазоне  $1 \cdot 10^{-13} - 1$  Па·м<sup>3</sup>/с, механические и жидкостные потокомеры в диапазоне  $1 \cdot 10^{-7} - 1$  Па·м<sup>3</sup>/с. Относительные доверительные границы погрешности  $\delta_0$  рабочих СИ потока газа в вакууме составляют от 0,05 до 0,6.

### 3.8 Выводы к главе 3

1. Создана эталонная установка для поверки мер потока газа в вакууме, реализующая метод постоянного давления, кумуляционный метод и

редукционный метод измерения потока газа. Установка создана с использованием современных вакуумных технологий и СИ давления, а также оригинальных конструкторских решений, таких как:

- внутренние поверхности системы создания и поддержания давления были подвергнуты электролитической полировке;

- использованы современные вакуумные соединения, отвечающие требованиям промышленности и обеспечивающие получение высокого вакуума;

- использованы безмасляные средства создания и поддержания давления;

- использован съемный калиброванный объем;

- использована оригинальная конструкция узла крепления диафрагмы малой проводимости, изготовленная непосредственно в вакуумном клапане, позволяющая производить замену диафрагмы, а также ее ввод и изъятие из вакуумного трубопровода;

- использованы квадрупольный масс-спектрометр и течеискатель, позволяющие производить сравнение различных потоков газа между собой, а также производить измерения парциальных давлений различных газов в диапазоне от 0 до 50 а.е.м.

- использование мембранно-емкостных вакуумметров, имеющих высокую точность и высокую чувствительность, которые позволили реализовать и отработать гибридный алгоритм измерений потока газа.

2. Разработано программное обеспечение, позволяющее осуществлять визуализацию и регистрацию измеряемых величин, таких как давление, время и мгновенная величина потока. Электронная регистрация результатов измерений потока газа позволила разработать гибридные методики измерения и обработки результатов.

3. Проведены исследования неопределенности измерений различных измерительных блоков эталонной установки. В ходе исследований выявлены основные и дополнительные источники неопределенности, и получены их практические значения:

- неопределенность измерений потока газа жидкостно-механическим измерительным блоком  $u_{relЖМИБ}(Q) = 1,53 \%$ ,

- неопределенность измерений потока газа кумуляционным измерительным блоком  $u_{relКИБ}(Q) = 1,50 \%$ ,

- неопределенность измерений потока газа редуционным измерительным блоком  $u_{relРИБ}(Q) = 1,97 \%$ ,

- неопределенность измерений потока газа редуционным измерительным блоком при компарировании с известным потоком  $u_{relК}(Q) = (10 - 2,2) \%$ .

4. Выявлена значительная чувствительность вакуумной системы к изменению температуры окружающего воздуха, получены оценки термочувствительности.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В ходе выполнения работ созданная эталонная установка прошла испытания, в результате которых она была утверждена в качестве государственного вторичного (рабочего) эталона ГВЭТ 49-2-06. Паспорт рабочего эталона приведен в приложении Р.

Рабочий эталон имеет следующие метрологические характеристики:

Диапазон измерений потока газа в вакууме, Па·м<sup>3</sup>/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·м<sup>3</sup>/с 0,1 – 0,015

- в диапазоне  $1 \cdot 10^{-9} - 1$  Па·м<sup>3</sup>/с 0,015.

Кроме того, при выполнении этих работ, а также на основании классификации СИ потока газа, проведенной в главе 1 настоящей работы была разработана и утверждена локальная поверочная схема для СИ потока газа в вакууме. Данная локальная поверочная схема приведена в приложении С. Причем, данная установка обладает наивысшей точностью в РФ и на нее замыкаются все существующие СИ потока газа в вакууме. Получение установкой статуса рабочего эталона позволило провести испытания с целью утверждения типа СИ потока газа в вакууме таких измерительных приборов, как меры потока газа в вакууме, течеискатели, различные эталонные установки измерения потока газа в вакууме.

Здесь следует отметить, что помимо теоретического и практического изучения составляющих неопределенности ГВЭТ 49-2-06, испытание различных потокомеров, как российского, так и импортного производства позволило сделать выводы о правильности теоретических предположений и соответствии вторичного эталона современным мировым аналогам. Хорошая корреляция результатов измерений с результатами различных СИ потока газа в вакууме из имеющихся на рынке РФ, дало возможность рабочему эталону принять участие в международных сличениях:

1. Двусторонние сличения между РФ и Словакией в период с 2004 по 2006 год [42]. По результатам сличений расхождения между участниками не превысило 1 %.

2. Впервые РФ приняла участие в ключевых международных сличениях эталонов единицы потока газа в вакууме ССМ.Р-К12. В качестве эталонов сравнения использовались меры потока газа в вакууме с величиной потока порядка  $10^{-10}$  и  $10^{-7}$  Па·м<sup>3</sup>/с. В данных сличениях принимали участие такие страны, как Россия, США, Германия, Франция, Италия, Чехия, Словения, Япония, Китай, Индия, Сингапур. В приложениях Т и Ф приведены результаты измерений, полученные на государственном эталоне ГВЭТ 49-2-2006.

Данные международные сличения закончились в 2012 году. Итоговые результаты международных сличений приведены в [17].

Во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» был проведен анализ полученных результатов с позиции их согласованности с другими участниками ключевых сличений в соответствии с методикой, изложенной в [107]. При этом использовались следующие соображения:

1. Обработка данных в соответствии с традиционной процедурой оценивания результатов сличений при наличии дрейфа эталона сравнения [23] показала, что для 5 из 11 участников сличений (СМІ, NIM, ASTAR, VNIIM, ІМТ) значения  $E_n$  превосходят единицу (таблица 4.1.1). Это может быть объяснено тем, что подобные сличения проводятся впервые, и часть участников недооценили свои неопределенности.

2. Заявив наименьшую из участников сличений неопределенность, VNIIM существенно сместил опорное значение. Увеличение неопределенности VNIIM приблизительно в 3 раза позволило более обосновано сформировать опорное значение ключевых сличений. Однако по-прежнему для 4 участников (СМІ, NIM, VNIIM, NPL/I) значения  $E_n$  превосходят единицу.

3. Таким образом, 6 из 11 участников (СМІ, NIM, ASTAR, VNIIM, ІМТ, NPL/I) демонстрируют несогласованность с опорным значением. Поскольку ни один из этих участников не выявил причин недооценивания



неопределенности, представляется разумным попытаться оценить некую общую согласованную неопределенность для этих участников на основе результатов сличений.

Процедура состояла из следующих шагов:

1. Определяется согласованная группа результатов измерений без привлечения информации о заявленных неопределенностях измерений. Для этого используется критерий  $Z_n$ :

$$Z_n = \frac{q_{1j}(t^*) - \bar{q}}{2S}, \quad (4.1.1)$$

$$\bar{q} = \frac{1}{11} \sum_{j=1}^{11} q_{1j}(t^*), \quad (4.1.2)$$

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{11} (q_{1j}(t^*) - \bar{q})^2}{10}}. \quad (4.1.3)$$

Десять из участников (за исключением СМІ, результат которого отстоит существенно дальше от средней линии) проходят проверку по критерию  $Z_n$ , (см. таблицу 4.1.1)

Таблица 4.1.1 – Значения критериев согласованности по результатам международных сличений

NMI	$E_n$	$Z_n$
PTB	0,99	-0,1591111
INRIM	0,35	-0,2440547
LNE	0,53	0,19919606
<b>CMI</b>	<b>1,85</b>	<b>1,27411764</b>
NIST	0,98	-0,1672194
NIM	<b>1,38</b>	-0,5857593
Astar	<b>1,33</b>	-0,3815087
NMIJ	0,73	-0,2768737
VNIIM	<b>3,07</b>	0,19803773
MIRS-IMT	<b>1,07</b>	-0,1622
NPL/I	0,84	0,30537545

2. Для группы результатов 10 участников определяют выборочное СКО:

Для NIM, ASTAR, VNIIM, IMT, NPL/I увеличены стандартные неопределенности до значения выборочного СКО.

$$S^* = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{10} (q_{1j}(t^*) - \bar{q}^*)^2}{9}}, \quad (4.1.4)$$

$$\bar{q}^* = \frac{1}{10} \sum_{j=1}^{10} q_{1j}(t^*), \quad (4.1.5)$$

$$\tilde{u} = S^* = 7.3 \cdot 10^{-13}. \quad (4.1.6)$$

3. Для группы всех результатов (с увеличенными неопределенностями NIM, ASTAR, VNIIM, IMT, NPL/I) повторяется традиционная процедура. На рисунке 4.1.2. представлены результаты сличений с учетом обработки.

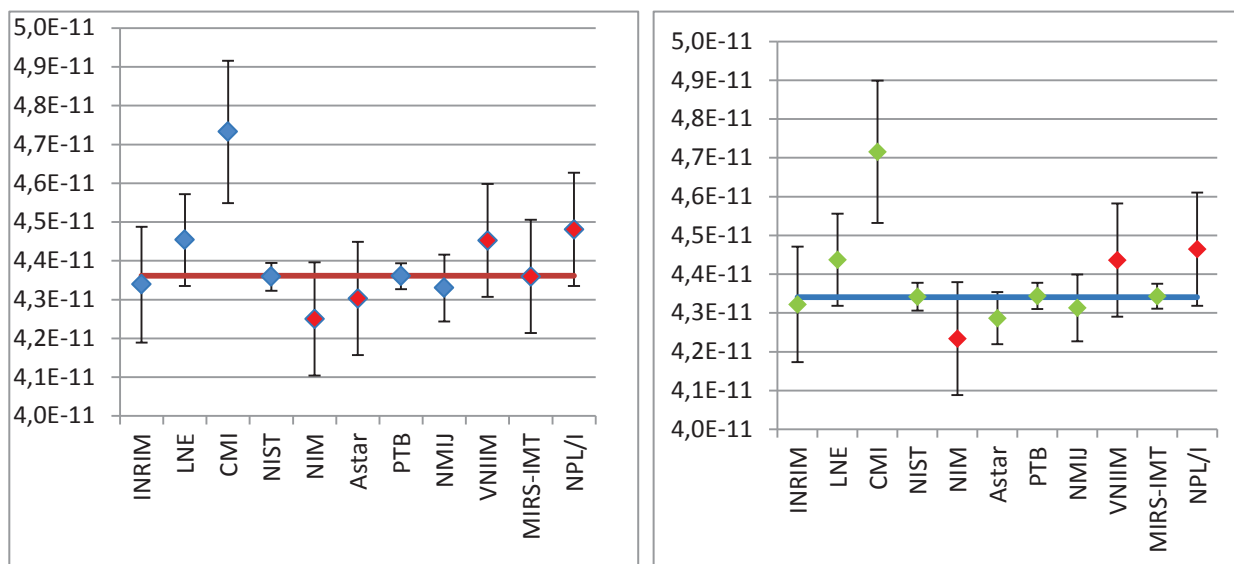


Рисунок 4.1.1 – Результаты международных сличений CCM.P-K12

В таблице 4.1.2 приведены данные и рассчитанные новые значения  $E_n$  по результатам сличений.

