

## LABORATORIJ ZA METROLOGIJO TLAKA NA INŠTITUTU ZA KOVINSKE MATERIALE IN TEHNOLOGIJE

### LABORATORY OF PRESSURE METROLOGY AT THE INSTITUTE OF METALS AND TECHNOLOGY

**Janez Šetina, Bojan Erjavec, Lidija Irmančnik-Belič**

Inštitut za kovinske materiale in tehnologije, Lepi pot 11, 1000 Ljubljana, Slovenija  
janez.setina@imt.si

*Prejem rokopisa - received: 2001-11-26; sprejem za objavo - accepted for publication: 2001-12-07*

Na Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije (IMT) v Ljubljani je bil v letu 1999 ustanovljen Laboratorij za metrologijo tlaka (LMT). Vizija in naloga laboratorija je, da s svojim znanjem in vrhunsko merilno opremo v slovenskem meroslovnem sistemu prevzame ključno vlogo na področju meroslovja fizikalne veličine tlaka. V LMT lahko zagotovimo sledljivost meritve tlaka na mednarodno raven tako za področje vakuumu od  $10^{-5}$  Pa ( $10^{-7}$  mbar) navzgor kot tudi za višje tlake do 200 MPa (2000 bar). V LMT opravljamo storitve kalibracij vakuumetrov in drugih merilnikov tlaka v industrijski proizvodnji, preskusnih laboratorijih ter za vse druge uporabnike. Za dejavnost kalibracij merilnikov tlaka v območju od 100 Pa do 7 MPa bomo še v letošnjem letu pridobili akreditacijo pri Slovenski akreditaciji.

Posebno pozornost v LMT posvečamo raziskavam na področju znanstvenega meroslovja merljive veličine tlaka. Raziskave so predvsem usmerjene v razvoj horizontalne sledljivosti tlačne tehtnice do slovenskih nacionalnih etalonov osnovnih veličin mednarodnega merskega sistema in razširitev sledljivosti v vakuumsko področje z metodo statične ekspanzije plinov. Raziskujemo tudi meroslovne lastnosti referenčnih vakuumskih etalonov.

Ključne besede: meroslovje tlaka, vakuumsko meroslovje, akreditacija, sledljivost, nacionalni etalon, referenčni etalon

The Laboratory of Pressure Metrology (LMT) at the Institute of Metals and Technology (IMT) plans to become the top-level laboratory in the Slovenian national metrology system for the derived quantity of pressure. The laboratory will provide the international traceability to the highest-level reference pressure standards and dissemination to lower hierarchical levels within the country. The laboratory performs calibrations of pressure gauges by direct comparison with reference gauges. The range of the laboratory's capabilities extends from vacuum at  $10^{-5}$  Pa up to high pressures of 200 MPa. The laboratory has applied for accreditation at Slovenian Accreditation and expects to earn it towards the end of this year. The scope of accreditation will be the calibration of pressure gauges in the range from 100 Pa to 7 MPa.

The laboratory is also active in the field of scientific metrology of the measurable quantity pressure. Research and development work is mainly focused on the development of horizontal traceability of a low-range piston gauge to Slovenian national standards of base quantities of the SI system, the extension of the pressure scale to lower pressures by static expansion in gases and studies of metrological characteristics of vacuum-transfer standards.

Key words: pressure metrology, vacuum metrology, accreditation, traceability, national measurement standard, reference measurement standard

## 1 UVOD

Naloga vsake države je organizirati za svoje potrebe primeren nacionalni meroslovni sistem. V Sloveniji smo organizirali decentraliziran sistem z nacionalnimi merilnimi etaloni, ki so porazdeljeni po različnih meroslovnih laboratorijih. Koordinacija vseh meroslovnih aktivnosti na nacionalni ravni in povezava sistema na mednarodno raven je poverjena Uradu RS za meroslovje. Stebri meroslovnega sistema so akreditirani laboratoriji, ki so nosilci nacionalnih etalonov osnovnih veličin mednarodnega sistema merskih enot SI (Système International d'unités) oziroma zagotavljajo sledljivost drugih izpeljanih veličin na najvišji ravni v državi.

