

# Physikalisch- Technische Bundesanstalt



---

**Методическая  
инструкция  
DKD-R 6-2  
Часть 3**

**Калибровка приборов  
для измерения вакуума**


**Электрические мембранные  
вакуумметры**

---

Выпуск 09/2018

<https://doi.org/10.7795/550.20180828ALRU>



	<p>Калибровка приборов для измерения вакуума          Часть 3: Электрические мембранные вакуумметры  <a href="https://doi.org/10.7795/550.20180828ALRU">https://doi.org/10.7795/550.20180828ALRU</a></p>	DKD-R 6-2 Часть 3	
		Выпуск:	09/2018
		Редакция:	0
		Страница:	2/14

## Немецкая служба калибровки – Deutscher Kalibrierdienst (DKD)

Со дня основания в 1977 году Немецкая служба калибровки DKD объединяет калибровочные лаборатории промышленных предприятий, научно-исследовательских институтов, технических учреждений и контрольно-испытательных организаций. 3 мая 2011 года DKD была создана заново как *технический орган* PTB и аккредитованных лабораторий.


Этот орган носит название "*Немецкая служба калибровки*" (*Deutscher Kalibrierdienst, DKD*) и осуществляет свою деятельность под руководством PTB. Методические инструкции и рекомендации, разработанные DKD, отражают актуальный уровень технического развития в соответствующей области и предоставляются Немецкому органу по аккредитации (DAkkS – Deutsche Akkreditierungsstelle GmbH) для проведения аккредитации калибровочных лабораторий.

DAkkS как правопреемник DKD аккредитует и контролирует аккредитованные калибровочные лаборатории, которые осуществляют калибровку средств измерений и мер для установленных при аккредитации величин и диапазонов измерения. Выдаваемые ими сертификаты калибровки являются подтверждением прослеживаемости к национальным эталонам, которое требуется согласно стандартам серии DIN EN ISO 9000 и DIN EN ISO/IEC 17025.

### Контакт:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB)  
 DKD-Geschäftsstelle  
 Bundesallee 100                      38116 Braunschweig

Абонентский ящик  
 Postfach 33 45                      38023 Braunschweig  
 Телефон секретариата:            +49 531 592-8021  
 Интернет:                              [www.dkd.eu](http://www.dkd.eu)

	<p>Калибровка приборов для измерения вакуума          Часть 3: Электрические мембранные вакуумметры  <a href="https://doi.org/10.7795/550.20180828ALRU">https://doi.org/10.7795/550.20180828ALRU</a></p>	DKD-R 6-2 Часть 3	
		Выпуск:	09/2018
		Редакция:	0
		Страница:	3/14

*Рекомендация для цитирования при указании источника:*

*Методическая инструкция DKD-R 6-2, Часть 3, Калибровка приборов для измерения вакуума – Электрические мембранные вакуумметры, выпуск 09/2018, редакция 0, Национальный метрологический институт Германии, Брауншвейг и Берлин  
 DOI: 10.7795/550.20180828ALRU*

*(Richtlinie DKD-R 6-2, Teil 3, Kalibrierung von Messmitteln für Vakuum – Elektrische Membran-Vakuummeter, Ausgabe 09/2018, Revision 0, Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig und Berlin. DOI: 10.7795/550.20180828AL)*


Документ, включая все его части, защищён авторскими правами и подлежит пользовательской лицензии Creative Commons CC by-nc-nd 3.0 (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/3.0/de/>). В этой связи „некоммерческое использование“ (NC) обозначает, что этот документ запрещено распространять в целях извлечения прибыли, или же делать его достоянием общественности. Разрешается и рекомендуется использовать документ в целях промышленного применения в лабораториях.



Авторы:

Члены Технического комитета DKD *Давление и вакуум* в период с 1999 г. по 2009 г.

Выпущена Национальным метрологическим институтом Германии (PTB) для Немецкой службы калибровки (DKD) и является результатом совместной работы PTB и Технического комитета DKD *Давление и вакуум*.