Таким образом, по результатам анализа были уточнена неопределенность измерений потока газа с величиной утечки порядка  $10^{-7}$  Па·м<sup>3</sup>/с и составила величину порядка 1,6 %. Полученная таким образом неопределенность измерений потока газа в вакууме практически совпадает с данными, приводимым в паспорте на рабочий эталон единицы потока газа в вакууме – разработанную эталонную установку.

Таблица 4.1.2 – Скорректированные результаты международных сличений

NMI <i>j</i>	<i>t<sub>i</sub></i>	<i>u</i>	<i>q<sub>L,i</sub>(t*)</i>	<i>D<sub>Lj</sub></i>	<i>u<sub>D<sub>Lj</sub></sub></i>	<i>E<sub>n</sub></i>
	d	mol/s	mol/s	mol/s	mol/s	
INRIM	40	7,5E-13	4,3386E-11	-2,2813E-13	7,3902E-13	0,154349688
LNE	55	5,9E-13	4,4537E-11	9,2314E-13	5,8413E-13	0,79018
CMI	109	9,2E-13	4,7320E-11	3,7057E-12	9,1146E-13	2,032857227
NIST	222	1,8E-13	4,3586E-11	-2,8677E-14	1,4260E-13	0,100553178
NIM	260	7,3E-13	4,2505E-11	-1,1094E-12	7,2175E-13	0,768581463
Astar	335	7,3E-13	4,3031E-11	-5,8308E-13	7,2168E-13	0,40397233
PTB	383	1,7E-13	4,3605E-11	-9,1621E-15	1,2944E-13	0,035390983
NMIJ	439	4,3E-13	4,3298E-11	-3,1625E-13	4,1692E-13	0,379266808
VNIM	520	7,3E-13	4,4527E-11	9,1263E-13	7,2249E-13	0,631587206
MIRS- IMT	607	7,3E-13	4,3598E-11	-1,5979E-14	7,2335E-13	0,011044777
NPL/I	676	7,3E-13	4,4812E-11	1,1979E-12	7,2425E-13	0,826979984

Однако, результаты ключевых сличений ССМ.Р-К12 говорят и о том, что хотя РФ и находится на уровне современных стран, тем не менее, в области измерения потока газа в вакууме ряд ведущих стран имеет лучшие измерительные возможности, а значит необходимо совершенствовать аппаратуру и СИ потока газа в вакууме, а так же всю систему метрологического обеспечения СИ потока газа в вакууме.

В заключении необходимо отметить, что по итогам комплекса работ и экспериментальных исследований аппаратуры измерения потока газа в вакууме 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. Разработан государственный вторичный (рабочий) эталон единицы потока газа в вакууме ГВЭТ 49-2-06, имеющий следующие метрологические характеристики:

Диапазона измерений:  $10^{-12} - 1 \text{ Па}\cdot\text{м}^3/\text{с}$

Суммарная погрешность, характеризующаяся средним квадратическим отклонением результата измерений ( $S_{\Sigma 0}$ ):

- в диапазоне от  $10^{-12}$  до  $10^{-9}$  Па·м<sup>3</sup>/с не более (0,1 - 0,015);

- в диапазоне свыше  $10^{-9}$  до 1 Па·м<sup>3</sup>/с не более 0,015.

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

4. Разработано программное обеспечение для реализации математических моделей течения газа через каналы различной конфигурации, с помощью которой была рассчитана проводимость 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 измерения потока газа в вакууме, чувствительности измерительной вакуумной системы рабочего эталона к изменению температуры окружающего воздуха и неравномерности распределения ее по объему вакуумной системы. По результатам этих исследований получены реальные значения составляющих суммарной погрешности рабочего эталона.

7. Впервые проведены международные сличения в области измерений потоков газа в вакууме в рамках проектов КООМЕТ 295/RU/2002 и ключевые международные сличения по теме ССМ.Р-К12 результаты, которых позволяют РФ опубликовать свои измерительные возможности 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;

- установка воспроизведения микропотоков газов в вакууме;

- течеискатель масс-спектрометрический гелиевый МС-4.

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 позволяет 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».

## СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

- 1 Arai K., Akimichi H., Hirata M. Very low gas flow measurements for UHV/XHV and leak calibration, *Metrologia*, 50, 2013 pp. 559-585.
- 2 Basford et. al. Recommended Practice for the Calibration of Mass Spectrometers for Partial Pressure Analysis, *J. Vac. Sci. Technol. A* 11(3), 1993, pp. A22-40.
- 3 Batey J. H. Quadrupole Gas Analyzers, *Vacuum*, 37, 1987, pp. 659-668.
- 4 Bongtae Han. Measurements of True Leak Rates of MEMS Packages, *Sensors* 12, 2012, pp. 3082-3104.
- 5 Calcatelli A., Raiteri G., Rumiano G. *Measurement* 34, 2003, pp. 121-132.
- 6 Charles D. Ehrlich and Stuart A. Tison. NIST measurement services: NIST leak calibration service. *Natl. Inst. Stand. Technol. Spec. Publ.* 250-38, 1992, p. 89.
- 7 Dorothy M. Hoffman, Bawa Singh, Jonh H. Thomas III. *Hand book of vacuum science and technology*, Academic press, 1997, p. 836.
- 8 Drinkwine and D. Lichtman. *Partial Pressure Analyzers and Analysis*, Education Committee of the American Vacuum Society, 1980, p.136.
- 9 Erjavec B., Šetina J. Design of helium permeation reference leaks with generated flows below  $10^{-14}$  mol/s, XVII IMEKO World Congress, 2003, 135-137.
- 10 <http://www.bipm.org>.
- 11 ISO 14291:2012 Vacuum gauges - Definitions and specifications for quadrupole mass spectrometers, 2012, p. 14.
- 12 J. Pitakarnnop, S. Geoffroy, L. Baldas, S. Colin. A novel experimental setup for gas microflows, *Microfluid Nanofluid*, 8, 2010, p. 57–72.
- 13 J.H. Leck. *Total and Partial Pressure Measurement in Vacuum Systems*, Blackie, Glasgow&London, 1988, p. 201.
- 14 J.L Ryan, D.L.Roper. *Process vacuum system, design and operation*; McGraw-Hill Book Company, 1986, p. 112.

15 K. Jousten and U. Becker. A primary standard for the calibration of sniffer test leak devices, *Metrologia*, 46, 2009, pp. 560–568.

16 K. Jousten, H. Menzer and R. Niepraschk. A New Fully Automated Gas Standard at The PTB for Flow rate between  $10^{-13}$  mol/s and  $10^{-6}$  mol/s, *Metrologia*, 39, 2002, pp. 519-529.

17 K. Jousten, K. Arai, U. Becker, O. Bodnar, F. Boineau, J. A. Fedchak, V. Gorobey, Wu Jian, D. Mari, P. Mohan, J. Setina, M. Vičar, Yu Hong Yan. Draft B report Results and evaluation of key comparison CCM.P-K12 for very low helium flow rates (leak rates), *Metrologia*, 2013, p. 50.

18 Knopf, D., Barbe, J., Richter, W., and Marschal, A. Comparison of the Gas Mass Flow Calibration Systems of the BNM-LNE and the PTB, *Metrologia*, 38, 2001, pp. 197–202.

19 Kuzmin V.V. Development and investigation of a standart fluid mechanical flow rate meter, *Vacuum*, 49 (1), 1998, p. 17-22.

20 Mohan P. MAPAN, *J. Metro. Soc. of India* 18, 2003, pp. 131-137.

21 Mohan P. Vacuum gauge calibration at the NPL (India) using orifice flow method, *Vacuum*, 51, 1998, pp. 69-74.

22 Mohan P., Gupta A. Use a quadruple mass spectrometer to determine the flow ratio of an orifice flow high vacuum standard, 8<sup>th</sup> ISMAS Symp. Mass Spectrometry, II, 1999 pp. 737-740.

23 Nien Fan Zhang, Hung-kung liu, Nell Sedransk, W.E. Strawdermann. Statistical analysis of key comparisons with linear trends, *Metrologia*, 41, 2004, pp. 231-237.

24 Peksa L., Řepa P., Gronych T., Tesař J., Pražák D. Uncertainty analysis of the high vacuum part of the orifice-flow-type pressure standard, *Vacuum*, 76, 2004 pp. 477-489.

25 Peter H. Dawson. *Quadrupole Mass Spectrometry and Its Applications*, American Inst. of Physics, 1997, p. 367.

26 Robert F. Berg and Stuart A.Tison. Two primary standards for low flows of gases, *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.*, 109, 2004, pp. 439-450.



27 T. Ewart, P. Perrier, I. A. Graur and J. G. M'eolans. Mass flow rate measurements in a microchannel, from hydrodynamic to near free molecular regimes, J. Fluid Mech., 000, 2007, pp. 1–20. Cambridge University Press.

28 Tison S. A., Bergoglio M., Rumanio G., Mohan P. Gupta A. MAPAN, J. Metro. Soc. of India, 14, 1999, pp. 103-114.

29 Todd, D. A. Laminar Flow Elements in Flow Measurement: Practical Guides for Measurement and Control, 2nd edition, The Instrumentation, Systems, and Automation Society, 2001, pp. 205 - 239.

30 Update to AVS Standard 2.3. <http://www.avs.org>

31 Walter H. Kohl. Handbook of Materials and Techniques for Vacuum Devices, American Vacuum Society Classics, 1995, p. 623.

32 Walter Umrath, Hermann Adam, Alfred Bolz, Hermann Boy, Heinz Dohmen, Karl Gogol, Dr. Wolfgang Jorisch, Walter M.ning, Dr. Hans-J.rgen Mundinger, Hans-Dieter Otten, Willi Scheer, Helmut Seiger, Dr. Wolfgang Schwarz, Klaus Stepputat, Dieter Urban, Heinz-Josef Wirtzfeld, Heinz-Joachim Zenke. Fundamentals of Vacuum Technology, Academic Press, 1998, p. 198.

33 Wu J., Chua H.A. A new primary gas flow standart for flow rate measurement 0.001 to 1000 nanomol/S, 2006 XVIII IMEKO World Congress.

34 А.И. Бухштаб, М.Л. Виноградов, Г.В. Шульженко. Проблемы контроля герметичности аэрокосмической техники. Журнал «Аэрокосмический курьер», 3-4 (81), 2012, стр. 55-56.

35 А.И.Пипко, В.И. Плисковский, Б.И. Королев, В.И. Кузнецов «Основы вакуумной техники: Учебник для техникумов – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Энергоиздат, 1981, 432 с., ил.

36 А.П. Щелкин, В.Н. Горобей, В.В. Кузьмин. Отчет по теме 01.02.07.03. Создание комплекса исходной образцовой аппаратуры для измерений молекулярных потоков в вакууме, 1987, с. 181.