V prvi fazi gradnje sistema nacionalnih etalonov je bila pozornost posvečena osnovnim enotam SI-sistema, ki so najpomembnejše v vsakdanjem življenju. Do sedaj

je Urad RS za meroslovje priznal kot nosilce nacionalnih etalonov naslednje akreditirane laboratorije:

- Laboratorij za maso (LM) Urada RS za meroslovje za nosilca nacionalnega etalona za **maso**
- Laboratorij za metrologijo in kakovost (LMK) v okviru Fakultete za elektrotehniko Univerze v Ljubljani kot nosilca nacionalnega etalona za **termodinamično temperaturo**
- Laboratorij za tehnološke meritve (LTM) v okviru Fakultete za strojništvo Univerze v Mariboru kot nosilca nacionalnega etalona za **dolžino**
- Slovenski institut za kakovost in meroslovje (SIQ) kot nosilca nacionalnega etalona za **električni tok** ter **čas** in **frekvenco**

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

## 2 IZPELJANA MERLJIVA VELIČINA TLAK

Tlak je izpeljana veličina SI-sistema merskih enot, s katero v termodinamiki opisujemo stanje v tekočinah. Tlak je definiran kot sila na enoto površine. V posodi, v kateri imamo tekočino, je tlak sila tekočine na stene posode.

Enota za tlak v SI-sistemu je  $\text{N/m}^2$  in ima tudi svoj simbol: **Pa** (Paskal):  $\text{Pa} = \text{N/m}^2 = \text{m}^{-1}\text{kg}\cdot\text{s}^{-2}$ . Poleg SI-enote je še dovoljena uporaba enote za tlak v tekočinah **bar**. 1 bar je natanko enak 100000 Pa ali  $10^5$  Pa. Dovoljena je tudi uporaba enote milimeter živega stebra (**mmHg**), vendar samo za krvni tlak. 1 mmHg je enak 133,322 Pa.

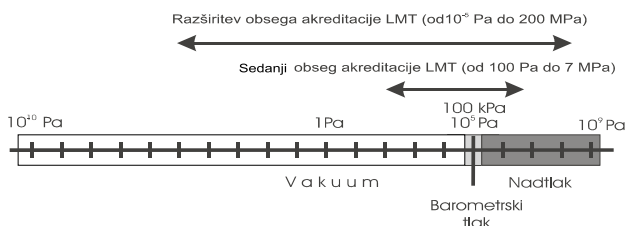
V tehniki pogosto podajajo relativni tlak, to je razliko med tlakoma v posodi in zunanji atmosferi. Če je ta pozitivna, ji pravijo nadtlak, če je negativna, pa podtlak ali vakuum. Ločitev v področji vakuum in nadtlaka je bila uvedena umetno zaradi našega čutnega dojetanja okolice, kjer je tlak atmosfere referenčna vrednost, ki je stalna. V meroslovju sta nadtlak in vakuum isti merljivi veličini - tlak - zato ju v našem laboratoriju obravnavamo enotno.

Tlak je pomembna merljiva veličina v industriji, znanosti in tehniki, zdravstvu, prometu itd. Različna področja tlaka so shematsko prikazana na **sliki 1**. Tehnično zanimivo področje merjenja tlakov se razteza čez 19 velikostnih razredov. Od tega je kar 15 velikostnih razredov v področju vakuum. Ozko območje okrog atmosferskega tlaka imenujemo tudi barometriški tlak. Področje nadtlaka obsega približno štiri velikostne razrede.

## 3 LMT - LABORATORIJ ZA METROLOGIJO TLAKA

Na Inštitutu za kovinske materiale in tehnologije (IMT) v Ljubljani je bil v letu 1999 ustanovljen Laboratorij za metrologijo tlaka (LMT). IMT je javni raziskovalni zavod, kar omogoča dolgoročno stabilnost dejavnosti LMT.

Vizija in naloga laboratorija je, da s svojim znanjem in vrhunsko merilno opremo v slovenskem meroslovnem



**Slika 1:** Tehnično pomembna območja merjenja tlaka in obseg akreditacije za kalibracije merilnikov tlaka v LMT

**Figure 1:** Technically interesting ranges of pressure measurements and the range of the scope of accreditation of LMT

sistemu prevzame ključno vlogo na področju meroslovja fizikalne veličine tlak.

Z naraščajočimi potrebami po zagotavljanju kakovosti v skladu z različnimi mednarodnimi standardi narašča tudi potreba po sledljivih periodičnih kalibracijah merilne opreme. V LMT ponujamo storitve kalibracij vakuumetrov in drugih merilnikov tlaka v industrijski proizvodnji, preskusnih laboratorijih ter za vse druge uporabnike. V LMT lahko zagotovimo sledljivost meritev tlaka na mednarodno raven tako za področje vakuum, od  $10^{-5}$  Pa ( $10^{-7}$  mbar) navzgor, kot tudi za višje tlake do 200 MPa (2000 bar). S tem merilnim območjem in negotovostjo, ki jo lahko dosežemo, zadostimo večini potreb po zagotavljanju sledljivosti v Sloveniji.