	<p>Калибровка приборов для измерения вакуума          Часть 3: Электрические мембранные вакуумметры  <a href="https://doi.org/10.7795/550.20180828ALRU">https://doi.org/10.7795/550.20180828ALRU</a></p>	DKD-R 6-2 Часть 3	
		Выпуск:	09/2018
		Редакция:	0
		Страница:	4/14

## Предисловие

Методические инструкции DKD – это прикладные документы к требованиям стандарта DIN EN ISO/IEC 17025. В методических инструкциях описываются технические, технологические и организационные процессы, которые служат образцом для определения внутренних процедур и регламентов в аккредитованных калибровочных лабораториях. Методические инструкции DKD могут быть включены в руководства по менеджменту качества калибровочных лабораторий. Имплементация методических инструкций способствует унификации при обращении с калибруемыми приборами в различных калибровочных лабораториях и повышает стабильность и контролируемость работы калибровочных лабораторий.

Методические инструкции DKD не должны тормозить дальнейшее развитие методов и процессов калибровки. По согласованию с органом аккредитации допускаются отклонения от методических инструкций и внедрение новых процедур, если на это есть технически обоснованные причины.


Настоящая методическая инструкция была разработана уже в 1999 г. Техническим комитетом 06 *Давление и вакуум* в сотрудничестве с РТВ и аккредитованными калибровочными лабораториями. Настоящее переработанное переиздание содержит только обновлённые выходные данные. Настоящее издание идентично по содержанию методической инструкции DAkkS-DKD-R 6-2 Часть 3 (выпуск 2010 г.). Методическая инструкция DAkkS-DKD-R 6-2 Часть 3 будет изъята из обращения Немецким органом по аккредитации DAkkS не позднее 01.01.2021 года.

Выпуск: 1999 г., опубликован Немецкой службой калибровки DKD

1-е переиздание: 03/2002 г., переработано Немецкой службой калибровки DKD

2-е переиздание: 2010 г., переработано Немецким органом по аккредитации DAkkS

3-е переиздание: 2018 г., переработано Немецкой службой калибровки DKD, идентично по содержанию 2-му переизданию

	<p>Калибровка приборов для измерения вакуума          Часть 3: Электрические мембранные вакуумметры  <a href="https://doi.org/10.7795/550.20180828ALRU">https://doi.org/10.7795/550.20180828ALRU</a></p>	DKD-R 6-2 Часть 3	
		Выпуск:	09/2018
		Редакция:	0
		Страница:	5/14

## Содержание

Предисловие.....	4
1 Область применения .....	5
2 Диапазон давления.....	5
3 Эталоны и измерительные устройства.....	5
3.1 Исходные и рабочие эталоны .....	5
3.2 Особенности при использовании поршневых манометров в качестве эталонов.....	6
3.3 Оборудование .....	6
4 Объект калибровки .....	6
5 Калибруемость.....	6
6 Настройка объекта калибровки.....	7
7 Условия окружающей среды .....	8
8 Процедура калибровки .....	8
9 Проведение калибровки .....	8
9.1 Предварительные условия.....	8
9.2 Настройка калибровочных давлений .....	8
10 Оценка, результат калибровки.....	9
10.1 Поправки.....	10
10.2 Тепловая эффузия.....	10
Приложение А.....	11
А.1 Емкостный мембранный преобразователь давления.....	11
А.2 Тепловая эффузия (тепловая транспирация): .....	11
Приложение В.....	12
В.1 Система калибровки .....	12

### 1 Область применения

Электрические мембранные вакуумметры прямого метода измерения давления, напр. ёмкостные, пьезорезистивные и подобные преобразователи для измерения абсолютного давления.

### 2 Диапазон давления


Обычно  $10^{-6}$  мбар до 1000 мбар

### 3 Эталоны и измерительные устройства

#### 3.1 Исходные и рабочие эталоны

Калибровка осуществляется методом прямого сравнения измеренных значений объекта калибровки с измеренными значениями исходного эталона или рабочего эталона. Исходный эталон или рабочий эталон должны иметь прямую или косвенную прослеживаемость к национальному эталону. В качестве эталонов применяют вакуумметры с долговременной стабильностью.

Рабочие эталоны, занесённые в руководство по менеджменту качества лаборатории DKD, калибруются в аккредитованной лаборатории с выдачей сертификата калибровки, в котором указывается расширенная неопределённость измерений при рекомендуемых условиях. На рабочие эталоны требуется разрешение от РТВ. Эталоны могут сильно отличаться по типу конструкции.