37 А.с. 462097 СССР. Способ динамической градуировки измерителей парциальных давлений/ В.В. Кузьмин (СССР). – Бюл. 8, 1975.

38 Афанасьев С.Н., Казаков В.Г., Рыжов В.А., Супрунюк В.В. Оценка погрешности вторичного эталона единицы давления для области абсолютных давлений в диапазоне  $1 \cdot 10^{-3}$  Па -  $1 \cdot 10^3$  Па, Измерительная техника, 9, 1984, с. 32-34.

39 Б.Д. Ершов, Н.Г. Попов, Г.Л. Саксаганнский. Методы анализа молекулярных потоков, Ротапринт НИИЭФА, 1979, с. 64.

40 Батоврин В.К., Бессонов А.С, Мошкин В.В., Папуловский В.Ф. LabVIEW: практикум по основам измерительных технологий: Учебное пособие для вузов, ДМК Пресс, 2005. – с. 208, ил.

41 В.Н. Горобей и др. Эталонная аппаратура для воспроизведения единицы давления в области низких абсолютных давлений. Вакуумная техника и технология, 13(2), 2003, с. 101-107.

42 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, 17(4), с. 301-303.

43 Васильев Ю.К., Нестеров С.Б., Васильева Т.С. Анализ современного состояния рынка оборудования систем создания и поддержания вакуума, Вакуумная техника и технология, 16(1), 2006, с. 55 – 62.

44 Волков В.Б. Понятный самоучитель Excel, ООО «СЗПД», 2010, с. 256, ил.

45 Г. Левин. Основы вакуумной техники, пер. с англ., Энергия, 1969. – с. 272, ил.

46 Горобей В.Н. Государственный специальный эталон единицы давления для разности давлений, Измерительная техника, 6, 2002, с.3-4.

47 Горобей В.Н., Захаренко Ю.Г., Марусина М.Я., Снегов В.С. Государственные первичные эталоны единиц физических величин. Под редакцией д-ра техн. Наук, проф. М.Я. Марусиной. Учебное пособие, СПбГУ ИТМО, 2011. – 140 с.

48 ГОСТ 18353-79 Контроль неразрушающий. Классификация видов и методов.

49 ГОСТ 24054-80. Изделия машиностроения и приборостроения. Методы испытаний на герметичность. Общие требования.

50 ГОСТ 25136-82. Соединения трубопроводов. Методы испытаний на герметичность.

51 ГОСТ 53402-2009 Арматура трубопроводная. Методы контроля и испытаний.

52 ГОСТ 8.009-84. Нормируемые метрологические характеристики средства измерений.

53 ГОСТ 8.021-2005 Государственная поверочная схема для средств измерения массы.

54 ГОСТ 8.061-07. Содержание и построение поверочных схем.

55 ГОСТ 8.107-81 Государственный специальный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений абсолютного давления в диапазоне от  $1 \cdot 10^{-8}$  до  $1 \cdot 10^3$  Па.

56 ГОСТ 8.187-76 Государственный специальный эталон и общесоюзная поверочная схема для средств измерений разности давлений в диапазоне  $10^{-1}$  до  $1 \cdot 10^4$  Па.

57 ГОСТ 8.207-76. Прямые измерения с многократными наблюдениями. Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения.

58 ГОСТ 8.417-02. Эталоны. Способы выражения погрешностей.

59 ГОСТ 9544-93 Арматура трубопроводная запорная. Нормы герметичности затворов.

60 ГОСТ Р 53177-2008 Определение характеристик масс-спектрометрического метода контроля герметичности.

61 ГОСТ Р 54807-2011 Вакуумная технология. Стандартные методы измерения характеристик вакуумных насосов.

62 ГОСТ Р 8.558-08. Государственная поверочная схема для средств измерения температуры.

63 ГОСТ Р 8.682-2009 Мерники металлические эталонные. Методика поверки.

64 ГОСТ Р 8.763-2011 Государственная поверочная схема для средств измерения длины в диапазоне от  $1 \cdot 10^{-9}$  до 50 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм.

65 Государственные эталоны России. Каталог., М.: Андреевский флаг, 2000, с.184.

66 Грег С., Синг К. Адсорбция, удельная поверхность, пористость, М.: Мир, 1984. с. 310.

67 Данилин Б.С. и Минайчев В.Е. Основы конструирования вакуумных систем, Энергия, 1971. с. 392, ил.

68 Дэшман С. Научные основы вакуумной техники, Мир, 1964, с. 715.

69 Е.С. Фролов, В.Е. Минайчев, А.Т. Александрова и др. Вакуумная техника: Справочник, Машиностроение, 1992 – с. 480, ил.

70 Ерюхин А.В. Государственный специальный эталон единицы давления для области абсолютных давлений в диапазоне от  $1 \cdot 10^{-3}$  Па -  $1 \cdot 10^3$  Па, Измерительная техника, 4, 1975, с. 43-45.

71 Ерюхин А.В. Основы вакуумных измерений, Машиностроение, 1977, с. 40.

72 Жежера Н.И. Автоматизация контроля герметичности полых изделий: Монография. Оренбург: ОГУ, 2001, с. 185.

73 Запунный А.И., Фельдман Л.С., Рогаль В.Ф. Контроль герметичности конструкций, Техника, 1976, с. 152.

74 Захаренко Ю.Г., Кононова Н.А. Современное состояние воспроизведения единицы длины – метра. Научный журнал «Приборы», 8, 2007, с. 53-55.

75 Каменских Ю.И., Снегов В.С. Современное состояние Государственного первичного эталона единицы массы. Измерительная техника, 6, 2009, с. 27-29.

76 Киселев А.В. Межмолекулярные взаимодействия в адсорбции и хроматографии. М.: Высшая школа, 1986. 360 с.

77 Коган И.Л. Работа высоковакуумных ионизационных преобразователей в области верхнего предела, Вакуумная техника и технология, 6(3), 1996, с.16-52.

78 Коган И.Л., Теоретические аспекты методов модуляции ионного тока в ионизационных преобразователях давления, Вакуумная техника и технология, 8(3), 1998, с. 25-30.

79 Кремлевский П.П. Расходомеры и счетчики количества, Машиностроение, 1989, с. 701.

80 Кузьмин В.В. Вакуумные измерения, Российская метрологическая энциклопедия, 2001, с. 350.

81 Кузьмин В.В. Техника измерения вакуума: монография, Казан. Гос. Технол. Ун-т, 2009. – 300 с.

82 Кузьмин В.В. Усовершенствование калибровки вакуумных мер газового потока контрольных течей. Измерительная техника, 6, 2004, с. 28-30.

83 Кузьмин В.В., Аляев В.А. Направления автоматизации систем поверки средств вакуумных измерений. Вакуумная наука и техника: тезисы научно-технической конференции с участием зарубежных специалистов, 1995, с. 81.

84 Кузьмин В.В., Вакуумные измерения. Издательство стандартов, 1992, с. 228.

85 Кукушкин В.А., Рыжов В.А. Повышение верхнего предела измерения мембранно-емкостного манометра. Исследования в области механических измерений. Труды метролог. Институтов СССР, 223(283), 1978, с. 36-38.

86 Локтев И.И. Литературный обзор по гелиевому течеисканию стандартов ASTM, патентной информации и материалов конференции по неразрушающим методам контроля в Риме в 2000 году. ОАО «Завод «Измеритель».

87 М.А. Гуляев и др. Об измерениях давлений в динамических вакуумных системах. Метрология, 11, 1972, с. 3-7.

88 Марьин Б.Н, Иванов Ю.Л., Макарова Е.А. Методы и средства контроля герметичности гидрогазовых систем летательных аппаратов. Дальнаука, 2000, с. 185.

89 Нестеров С.Б. Криогенная техника, вакуумная техника и нанотехнология – три кита, на которых держится мир высоких технологий. Холодильный бизнес, 4, 2007, с. 36 – 39.

90 Нестеров С.Б., Васильев Ю.К., Андросов А.В. Методы расчета вакуумных систем. МЭИ, 2004, с. 220, ил.

91 Нестеров С.Б., Васильев Ю.К., Андросов А.В. Расчет сложных вакуумных систем. МЭИ, 2001, с. 180.

92 Проект долгосрочного прогноза научно-технологического развития Российской Федерации (до 2025 года).

93 РД-04-22-96. Методические указания по оценке достоверности результатов интегральных испытаний системы герметичного ограждения блоков атомных станций на герметичность.

94 РМГ 29-99. Государственная система обеспечения единства измерений. Метрология. Основные термины и определения. Минск: Изд-во стандартов, 2000, с. 47.

95 РМГ 91-2009. Государственная система обеспечения единства измерений. Совместное использование понятий «погрешность измерения» и «неопределенность измерения». Стандартиформ, 2009.

96 Розанов Л.Н. Вакуумная техника: Учебник для вузов по специальности «Вакуумная техника» - 2-е изд., перераб. И доп. Высшая школа, 1990, с. 320, ил.

97 Розанов Л.Н. Масс-спектрометрический метод контроля герметичности вакуумных систем. Вакуумная техника и технология, 12(3), 2002, с. 129-132.

98 Руководство по выражению неопределенности измерения. Первая редакция Международная организация по стандартизации. 1993 г. Перевод и публикация ГП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева». ООО «Типография ЛИТАС+», 1999 г.

99 Рыжов В.В. Влияние температуры на показания мембранно-емкостного манометра. Измерительная техника, 9, 1972, с. 84-85.

100 Саксаганский Г.Л. Молекулярные потоки в сложных вакуумных структурах. Атомиздат, 1980, с. 216, ил.

101 Т.М. Рощина. Адсорбционные явления и поверхность. Соросовский образовательный журнал, 2, 1998, с. 89-94.

102 Уэстон Дж. Техника сверхвысокого вакуума: Пер. с англ. Мир, 1988, с. 366, ил.

103 Федеральная космическая программа России на 2006 - 2015 годы с изменениями, утвержденными постановлением Правительства Российской Федерации от 31 марта 2011 г. № 235.

104 Федеральная целевая программа «Ядерные энерготехнологии нового поколения на период 2010 - 2015 годов и на перспективу до 2020 года».

105 Физика и техника сверхвысокого вакуума. Сборник статей по общей редакцией Г.Л. Саксаганского. Ленинград: Изд-во «Машиностроение», 1968.

106 Фридман А.Э. Основы метрологии. Современный курс. НПО «Профессионал», 2008, с. 284, ил.

107 Чуновкина А.Г., Бурмистрова Н.А., Звягин Н.Д. Об одном подходе к оцениванию результатов ключевых сличений эталонов при несогласованных данных. Измерительная техника, 6, 2013, с.3-6.

108 Я. Грошковский. Техника высокого вакуума. Перевод с польского. Мир, 1975, с. 622, ил.