### 3.1 Akreditacija LMT

Akreditacija laboratorija pomeni dokazilo njegove strokovne in organizacijske usposobljenosti. Zato smo se takoj ob ustanovitvi odločili, da laboratorij akreditiramo za področje kalibracije merilnikov tlaka. Vpeljali smo sistem kakovosti, ki je v skladu z zahtevami standarda EN 45001, in pri Slovenski akreditaciji (SA) vložili zahtevek za akreditacijo. SA je konec aprila letos v laboratoriju opravila akreditacijsko presojo. V to presojo je SA vključila tujega strokovnega presojevalca iz italijanske akreditacijske službe (SIT), ki je podrobno pregledal in ocenil vse delovne postopke za kalibracije merilnikov tlaka, postopke za izračun merilne negotovosti ter shemo sledljivosti. Podelitev akreditacije pričakujemo še v letošnjem letu, takoj ko bodo znani rezultati mednarodnih medlaboratorijskih primerjav, ki smo se jih udeležili lani in letos. Te medlaboratorijske primerjave bodo formalno potrdile našo usposobljenost in kalibracijske zmogljivosti.

## 4 KALIBRACIJE MERILNIKOV TLAKA V LMT

V LMT izvajamo kalibracije merilnikov tlaka z metodo neposredne primerjave z referenčnimi merilniki ali etaloni. Pri tej metodi v primerno kalibracijsko posodo vpustimo delovno tekočino (plin, hidravlično olje, vodo ...) in s črpalko generiramo želeni tlak.

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

V LMT pri kalibracijah v plinih do 7 MPa kot izvir tlaka uporabljamo čiste pline iz jeklenk. Za kalibracije nad 7 MPa do 200 MPa uporabljamo hidravlično olje.

**Tabela 1:** Merilna območja in najboljše merilne in kalibracijske zmogljivosti referenčnih etalonov v LMT**Table 1:** Measurement range and best measurement capabilities of reference measurement standards of LMT

REFERENČNI ETALONI	Merilno območje	Najboljša merilna zmogljivost (razširjena merilna negotovost s faktorjem $k=2$ )
TT-B Tlačna tehtnica (kapljevinski medij)	5 MPa - 200 MPa	0,01%
TT-A Tlačna tehtnica (plinski medij)	1,4 kPa - 7 MPa	0,008%
QBG Kremenov Bourdonov manometer	100 Pa - 110 kPa	0,012%
CDG-1K Kapacitivni membranski vakuummeter	1 Pa - 1,4 kPa	0,66%
SRG-A Viskoznostni vakuummeter z lebdečo kroglico	$10^{-5}$ Pa - 1 Pa	1,6%

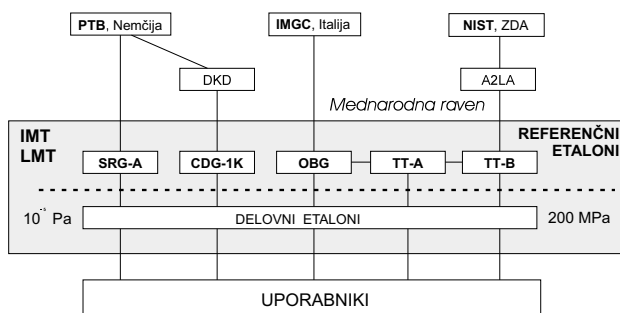
Pri kalibracijah v vakuumskem področju z vakuumsko črpalko najprej odčrpamo zrak iz posode in nato vpustimo čist plin (navadno dušik) do zelenega tlaka. V LMT uporabljamo za kalibracije več različnih vakuumskih sistemov glede na področje tlaka.

#### 4.1 Etalonski merilniki tlaka LMT

Primarni etaloni za tlak so taki merilni sistemi, pri katerih je vzpostavljena sledljivost neposredno do osnovnih veličin SI-sistema in omogočajo merjenje tlaka z najmanjšo merilno negotovostjo. V našem laboratoriju realiziramo tlačno skalo z referenčnimi etaloni, ki so neposredno ali posredno sledljivi do primarnih etalonov.

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

Pregled referenčnih etalonskih merilnikov tlaka, ki jih imamo v LMT, je podan v **tabeli 1**. Z njimi zajamemo več kot 13 velikostnih razredov tlaka med  $10^{-5}$  Pa in  $2 \cdot 10^8$  Pa, od tega je vakuumskega področja kar za 10 velikostnih razredov.