109 С.Ф. Борисов. Межфазная граница газ – твердое тело: структура, модели, методы исследования. Учебное пособие. Уральский государственный университет им. А.М.Горького, Екатеринбург, 2001, с. 622, ил.

#### **Публикации по теме диссертации**

110 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).

111 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).

112 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.

113 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.

114 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).

115 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.

116 V.N. Gorobej, *A.A. Cernysenko*, 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), 2007, s. 23-25.

117 *Чернышенко А.А.* Теоретико-прикладные положения поверки средств измерений потока газа в вакууме. СПб.: Издательство «Студия «НП-Принт», 2014, с. 136, ил. (лично автором).

118 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.

119 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).

120 *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. (лично автором), (из перечня ВАК).

## Приложение А

### Технические характеристики датчиков Баратрон 690А/698А – выписка из РЭ

#### Appendix A: Product Specifications

### Appendix A: Product Specifications

Ambient Operating Temperature	15° to 40° C (59° to 104° F)
Accuracy	
690	
Standard	0.12% of reading $\pm$ zero/span coeff.
Optional	
All ranges	0.08% of reading $\pm$ zero/span coeff.
1, 10, 100, and 1000 Torr units only	0.05% of reading $\pm$ zero/span coeff.
698	
Standard	0.12% of reading $\pm$ zero/span coeff.
Optional	
All ranges	0.08% of reading $\pm$ zero/span coeff.
1, 10, 100, and 1000 Torr units only	0.15% of reading $\pm$ zero/span coeff. 0.2% of reading $\pm$ zero/span coeff. 0.05 of reading $\pm$ zero/span coeff.
CE Mark Compliance <sup>2</sup>	EMC Directive 89/336/EHC
Full Scale Pressure Ranges (Torr)	
690	0.1, 1, 10, 100, 1K, 5K, 10K, 15K, 20K, 25K
698	0.1, 1, 10, 100, 1K Torr
Inlet Tube Fitting(s)	Cajon <sup>®</sup> 4-VCR <sup>®</sup> (female) orbitally butt welded
Line Pressure Effects on Span	
690	N/A
698	<0.010% / 15 psi <sup>3</sup>
Maximum Line Pressure	
690	N/A
698	150 psig
Measurement Side (P <sub>x</sub> ) Media Compatibility	Any gas compatible with Inconel <sup>®</sup> , 304 SS

<sup>2</sup>An overall metal braided shielded cable, properly grounded at both ends, is required during use. The Type 690/698 units are only CE compliant when used with the Type 670 Signal Conditioner/Readout.

<sup>3</sup>For 100 mTorr units only.

$P_x$ Overpressure 100 mTorr (0.1 T) Units All other ranges	125% FS or 40 psia (whichever is greater) 125% FS or 45 psia (whichever is greater)
Reference Side ( $P_2$ ) Media Compatibility 690 698	N/A Any dry gas compatible with Inconel <sup>®</sup> , 304/306 SS, Fosterite, Palladium
Reference Side Volume 690 698	N/A 25 cc
Resolution (of FS)	$1 \times 10^{-6}$
Sensor Temperature	Regulated at 45° C
Sensor Type	Single sided, dual electrode
Temperature Effects on Span 100 mTorr (0.1 T) Units All other ranges	<0.010% R / °C (100 ppm) <0.002% R / °C (20 ppm)
Temperature Effects on Zero 100 mTorr (0.1 T) Units All other ranges at 0.05% or 0.08% of Rdg accuracy at 0.12% of Rdg accuracy	<30 PPM, F.S./ °C <4 PPM, F.S./ °C <15 PPM, F.S./ °C
Time Constant with Signal Conditioner in: Fast Position Std Position Slow Position	> 25 ms 40 ms 400 ms
Type of Measurement 690 698	Absolute Differential, Gage
Useable Resolution	5 decades
Volume ( $P_2$ ) 690 ≥ 1000 T Units 5K to 25 K Units 698	2.5 cc 14 cc 3.5 cc

Due to continuing research and development activities, these product specifications are subject to change without notice.

## Приложение А: Спецификация изделия

### Характеристики

Диапазон рабочих температур	от 15°C до 40°C
Точность	
690	
Стандартная	0,12% показаний $\pm$ погр./диап. коэфф.
Опционная	
Все диапазоны	0,08% показаний $\pm$ погр./диап. коэфф.
Только датчики 1, 10, 100, и 1000 Торр	0,05% показаний $\pm$ погр./диап. коэфф.
698	
Стандартная	0,12% показаний $\pm$ погр./диап. коэфф.
Опционная	
Все диапазоны	0,08% показаний $\pm$ погр./диап. коэфф.
Только датчики 1, 10, 100, и 1000 Торр	0,15% показаний $\pm$ погр./диап. коэфф. 0,2% показаний $\pm$ погр./диап. коэфф. 0,35% показаний $\pm$ погр./диап. коэфф.
Электромагнитная совместимость (марка CE) <sup>2</sup>	Отвечает директиве по эл.-магн. совместимости 89/336/EEC
Диапазоны измерения полной шкалы (Торр)	
690	0,1, 1, 10, 100, 1000, 5000, 10000, 15000, 20000, 25000
698	0,1, 1, 10, 100, 1000, 5000, 10000 Торр
Фитинги входных портов	Сейон 4-VCR <sup>30</sup> (жестк.) сваренные встык на опухлости
Эффекты давления линии на диапазон	
690	нет
698	$< 0,010\%/1 \text{ атм}^2$
Минимальное давление линии	
690	нет
698	10 атм избыточного
Совместимость измерительного порта (сторона P <sub>2</sub> )	Любой газ, совместимый с Inconel, 304 SS
Избыточное давление P <sub>2</sub>	
Датчики 100 мТорр (0.1 T)	125% полной шкалы или 2,5 атм (наибольшее из них)
Все другие диапазоны	125% полной шкалы или 2,5 атм (наибольшее из них)

<sup>2</sup> Требуется полностью оплетенные, экранированные кабели, заземленные с обеих концов. Датчики типа 690/698 отвечают нормам марки CE только при их совместном использовании с блоком обработки и отображения сигнала 670.

<sup>3</sup> Только для датчиков 100 мТорр  
 РОССИЯ, 107076, Москва, Колодезный пер. 3, стр. 26  
 Тел: + 7 (095) 721-3332 Факс: + 7 (095) 781-3391

E-mail: info@hvac.ru WWW.HVAC.RU

Совместимость измерительных портов (сторона P <sub>2</sub> ) 690 698	нет Любой газ, совместимый с Inconel, 304/316 SS, фторопласт, палладий
Объем эталонной полости 690 698	нет 25 см <sup>3</sup>
Разрешение (по всей шкале)	1 x 10 <sup>-3</sup>
Температура датчика	Регулируется на 45°C
Тип датчика	Односторонний, двойной электрод
Температурные эффекты на точность, диапазон Датчики 100 мТорр (0.1 Т) Все другие диапазоны	<0,010% от измеренного значения / °C (100 ppm) <0,002% от измеренного значения / °C (20 ppm)
Температурные эффекты на точность, нуля Датчики 100 мТорр (0.1 Т) Все другие диапазоны на точности 0,05% или 0,08% от показаний на точности 0,12% от показаний	<20 ppm, диапазон измерений / °C <4 ppm, диапазон измерений / °C <15 ppm, диапазон измерений / °C
Постоянная времени с блоком обработки, входящимся: Быстром положении Стандартном положении Медленном положении	> 25 мс 40 мс 400 мс
Тип измеряемого давления 690 698	Абсолютное Дифференциальное, измеритель
Используемое разрешение	5 декад
Объем (P <sub>2</sub> ) 690 Датчики ≥ 1000 Т Датчики от 5000 до 25000 698	2,5 см <sup>3</sup> 1,1 см <sup>3</sup> 3,5 см <sup>3</sup>

Ввиду продолжительности постоянного исследования и разработки, некоторые характеристики изделия могут быть изменены без предварительного уведомления.

РОССИЯ, 107076, Москва, Колодезный пер. 3, стр. 26  
Тел: + 7 (095) 721-3352 Факс: + 7 (095) 781-3591

E-mail: info@blaze.ru WWW.BLAZE.RU

Стр. 30

Протокол сличений средства передачи Баратрон 690А с ВПИ 0,1 Торр с ГЭТ 49-80

Дата проведения сличений:

10 октября 2010

Условия проведения сличений:

Температура окружающей среды, °С:

22

Атмосферное давление, кПа

101,6

Относительная влажность, %

55

Постоянная компенсационного мембранно-емкостного датчика ГЭТ 49-80, Па·В<sup>2</sup> 3,441·10<sup>-4</sup>

№	Напряжение компенсации Uk, В	Uk <sup>2</sup> , В <sup>2</sup>	Расчетное давление ГЭТ-49-80, Па	Показания вакуумметра Баратрон 690А, Па	Абсолютная погрешность, Па	Относительная погрешность
1	2,7398	7,507	2,5830E-03	2,5703E-03	-1,2669E-05	-0,49%
2	3,9419	15,539	5,3460E-03	5,3393E-03	-6,6617E-06	-0,14%
3	4,7896	22,940	7,8937E-03	7,9380E-03	4,4251E-05	0,56%
4	7,5951	57,686	1,9850E-02	1,9927E-02	7,7009E-05	0,39%
5	12,021	144,504	4,9724E-02	4,9495E-02	-2,2875E-04	-0,46%
6	14,587	212,781	7,3218E-02	7,2800E-02	-4,1755E-04	-0,57%
7	20,577	423,413	1,4570E-01	1,4603E-01	3,3149E-04	0,23%
8	37,712	1422,195	4,8938E-01	4,8957E-01	1,9303E-04	0,04%
9	48,908	2391,992	8,2308E-01	8,2136E-01	-1,7239E-03	-0,21%
10	69,935	4890,904	1,6830E+00	1,6926E+00	9,5530E-03	0,57%
11	123,17	15170,849	5,2203E+00	5,2213E+00	1,0332E-03	0,02%
12	164,21	26964,924	9,2679E+00	9,2675E+00	-3,6397E-04	-0,12%

Ведущий научный сотрудник



Е.К.Израилов

Приложение В

Протокол определения СКО Баратрон 690А с ВПИ 0,1 Торр

Отсчет значений давления производился с интервалом 1 мин.

	$p_1$ , Па	$p_2$ , Па	$p_3$ , Па	$p_4$ , Па	$p_5$ , Па	$p_6$ , Па	$p_7$ , Па	$p_8$ , Па
1	0,0145	0,0139	0,0307	0,0411	0,0555	0,0713	0,0897	0,1291
2	0,0153	0,0136	0,0302	0,0404	0,0553	0,0711	0,0904	0,1276
3	0,0137	0,0133	0,0296	0,0412	0,0547	0,0715	0,0903	0,1283
4	0,0133	0,0138	0,0305	0,0416	0,0552	0,0715	0,0890	0,1287
5	0,0133	0,0139	0,0312	0,0403	0,0555	0,0710	0,0907	0,1293
6	0,0145	0,0132	0,0301	0,0404	0,0549	0,0716	0,0894	0,1283
7	0,0137	0,0141	0,0305	0,0410	0,0552	0,0711	0,0894	0,1296
8	0,0138	0,0135	0,0308	0,0416	0,0552	0,0710	0,0894	0,1291
9	0,0136	0,0140	0,0304	0,0414	0,0557	0,0716	0,0901	0,1298
10	0,0141	0,0135	0,0305	0,0406	0,0547	0,0705	0,0901	0,1295
Среднее	<b>0,0140</b>	<b>0,0137</b>	<b>0,0305</b>	<b>0,0410</b>	<b>0,0552</b>	<b>0,0712</b>	<b>0,0899</b>	<b>0,1289</b>
СКО, Па	<b>0,0006</b>	<b>0,0003</b>	<b>0,0004</b>	<b>0,0005</b>	<b>0,0003</b>	<b>0,0003</b>	<b>0,0005</b>	<b>0,0007</b>
СКО, %	<b>4,50%</b>	<b>2,23%</b>	<b>1,41%</b>	<b>1,23%</b>	<b>0,61%</b>	<b>0,49%</b>	<b>0,61%</b>	<b>0,54%</b>

	$p_9$ , Па	$p_{10}$ , Па	$p_{11}$ , Па	$p_{12}$ , Па	$p_{13}$ , Па	$p_{14}$ , Па	$p_{15}$ , Па	$p_{16}$ , Па
1	0,1339	0,2907	0,4905	0,6553	0,8478	1,2952	4,3465	8,9123
2	0,1340	0,2903	0,4907	0,6559	0,8471	1,2954	4,3459	8,9117
3	0,1342	0,2907	0,4905	0,6557	0,8484	1,2961	4,3462	8,9121
4	0,1337	0,2908	0,4912	0,6560	0,8474	1,2953	4,3459	8,9129
5	0,1339	0,2910	0,4909	0,6562	0,8476	1,2953	4,3464	8,9126
6	0,1343	0,2902	0,4910	0,6567	0,8485	1,2952	4,3461	8,9123
7	0,1343	0,2906	0,4909	0,6561	0,8485	1,2956	4,3465	8,9121
8	0,1338	0,2902	0,4913	0,6560	0,8483	1,2955	4,3463	8,9118
9	0,1337	0,2903	0,4924	0,6560	0,8481	1,2954	4,347	8,9127
10	0,1340	0,2902	0,4916	0,6559	0,8487	1,2960	4,3469	8,9122
Среднее	<b>0,1340</b>	<b>0,2905</b>	<b>0,4911</b>	<b>0,6560</b>	<b>0,8480</b>	<b>1,2955</b>	<b>4,3464</b>	<b>8,9123</b>
СКО, Па	<b>0,0002</b>	<b>0,0003</b>	<b>0,0006</b>	<b>0,0004</b>	<b>0,0005</b>	<b>0,0003</b>	<b>0,0004</b>	<b>0,0004</b>
СКО, %	<b>0,17%</b>	<b>0,10%</b>	<b>0,12%</b>	<b>0,05%</b>	<b>0,06%</b>	<b>0,02%</b>	<b>0,01%</b>	<b>0,00%</b>

Рук. группы НИО 231

А.А.Чернышенко

Приложение Г

Протокол сличений

мембранно-вакуумного вакуумметра Баратрон

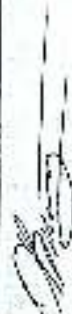
с преобразователем 698 № 001339544 для ГЭТ 49-80 с микроаналитром МКШ №1 из состава ГЭТ 95-75

15 сентября 2010 г.

Р атм (оп) = 761 мм рт.ст

№	Показание МКШ, Па	Показание МКШ, мм вод. ст.	Показание Баратрона, мм вод. ст.	Расхождение мм вод. ст.	Погрешность, %	Температура воды МКШ, °С	Температура окр. среды, °С
<b>1 серия</b>							
1	0	0	0,006	-0,006		20,8	20,7
2	20	2	2,001	-0,001	-0,050	20,8	20,7
3	50	5	5,002	-0,002	-0,040	20,8	20,8
4	100	10	9,998	0,002	0,020	20,8	20,8
5	250	25	24,993	0,007	0,028	20,9	20,8
6	500	50	49,995	0,005	0,010	20,9	20,8
7	750	75	74,992	0,008	0,011	20,9	20,8
8	1000	100	99,987	0,013	0,013	21,0	20,8
<b>2 серия</b>							
1	0	0	0,01	-0,01	-	21,1	20,9
2	20	2	2,001	-0,001	-0,050	21,1	20,9
3	50	5	4,994	0,006	0,120	21,1	20,9
4	100	10	9,994	0,006	0,060	21,1	21,0
5	250	25	24,991	0,009	0,036	21,1	21,0
6	500	50	49,991	0,009	0,018	21,1	21,0
7	750	75	74,986	0,014	0,019	21,2	21,0
8	1000	100	99,982	0,018	0,018	21,2	21,1
<b>3 серия</b>							
1	0	0	0,012	-0,012	-	21,4	21,2
2	20	2	2,003	-0,003	-0,150	21,4	21,2
3	50	5	5,004	-0,004	-0,080	21,4	21,3
4	100	10	9,999	0,001	0,010	21,4	21,3
5	250	25	24,997	0,003	0,012	21,5	21,3
6	500	50	49,992	0,008	0,016	21,5	21,3
7	750	75	74,991	0,009	0,012	21,5	21,3
8	1000	100	99,987	0,013	0,013	21,5	21,4

Поверитель



О.С. Витковский



## Приложение Д

Протокол № 04-01

**Объект калибровки:** Калиброванный объем.

**Представител:** ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева" НИО 231 - научно-исследовательский отдел государственных эталонов в области измерений давления

Калибровка выполнена с помощью	Калибровка произведена с применением набора эталонных гирь 1-го разряда (1 г – 500 г) F <sub>2</sub> №18225487/2; Компаратора массы XR2004S Precision фирмы «Mettler-Toledo GmbH» №1129423842
Условия калибровки	Температура окружающего воздуха 20±2 °С. Изменение температуры в помещении в течение 1 часа за период проведения измерений не более 0,2 °С. Относительная влажность 50,0±5 %

**Метод калибровки:** Заклошение калиброванного объема спиртом, измерение массы спирта заключенного в калиброванном объеме.

Результаты измерений представлены в таблице 1.

Таблица 1.

Дата пров. измерения	пл. воздуха, кг/м <sup>3</sup>	пл. спирта, кг/м <sup>3</sup>	масса пустого, г	масса заполненного, г	Вместимость, м <sup>3</sup>
17.01.2013	1,212061	807,15	624,59128	649,32745	0,03069
21.01.2013	1,196298	807,18	624,58343	649,1607	0,03050
24.01.2013	1,18497	805,77	624,58408	649,186775	0,03057

Среднее значение вместимости калиброванного объема : 30,587 см<sup>3</sup>

Относительная расширенная неопределенность результата измерений : 0,62%

Расширенная неопределенность получена путем умножения стандартной неопределенности на коэффициент охвата k=2, соответствует уровню доверия приблизительно равному 95% при допущении нормального распределения. Оценивание неопределенности проведено в соответствии с «Руководством по выражению неопределенности измерений (GUM)».

Исполнитель



Ю. И. Каменских

« 01 » февраля 2013 г.

## Приложение Е

### Технические характеристики ионизационного вакуумметра АIGX

<b>ТЕХНИЧЕСКИЕ ДАННЫЕ</b>			
Диапазон измеренных давлений	$0,6 \times 10^{-4} - 0,6 \times 10^{-9}$ мбар ( $5 \times 10^{-2} - 5 \times 10^{-10}$ Торр)	Дегазация	Дегазация автоматически отключается при достижении давления $1,33 \times 10^{-5}$ мбар ( $1 \times 10^{-4}$ Торр), при этом таймер дегазации продолжает отсчет. Дегазация автоматически включается, если давление снизится до $4 \times 10^{-6}$ мбар ( $3 \times 10^{-5}$ Торр), и таймер не звонит отчет.
Напряжение питания	+14,5 – +30 В постоянного тока (пульсация: 1 В максимум)	Регулировки	Датчик полностью готов к работе (калибровка произведена на заводе)
Потребляемая мощность	Режим работы: 7 Вт (макс) Дегазацин: 14 Вт (макс)	Предусловия (комплекс транзистора открыт) Внимание: только для "S" версии	
Выходной сигнал	Линейный 1В/декаду	Максимальное напряжение	30 В постоянного тока
Время отклика	$> 1,33 \times 10^{-5}$ мбар ( $> 10^{-4}$ Торр) -100 мс $< 1,33 \times 10^{-8}$ мбар ( $< 10^{-6}$ Торр) -1-2 мс	Максимальный ток	100 мА
Особенности измерительной трубки		Температурный диапазон	Рабочая температура 0 – +40°C Температура хранения -30 – +70°C
Относительная погрешность*	Типичная $\pm 15\%$ при считывании (улучшается при дополнительной калибровке)	Внешний интерфейсный разъем	"S" версия 8 контактный FCC68RJ45 "D" версия 9 контактный (D-3UB)
Повторяемость	$\pm 5\%$	Интерфейсные кабели	
Катоды	Иттрий, покрытый иридием, взаимозаменяемые.	"S" версия	При использовании контроллера фирмы Edwards или блока питания 24 В, максимальная длина кабеля составляет 30 м (более низкое напряжение снизит длину кабеля)
Дегазация	Электронным ударом в течение 3 мин	"D" версия	Зависимость длины кабеля от площади поперечного сечения проводников и питающего напряжения приведена в таблице ниже.
Ток эмиссии	0,1 мА или 1 мА		
Для "S" версии	Эмиссия выключается автоматически после $1,33 \times 10^{-5}$ мбар ( $10^{-4}$ Торр) для защиты катодов		
Для "D" версии	Ручное управление		
Максимальное превышение давления	10 бар (эбс)		
Материалы, контактирующие с вакуумом	Вольфрам, тантал, платина, покрытия молибденом, иттрий, покрытый иридием, нержавеющая сталь 304L, сверхвысоковакuumное стекло и керамика		
Вакуумные соединения	NW25, DN16CF и DN40CF (фланцы CF вращаются)		
Прогрев	До 200°C (при снятом электронном блоке)		
Диагностика (ошибка/состояние – выходные сигналы с датчика) Внимание: при ошибке, требуется ручной перезапуск датчика			
Версия датчика	"S"	"D"	
Отключение эмиссии (питание подключено, а эмиссия нет)	8,0 В	10,0 В	
Ошибка эмиссии (т.е. выбранный катод вышел из строя)	9,5 В	10,0 В	
Отключение при повышенном давлении (защита датчика от включения, при давлении, превышающем атмосферное)	8,7 В	10,0 В	
Диагностика (ошибка/состояние – светодиодная индикация)			
Питание подключено, а эмиссия нет	Желтый		
Установка эмиссии	Зеленый/желтый (попеременно)		
Рабочий режим	Зеленый		
Дегазация	Мигающий зеленый		
Давление выше допустимого	Красный		
Ошибка эмиссии	Мигающий красный		
Защита			
Отключение при превышении давления	Датчик автоматически выключается при давлении $0,6 \times 10^{-3}$ мбар ( $> 5 \times 10^{-2}$ Торр) для исключения датчика, если нужно перезапустить		
		Вос	NW25 DN16CF DN40CF "S" и "D" версия 260 г 300 г 510 г
		Стандарты	Электробезопасность EN 61010-1 Электромагнитная совместимость EN 61325 помехоустойчивость класс В Степень защиты от воздействия окружающей среды IP30
		Рекомендуемые контроллеры	Контроллеры ADC обычная и расширенная версии. Контроллеры TIC.
		Назначение контактов	"S" версия "D" версия
		Вызывк датчика	7 1
		Питание (общий)	2 2
		Выходной сигнал	3 3
		Питание (+)	1 4
		Блокировка	8 -
		Состояние дегазации	- 5
		Вызывк дегазации	6 6
		Сигнал (общий)	5 7
		ID резистор	4 -
		Выбор тока эмиссии	- 8
		Состояние эмиссии	- 9
		*Погрешность, уменьшается на концах диапазона измерений	