**Slika 2:** Shema sledljivosti referenčnih in delovnih etalonov LMT do primarnih etalonov v tujih nacionalnih meroslovnih laboratorijih**Figure 2:** Traceability scheme of reference and working measurement standards of LMT to primary standards in national metrology institutions on the international level

#### 4.2 Sledljivost referenčnih in delovnih etalonov LMT

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

### 5 RAZISKOVALNO DELO V LMT

Raziskovalno delo v LMT je predvsem usmerjeno v znanstveno meroslovje tlaka v vakuumskem področju, kjer imamo največ znanja in izkušenj. Aktivnosti bi lahko razdelili v več sklopov:

- aplikativne raziskave metode za generacijo nizkih tlakov z izotermnim razpenjanjem plinov. To je ena od primarnih metod za generacijo kalibracijskih tlakov v področju vakuuma med  $10^{-6}$  Pa in 1 kPa. V prihodnosti v našem laboratoriju načrtujemo gradnjo takšnega sistema;
- temeljne raziskave interakcije plinov s površinami materialov, ki se uporabljajo za gradnjo ultravisokovakuumskih sistemov. Namen teh raziskav je pridobiti potrebno znanje za izgradnjo kalibracijskega sistema za generacijo nizkih tlakov po metodi izotermne ekspanzije. Rezultate raziskav bomo uporabili pri oceni merilne negotovosti sistema in kalibracijskih postopkov;
- meroslovne raziskave za vzpostavitev tako imenovane horizontalne sledljivosti tlačne tehtnice TT-A na slovenske nacionalne etalone za osnovne enote SI-sistema: **dolžino, maso, čas in temperaturo**. Sledljivost bomo nato razširili na celotno tlačno skalo v laboratoriju. S kalibracijo bomo sledljivost TT-A prenesli na kremenov Bourdonov manometer (QBG) in tlačno tehtnico TT-B. S primarno metodo za

generacijo nizkih tlakov z izotermno ekspanzijo lahko razširimo merilno območje QBG oziroma TT-A v vakuumskem področju navzdol do 0,01 Pa. To je dovolj nizko za kalibracijo SRG merilnika, ki ga lahko nato uporabljamo kot referenčni etalon za tlake navzdol do  $1 \cdot 10^{-5}$  Pa;

- raziskave meroslovnih lastnosti referenčnih vakuumskih etalonov, predvsem kapacitivnih membranskih vakuummetrov <sup>1</sup> in viskoznostnih vakuumskih merilnikov z lebdečo kroglico <sup>2</sup> (bilateralni projekt med LMT in National Institute of Standards and Technology iz ZDA). Rezultati teh raziskav bodo omogočili zmanjšanje merilne negotovosti pri diseminaciji merilne sledljivosti v področju vakuuma na sekundarnem nivoju oziroma v industrijskih kalibracijskih laboratorijih. Raziskujemo tudi stabilnost in druge lastnosti hladnokatodnih ionizacijskih merilnikov (Penning, magnetron in invertni magnetron) v področju ultravisokega vakuuma <sup>3,4</sup>;
- razvoj in raziskave novih metod za merjenje zelo majhnih pretokov plinov, merjenja vakuuma v hermetično zaprtih sistemih, meritve difuzije plinov v različnih materialih ter raziskave helijevih permeacijskih normal za kalibracijo helijevih detektorjev netesnosti;

- raziskave fotoemisijjskih tankih plasti. S podjetjem Heimann Opto, Wiesbaden, Nemčija, svetovno znanem na področju vakuumske optoelektronike, sodelujemo pri razvoju in optimizaciji kritičnih faz vakuumske transferne tehnike za serijsko izdelavo kanalnih fotopomnoževalk <sup>5,6</sup>.

## 6 LITERATURA

- <sup>1</sup> J. Šetina, New approach to corrections for thermal transpiration effects in capacitance diaphragm gauges. *Metrologia*, 36 (1999), 623
- <sup>2</sup> J. Šetina, Two point calibration scheme for the linearization of the spinning rotor gauge at transition regime pressures. *J. Vac. Sci. Technol.*, A17 (1999) 2086
- <sup>3</sup> B. Erjavec, J. Šetina, L. Irmančnik-Belič, Comparison of cold-cathode ionization gauge characteristics in ultrahigh vacuum range, *Mater. tehnol.*, 35 (2001) 143
- <sup>4</sup> B. Erjavec, J. Šetina, L. Irmančnik-Belič, Characteristics of a magnetron cold-cathode ionization gauge in the HV and UHV ranges, *Mater. tehnol.*, 35 (2001) 251
- <sup>5</sup> B. Erjavec, Development of vacuum transfer technique for batch processing of channel photomultipliers, *Mater. tehnol.*, 34 (2000) 437
- <sup>6</sup> B. Erjavec, Vacuum problems at miniaturization of vacuum electronic components: a new generation of compact photomultipliers, *Vacuum*, 64, (2001) 15