## Приложение Ж

### Технические характеристики вязкостного вакуумметра SRG-2CE


#### Глава 1. Описание

#### **Технические характеристики**

Диапазон измерений, Па (мбар)	$5 \cdot 10^{-9} \dots 10^2$ ( $5 \cdot 10^{-7} \dots 1$ )
Пределы допускаемой относительной погрешности, %	
• в диапазоне $5 \cdot 10^{-6} \dots 1$ Па стандартное исполнение	$\pm(10 \dots 5)$
по специальному заказу	$\pm(5 \dots 1,3)$
• в диапазоне $1 \dots 100$ Па	$\pm 10$
Выходной сигнал, В	$0 \dots 10$ ; линейная или логарифмическая шкала
Параметры электропитания	260 VAC; 50 - 440 Гц
Потребляемая мощность, В·А, не более	85
Порог чувствительности, Па (мбар), не более	$1 \cdot 10^{-8}$ ( $1 \cdot 10^{-7}$ )
Стабильность, не более	1 % в 1 год.
Индикация единиц измерений давления	Па, мбар или торр* (по выбору пользователя).
Скорость измерения:	Регулируется в диапазоне от 1 с до 60 с
Концевые выключатели:	2 SPDT реле, регулируемые. Макс. нагрузка 120 В/1 А; 25 В / 2 А
Выход монитора:	Разъем BNC для осциллографа.
Интерфейс:	RS232
Линейный плавкий предохранитель:	$2 \times 2 \text{ A}$ (2P)
Корпус под стойку:	19"- рама; 2 HE; глубина приблизительно 380 мм, с учетом радиуса изгиба кабеля
Измерительная головка SRG-SH 700:	Корпус из нержавеющей стали; макс. рабочая температура: 65°C
Фланец SRG - BF:	DN 40 CF, макс. рабочая температура до 400 °C; нержавеющая сталь
Сфера (Шар, Ротор):	Нержавеющая сталь 1.4034, диаметр: 4,5 мм, плотность: 7,70 г/см <sup>3</sup>
Частота вращения:	405...810 Гц с возможностью настройки
Масса, кг, не более	электроника 5,3 кг; измерительная головка 0,6 кг; фланец 0,5 кг
Средний срок службы, лет	10
Степень защиты	IP 54
Условия эксплуатации:	
• диапазон рабочих температур окружающего воздуха, °C	10...40
• относительная влажность воздуха, %, не более	30...80
• атмосферное давление, кПа	84...106

## Приложение И

### Технические характеристики течеискателя MS 40




<b>Технические данные течеискателей MS40</b>	
<i>Минимальный регистрируемый поток газа:</i>	
Прямоток	$1 \times 10^{-12} \text{ м}^3 \cdot \text{Па}/\text{с}$
Противоток, MS40	$1 \times 10^{-11} \text{ м}^3 \cdot \text{Па}/\text{с}$
Противоток, MS40 Dry	$1.6 \times 10^{-10} \text{ м}^3 \cdot \text{Па}/\text{с}$
<i>Время реакции:</i>	
Прямой поток	<2 с
Противоток	<3 с
<i>Диапазон регистрируемых течей:</i>	
Стандартный	$2.7 \times 10^{-4} \dots 1 \times 10^{-12} \text{ м}^3 \cdot \text{Па}/\text{с}$
Со внешним насосом	$1 \dots 1 \times 10^{-12} \text{ м}^3 \cdot \text{Па}/\text{с}$
Методом щупа	до $1 \times 10^{-10} \text{ м}^3 \cdot \text{Па}/\text{с}$
Разрешающая способность	14 для массы 4
<i>Наибольшее давление на входе:</i>	
Грубый режим	Атмосферное (со вспомогательным насосом)
Противоток	1000 Па (7.5 Торр)
Прямоток	13 Па (0,1 Торр)
<i>Время выхода на рабочий режим:</i>	
3 мин.	
<i>Форвакуумный насос:</i>	
MS40	0.7 л/с, пластинчато-роторный
MS40 Dry	7.5 л/с, диафрагменный + бустерный насосы
<i>Высоковакуумный насос:</i>	
60 л/с, турбомолекулярный	
<i>Габариты (высота x ширина x глубина):</i>	
400 x 530 x 360 мм	
<i>Масса:</i>	
MS40	38,5 кг
MS40 Dry	43,6 кг
<i>Электропитание:</i>	
220В 50Гц	

## Приложение К

### Технические характеристики квадрупольного масс-спектрометра

#### HAL 8 RC RGA 51

		Residual Gas Analysers. <b>Specification: 08RGA-01</b> 17 September, 2008
<b>Specification</b>		
Mass Range	:	200 amu , 300 or 510 amu.
Maximum Operating Pressure:		
HALO and HAL/3F	:	$1 \times 10^{-4}$ mbar with Faraday detector.
HAL/3F/PIC	:	$5 \times 10^{-8}$ mbar with pulse ion counting detector.
Resolution:		
HALO and HAL/3F, HAL/3F PIC 510 amu	:	10% Valley between adjacent peaks of equal height throughout the mass range. Software adjustable.
HAL/3F, HAL/3F PIC 300 amu	:	5% Valley between adjacent peaks of equal height throughout the mass range. Software adjustable.
Detector:		
HALO and HAL/3F	:	Twin detector : Faraday cup and electron multiplier detector
HAL/3F PIC	:	PIC: Pulse ion counting single channel electron multiplier
Minimum Detectable Partial Pressure		
HALO	:	$1 \times 10^{-11}$ mbar with Faraday detector. : : : $2 \times 10^{-13}$ mbar with Channelplate detector
HAL/3F	:	$2 \times 10^{-12}$ mbar with Faraday detector : : $2 \times 10^{-16}$ mbar with Channeltron detector
HAL/3F PIC	:	$5 \times 10^{-15}$ mbar with Channeltron detector
Measurement speed:		
Maximum measurement speed	:	500 measurements per second.
Trend Analysis	:	Typically up to 250 measurements per second.
Ion Source:		
HALO and HAL/3F	:	Radially symmetric, UHV compatible ion source.
HAL/3F PIC	:	Low profile ion source, UHV compatible
Filament	:	Twin filament. Oxide coated indium is standard.
Ion Source control	:	Option for HALO. Standard for 3F and 3F/PIC
Electron emission	:	Software variable $1\mu\text{A}$ to 2mA.
Electron energy	:	Software variable 0V to 150 eV
Ion energy	:	Software variable 0V to 10 eV
PC Software	:	MASsoft Professional
Communications to PC:	:	RS232, USB 2.0, 10/100Base-T LAN
RC interface unit I/O	:	5 configurable I/O TTL lines, 2 analog inputs, 2 trip relay outputs, external trip input and over-pressure trip output. : : 3 RS485 (multi protocol) to interface with a wide range of external devices, MFC's for example. : : 8 digital inputs compatible with 5V and 24V logic levels. 8 open collector digital outputs (30V, 500mA max) 4, 8 or 16 channel analog outputs, 0-10V, 14bit (optional).
Power requirement	:	100-240V AC, 50-60Hz, 250VA.

## Приложение Л

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

РОССТАНДАРТ



Федеральное государственное  
унитарное предприятие «Всероссийский  
научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева»

190005, Санкт-Петербург, Московский пр., 19 Тел. (812) 251-76-01, факс (812) 712-01-14  
e-mail [info@vniim.ru](mailto:info@vniim.ru), <http://www.vniim.ru> ОКПО 02566450, ОГРН 1027810219507 ИНН/КПП 7809022120/780901001  
Зарегистрирован в Государственном реестре под № 50001-10

Протокол измерений № 02  
диаметров диафрагмы,  
представленной лабораторией № 2310 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

Измерения проведены в лаборатории № 2512 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» 18 декабря 2012 г. методом оптической микроскопии на микроскопе МКТФ-1 с оптической телевизионной системой ОСТ-1200 в составе ГЭТ 164-2003.

Условия проведения измерений:

- температура окружающего воздуха 20,2 °С;
- относительная влажность окружающего воздуха 60 %;
- атмосферное давление 103,8 кПа.

Изображение поверхности №1 диафрагмы представлено на рис.1. Измерения выполнялись в отраженном свете при увеличении 750 крат.

Изображение поверхности №2 диафрагмы в отраженном свете при увеличении 250 крат представлено на рис. 2.



рис. 1

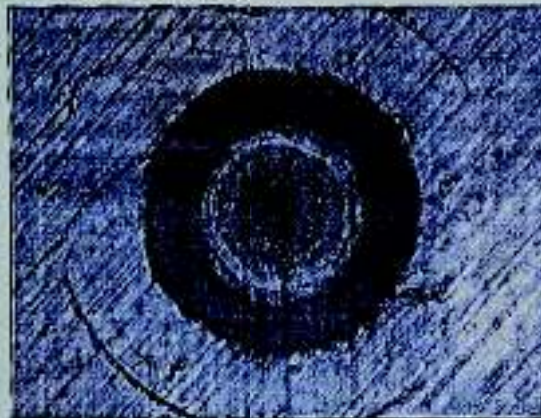


рис. 2

Результаты измерений:

Диаметр отверстия на поверхности №1 диафрагмы  $d_1=9,1$  мкм.

При  $k=2$  расширенная стандартная неопределенность результатов измерений  $U=0,5$  мкм.

Примечание: средний диаметр отверстия на поверхности №2 диафрагмы  $d_2=500$  мкм.

Руководитель отдела геометрических измерений  
Научный сотрудник

К.В. Чекирда  
Е.Б. Брюховицкая

## Приложение М

Протокол № 204-07

Объект калибровки: Бurette №3.

Предоставлен: ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева" НКО 231 - научно-исследовательский отдел государственных эталонов в области измерений давления

Калибровка выполнена с помощью	Калибровка проведена с применением набора эталонных гирь 1-го разряда (1 г – 500 г) В <sub>2</sub> №18225487/2; весов XР504 фирмы «Mettler Toledo» №1127273693
Условия калибровки	Температура окружающего воздуха 20-2 °С. Изменение температур в помещении в течение 1 часа за период проведения измерений не более 0,2 °С. Относительная влажность: 50,0±5 %

**Метод калибровки:** Заполнение бюретки дистиллированной водой до уровня нанесенных рисок, измерение массы дистиллированной воды заключенной в калибровочном объеме.

Результаты измерений представлены в таблицах 1-3.

Таблица 1.

риска	пл. воздуха, кг/м <sup>3</sup>	пл. воды, кг/м <sup>3</sup>	масса заполненного, г	Вместимость по риске, м <sup>3</sup>
30,00	1,187412	997,620	0	0,00000
25,00	1,187412	997,620	5,0269	0,00501
20,00	1,187412	997,620	10,0794	0,01011
15,00	1,187412	997,620	15,1275	0,01518
10,00	1,187412	997,620	20,169	0,02024
5,00	1,187412	997,620	25,0474	0,02513
0,00	1,187412	997,620	29,9846	0,03009

Таблица 2.

риска	пл. воздуха, кг/м <sup>3</sup>	пл. воды, кг/м <sup>3</sup>	масса заполненного, г	Вместимость по риске, м <sup>3</sup>
30,00	1,187412	997,620	0	0,00000
25,00	1,187412	997,620	4,975	0,00499
20,00	1,187412	997,620	9,9271	0,00996
15,00	1,187412	997,620	14,9765	0,01503
10,00	1,187412	997,620	20,1029	0,02017
5,00	1,187412	997,620	25,0502	0,02514
0,00	1,187412	997,620	29,8679	0,02997

Таблица 3.

риска	пл. воздуха, кг/м <sup>3</sup>	пл. воды, кг/м <sup>3</sup>	масса заполненного, г	Вместимость по риске, м <sup>3</sup>
30,00	1,187412	997,620	0	0,00000
25,00	1,187412	997,620	4,9762	0,00499
20,00	1,187412	997,620	9,9644	0,01000
15,00	1,187412	997,620	15,1226	0,01517
10,00	1,187412	997,620	20,2149	0,02028
5,00	1,187412	997,620	24,9982	0,02508
0,00	1,187412	997,620	30,0377	0,03014

Среднее значение вместимости бюретки по рискам, см<sup>3</sup>

риска	СРЕДНЕЕ
30,00	0,00000
25,00	0,00501
20,00	0,01002
15,00	0,01513
10,00	0,02023
5,00	0,02512
0,00	0,03007

Относительная расширенная неопределенность результата измерений : 1,42%

Расширенная неопределенность получена путем умножения стандартной неопределенности на коэффициент охвата  $k=2$ , соответствует уровню доверия приблизительно равному 95% при допущении нормального распределения. Оценивание неопределенности проведено в соответствии с «Руководством по выражению неопределенности измерений (GUM)».

Исполнитель



Ю. И. Каменских

« 22 » февраля 2013 г



## Приложение Н

Протокол № 04-03

**Объект калибровки:** Бюретка №1.

**Представлен:** ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева" НИО 231 - научно-исследовательский отдел государственных эталонов в области измерений давления

Калибровка выполнена с помощью	Калибровка произведена с применением набора эталонных гирь 1-го разряда (1 г – 500 г) E <sub>2</sub> №18225487/2; весов XP504 фирмы «Mettler Toledo» №1127273693
Условия калибровки	Температура окружающего воздуха 20±2 °С. Изменение температуры в помещении в течение 1 часа за период проведения измерений не более 0,2 °С. Относительная влажность 50,0±5 %

**Метод калибровки:** Заполнение бюретки дистиллированной водой до уровня нанесенных рисок, измерение массы дистиллированной воды заданной и калибровочном объеме.

Результаты измерений представлены в таблицах 1-3.

Таблица 1.

риск	пл. воздуха, кг/м <sup>3</sup>	пл. воды, кг/м <sup>3</sup>	масса заполненного, г	Емкость по риску, м <sup>3</sup>
60,00	1,187412	997,73	0	0,00000
50,00	1,187412	997,73	9,96702	0,01000
40,00	1,187412	997,73	20,0365	0,02010
30,00	1,187412	997,73	29,9925	0,03009
20,00	1,187412	997,73	39,9744	0,04011
10,00	1,187412	997,73	49,8766	0,05004
0,00	1,187412	997,73	59,6702	0,05987

Таблица 2.

риск	пл. воздуха, кг/м <sup>3</sup>	пл. воды, кг/м <sup>3</sup>	масса заполненного, г	Емкость по риску, м <sup>3</sup>
60,00	1,187412	997,73	0	0,00000
50,00	1,187412	997,73	10,0806	0,01011
40,00	1,187412	997,73	20,1507	0,02022
30,00	1,187412	997,73	30,0992	0,03020
20,00	1,187412	997,73	40,0839	0,04022
10,00	1,187412	997,73	49,9005	0,05007
0,00	1,187412	997,73	59,7528	0,05995

Таблица 3.

риск	пл. воздуха, кг/м <sup>3</sup>	пл. воды, кг/м <sup>3</sup>	масса заполненного, г	Емкость по риску, м <sup>3</sup>
60,00	1,187412	997,73	0	0,00000
50,00	1,187412	997,73	9,947	0,00998
40,00	1,187412	997,73	20,0126	0,02008
30,00	1,187412	997,73	30,1691	0,03027
20,00	1,187412	997,73	40,0032	0,04014
10,00	1,187412	997,73	49,81	0,04998
0,00	1,187412	997,73	59,7186	0,05992

Среднее значение вместимости бюретки по рискам, см<sup>3</sup>

риска	СРЕДНЕЕ
60,00	0,00000
50,00	0,01003
40,00	0,02013
30,00	0,03019
20,00	0,04015
10,00	0,05003
0,00	0,05991

Относительная расширенная неопределенность результата измерений : 1,42%

Расширенная неопределенность получена путем умножения стандартной неопределенности на коэффициент охвата  $k=2$ , соответствует уровню доверия приблизительно равному 95% при допущении нормального распределения. Оценка влияния неопределенности проведена в соответствии с «Руководством по выражению неопределенности измерений (GUM)».

Исполнитель



Ю. М. Каменских

« 22 » февраля 2013 г

## Приложение П

Протокол № 214-04

Объект калибровки: бюретка №2.

Представлен: ФГУП "ВНИИМ им. Д.И. Менделеева" НИО 231 - научно-исследовательский отдел государственных эталонов в области измерений давления

Калибровка выполнена с помощью	Калибровка произведена с применением набора эталонных гирь 1-го разряда (1 г – 500 г) E <sub>1</sub> №18225487/2; весов XR504 фирмы «Mettler Toledo» №1127273693
Условия калибровки	Температура окружающего воздуха 20±2 °С. Изменение температуры в помещении в течение 1 часа за период проведения измерений не более 0,2 °С. Относительная влажность: 50,0±5 %

Метод калибровки: Заполнение бюретки дистиллированной водой по уровням нанесенных рисок, измерение массы дистиллированной воды заключенной в калиброванный объем.

Результаты измерений представлены в таблицах 1-3.

Таблица 1.

риска	пл. воздуха, кг/м <sup>3</sup>	пл. воды, кг/м <sup>3</sup>	масса заполненного, г	Вместимость по риске, м <sup>3</sup>
60,00	1,187412	997,608	0	0,00000
50,00	1,187412	997,608	10,2565	0,01029
40,00	1,187412	997,608	20,2043	0,02027
30,00	1,187412	997,608	30,1093	0,03021
20,00	1,187412	997,608	40,0627	0,04020
10,00	1,187412	997,608	50,0067	0,05018
0,00	1,187412	997,608	59,8872	0,06009

Таблица 2.

риска	пл. воздуха, кг/м <sup>3</sup>	пл. воды, кг/м <sup>3</sup>	масса заполненного, г	Вместимость по риске, м <sup>3</sup>
60,00	1,187412	997,608	0	0,00000
50,00	1,187412	997,608	10,0063	0,01004
40,00	1,187412	997,608	20,2371	0,02031
30,00	1,187412	997,608	30,0331	0,03014
20,00	1,187412	997,608	40,0371	0,04017
10,00	1,187412	997,608	49,889	0,05006
0,00	1,187412	997,608	59,9046	0,06011

Таблица 3.

риска	пл. воздуха, кг/м <sup>3</sup>	пл. воды, кг/м <sup>3</sup>	масса заполненного, г	Вместимость по риске, м <sup>3</sup>
60,00	1,187412	997,608	0	0,00000
50,00	1,187412	997,608	10,1147	0,01015
40,00	1,187412	997,608	20,0793	0,02015
30,00	1,187412	997,608	30,1601	0,03026
20,00	1,187412	997,608	39,9982	0,04014
10,00	1,187412	997,608	49,9784	0,05015
0,00	1,187412	997,608	59,8996	0,06011

Среднее значение вместимости бюретки по рискам, см<sup>3</sup>

риск	СРЕДНЕЕ
60,00	0,00000
50,00	0,01016
40,00	0,02024
30,00	0,03020
20,00	0,04017
10,00	0,05013
0,00	0,06010

Относительная расширенная неопределенность результата измерений : 1,42%

Расширенная неопределенность получена путем умножения стандартной неопределенности на коэффициент охвата  $k=2$ , соответствует уровню доверия приблизительно равному 95% при допущении нормального распределения. Оценивание неопределенности проведено в соответствии с «Руководством по выражению неопределенности измерений (GUM)».

Исполнитель



Ю. Н. Камениских

« 22 » февраля 2013 г

## Приложение Р

### ПАСПОРТ ГОСУДАРСТВЕННОГО ВТОРИЧНОГО (РАБОЧЕГО) ЭТАЛОНА ЕДИНИЦЫ ПОТОКА ГАЗА В ВАКУУМЕ в диапазоне $1,0 \cdot 10^{-12} \dots 1,00 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$ (ГВСТ 49-2-2006)

#### СОСТАВ ГОСУДАРСТВЕННОГО ЭТАЛОНА

Государственный вторичный (рабочий) эталон единицы потока газа в вакууме в диапазоне  $1,0 \cdot 10^{-12} \dots 1,00 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$  (далее – эталон) состоит из комплекса основных и вспомогательных технических средств, приведенных в эксплуатационной документации на эталон.

Таблица 1- Состав эталона

№	Наименование	Тип	Примечание (Номер чертежа *)
1	Измерительный блок с диапазоном измерений $10^{-7} - 1 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$	Жидкостно-механический	231-001
2	Измерительный блок с диапазоном измерений $10^{-9} - 10^{-1} \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$	Кумуляционный	231-002
3	Измерительный блок с диапазоном измерений $10^{-12} - 10^{-5} \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$	Редуктометрический	231-003
4	Специальная аппаратура для создания и поддержания абсолютного давления	-	-

\* Узлы эталона 1-4 изготовлены ЗАО «ИНТЕК АНАЛИТИКА» по чертежам, разработанным ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

#### МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ГОСУДАРСТВЕННОГО ЭТАЛОНА

Диапазон измерений потока газа в вакууме:  $1,0 \cdot 10^{-12} \dots 1,00 \text{ Па} \cdot \text{м}^3/\text{с}$

Суммарная погрешность, характеризующаяся средним квадратическим

отклонением результата измерений ( $S_{\Sigma 0}$ ) при передаче единиц давления, массы, длины и времени от вышестоящих по локальной поверочной схеме эталонов:

- в диапазоне от  $10^{-12}$  до  $10^{-9}$  Па·м<sup>3</sup>/с не более 0,1 - 0,015;
- в диапазоне свыше  $10^{-9}$  до 1 Па·м<sup>3</sup>/с не более 0,015.

Межаттестационный интервал эталона составляет 24 месяца.

#### ГОД ВЫПУСКА И ПРОИЗВОДИТЕЛЬ ГОСУДАРСТВЕННОГО ЭТАЛОНА

Эталон изготовлен в 2006 г. ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» при участии ЗАО «Иптек-Апалитика».

#### МЕСТО И УСЛОВИЯ СОДЕРЖАНИЯ ГОСУДАРСТВЕННОГО ЭТАЛОНА

Эталон содержат и применяют в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, в условиях, соответствующих Правилам содержания и применения эталона ПрС № 231-0032.

#### ОТДЕЛ, ОТВЕТСТВЕННЫЙ ЗА ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ЭТАЛОН

Научно-исследовательский отдел государственных эталонов в области измерений давлений (№ 231) ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», (г. Санкт-Петербург).

Директор  
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»

  
Н.И. Ханов

Руководитель группы НИО 231

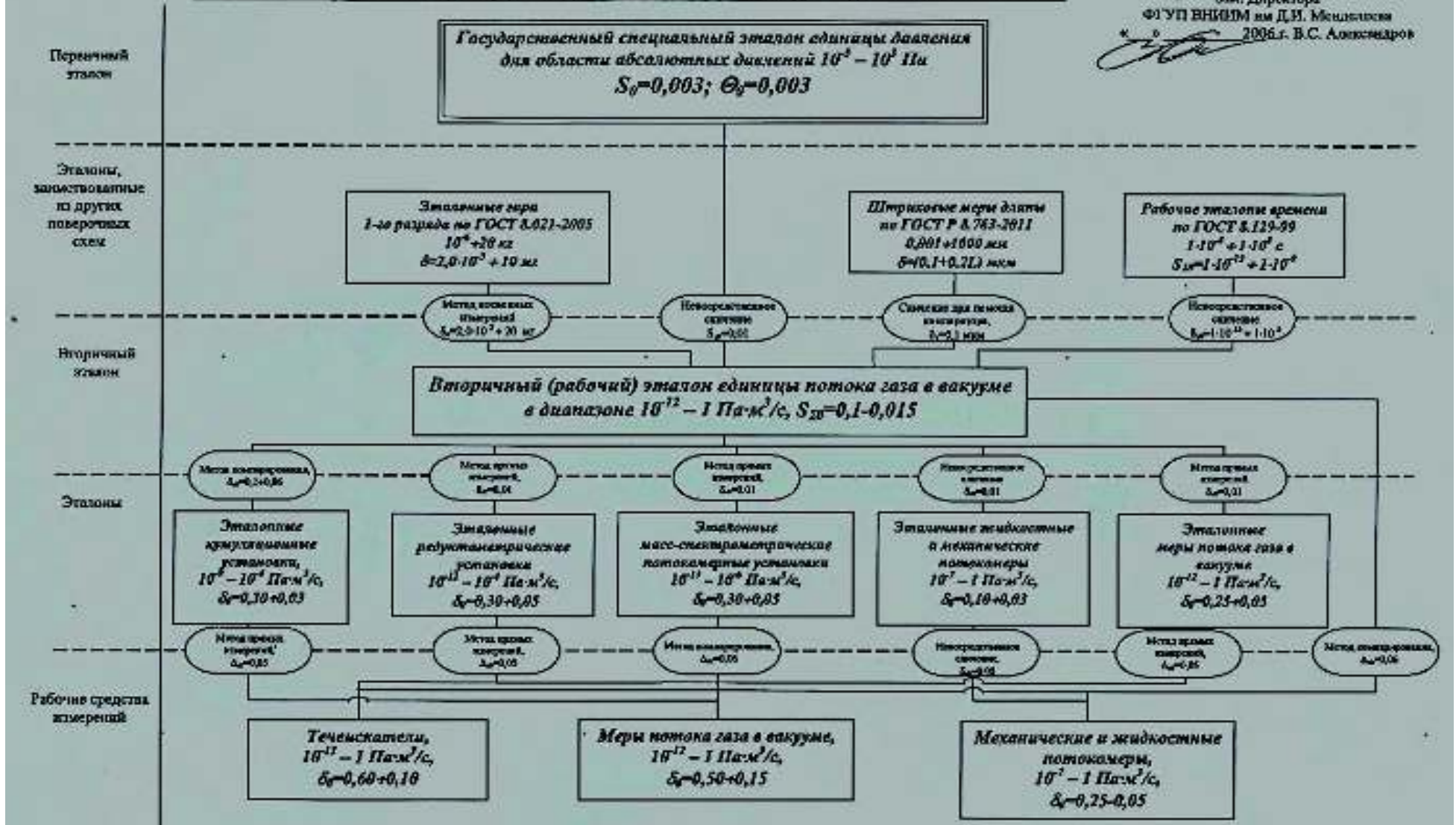
  
А.А. Чернышенко

Эталон утвержден приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от \_\_\_\_\_.

# Приложение С

Локальная поверочная схема для средств измерений потока газа в вакууме в диапазоне  $10^{-13} - 1 \text{ Па}\cdot\text{м}^3/\text{с}$

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



## Приложение Т

Name of NMI: All-Russia D.I. Mendeleev Scientific and Research  
 Institute for Metrology (Vniim) (FGUP "D.I.Mendeleev VNIIM")  
 Russia, St.Petersburg, 190005  
 Moskovsky pr.,  
 19  
 phone: +7 812 251-7601, + 7 812 327-5835. +7 812 315-1153  
 fax: +7 812 713-0114

Leak number: **4414**

Consecutive number	Date of measurement	Time	leak temperature	uncertainty (k=1)	leak rate	Type B uncertainty	Room temperature
	YEAR-MONTH-DAY	HH:MM	K	K	mol/s	mol/s	°C
1	10.07.2008	14.00	296,1	0	4,421E-11	1,09E-13	22,6
2	10.07.2008	14.20	296,1	0	4,385E-11	1,09E-13	22,6
3	10.07.2008	14.45	296,1	0	4,405E-11	1,07E-13	22,7
4	10.07.2008	15.43	296,1	0	4,389E-11	1,08E-13	22,8
5	10.07.2008	16.53	296,1	0	4,366E-11	1,08E-13	22,8
6	10.07.2008	17.15	296,1	0	4,432E-11	1,09E-13	22,8
7	10.07.2008	18.00	296,1	0	4,394E-11	1,09E-13	22,8
		mean	<b>296,1</b>	<b>0</b>	<b>4,399E-11</b>	<b>1,08E-13</b>	
		st.dev.of mean			<b>8,521E-14</b>		
1	14.07.2008	13.40	296,1	0	4,368E-11	1,09E-13	22,7
2	14.07.2008	14.00	296,1	0	4,419E-11	1,09E-13	22,7
3	14.07.2008	14.33	296,1	0	4,417E-11	1,09E-13	22,8
4	14.07.2008	15.20	296,1	0	4,399E-11	1,09E-13	22,8
5	14.07.2008	15.42	296,1	0	4,431E-11	1,07E-13	22,9
6	14.07.2008	16.09	296,1	0	4,396E-11	1,08E-13	22,9
7	14.07.2008	17.01	296,1	0	4,414E-11	1,08E-13	23,0
		mean	<b>296,1</b>	<b>0</b>	<b>4,406E-11</b>	<b>1,08E-13</b>	
					<b>7,824E-14</b>		

**4,403E-11**



## Приложение Ф

Name of NMI: All-Russia D.I. Mendeleev Scientific and Research  
 Institute for Metrology (Vniim) (FGUP "D.I.Mendeleev VNIIM")  
 Russia, St.Petersburg, 190005  
 Moskovsky pr.,  
 19  
 phone: +7 812 251-7601, + 7 812 327-5835. +7 812 315-1153  
 fax: +7 812 713-0114

Leak number: **90001041272**

Consecutive number	Date of measurement	Time	leak temperature	uncertainty (k=1)	leak rate	Type B uncertainty	Room temperature
	YEAR-MONTH-DAY	HH:MM	K	K	mol/s	mol/s	°C
1	18.07.2008	12.00	296,1	0	7,498E-14	1,686E-15	23,4
2	18.07.2008	12.40	296,1	0	7,750E-14	2,174E-15	23,4
3	18.07.2008	13.33	296,1	0	7,496E-14	2,047E-15	23,4
4	18.07.2008	14.08	296,1	0	7,759E-14	2,089E-15	23,5
5	18.07.2008	15.21	296,1	0	7,923E-14	2,147E-15	23,5
6	18.07.2008	16.15	296,1	0	7,912E-14	2,152E-15	23,6
7	18.07.2008	17.00	296,1	0	7,925E-14	2,202E-15	23,6
		mean	<b>296,1</b>	<b>0</b>	<b>7,752E-14</b>	<b>2,071E-15</b>	
		st.dev.of mean			<b>7,159E-16</b>		
1	21.07.2008	13.20	296,1	0	7,765E-14	2,180E-15	23,5
2	21.07.2008	14.20	296,1	0	7,613E-14	2,158E-15	23,5
3	21.07.2008	14.55	296,1	0	7,664E-14	1,920E-15	23,6
4	21.07.2008	15.43	296,1	0	7,935E-14	2,097E-15	23,6
5	21.07.2008	16.21	296,1	0	7,766E-14	2,103E-15	23,6
6	21.07.2008	17.04	296,1	0	7,793E-14	2,098E-15	23,6
7	21.07.2008	17.56	296,1	0	7,934E-14	2,128E-15	23,7
		mean	<b>296,1</b>	<b>0</b>	<b>7,781E-14</b>	<b>2,098E-15</b>	
					<b>4,622E-16</b>		