	Калибровка приборов для измерения вакуума Часть 3: Электрические мембранные вакуумметры <a href="https://doi.org/10.7795/550.20180828ALRU">https://doi.org/10.7795/550.20180828ALRU</a>	DKD-R 6-2 Часть 3	
		Выпуск:	09/2018
		Редакция:	0
		Страница:	6/14

### 3.2 Особенности при использовании поршневых манометров в качестве эталонов

Вакуумную камеру поршневого манометра (колокол) откачивают до установления предельного остаточного давления (рекомендуется:  $p_{\text{res}} \leq 0,05 \% \cdot p$ ). Необходимо измерить остаточное давление. Калибровочное давление  $p_{\text{kal}}$  определяется из суммы разности давлений  $p_{\text{kol}}$  на поршне и остаточного давления:

$$p_{\text{kal}} = p_{\text{kol}} + p_{\text{res}}$$

Неопределённость остаточного давления должна учитываться при расчёте неопределённости калибровочного давления.

Для откачки колокола желательно использовать специальный насос.

### 3.3 Оборудование

(согласно ISO/CD3567 – состояние: 09/99)


- Объём вакуумной камеры должен быть как минимум в 20 раз больше общего объёма подключённых вакуумметров включая принадлежащие к ним соединительные провода.
- Вакуумная камера должна быть так сконструирована, чтобы отношение поверхности стены к объёму был настолько мал, насколько это практически возможно (в идеальном случае: шар), это отношение не должно превышать значение, заданное прямым круговым цилиндром, длина которого в два раза больше диаметра.
- Соединение между вакуумной камерой и остальной частью вакуумной системы должно быть так сконструировано, чтобы поступающий поток газа не попадал ни на калибруемые вакуумметры, ни на эталоны, ни на ведущие к вакуумметрам отверстия.
- Эталоны и калибруемые вакуумметры должны быть установлены на испытательной камере так, чтобы разность давлений и температур не привела к существенным погрешностям (эквивалентные измерительные соединения). Проводимость соединений трубок между измерительной камерой и вакуумметром должна составлять как минимум несколько литров в секунду для уменьшения эффектов адсорбции и десорбции. Поток газа (подача и откачка) не должен прямо попадать в активную зону вакуумметра.
- Вакуумметры не должны оказывать влияния друг на друга, при необходимости следует предпринять меры предосторожности.
- Чистота газа должна соответствовать максимальному уровню содержания примесей, равному 1 % об.

## 4 Объект калибровки

Электрические мембранные вакуумметры с индикацией и/или аналоговым выходом и/или цифровым интерфейсом.

## 5 Калибруемость

Обработка задания на калибровку предполагает калибруемость (пригодность) объекта калибровки, т.е. текущее состояние объекта калибровки должно соответствовать общепризнанным техническим требованиям и особым требованиям согласно документации производителя. Калибруемость должна устанавливаться путём внешнего осмотра и проверки работоспособности.

	Калибровка приборов для измерения вакуума Часть 3: Электрические мембранные вакуумметры <a href="https://doi.org/10.7795/550.20180828ALRU">https://doi.org/10.7795/550.20180828ALRU</a>	DKD-R 6-2 Часть 3	
		Выпуск:	09/2018
		Редакция:	0
		Страница:	7/14

Внешний осмотр охватывает, напр.:

- внешний осмотр на повреждения (стрелки, маркировки, читаемости показаний, структуры измерительной системы, уплотнительной поверхность), контаминацию и чистоту. Рекомендация: удостовериться дезактивацию у заказчика.
- проверка на наличие документации, необходимой для проведения калибровки (технической характеристики, руководства по эксплуатации).

Проверка исправности охватывает, напр.:

- герметичность объекта калибровки
- электрическое функционирование
- исправность функционирования элементов управления (напр. установка нулевой отметки)
- установочные элементы в заданном положении
- безошибочное протекание процессов самоконтроля и/или самонастройки; при необходимости внутренние опорные значения величины должны считываться с помощью интерфейса данных

Примечание: Если для обеспечения калибруемости необходимо провести ремонтные работы, то эти действия должны обсудить между собой заказчик и калибровочная лаборатория.


В особенности стабильность нулевой отметки является индикатором состояния мембранного вакуумметра. Остатки влажности воздуха или другие остатки, напр., от веществ процесса должны быть полностью удалены из измерительной ячейки объекта калибровки. Это осуществляется путём откачки, при необходимости при помощи отжига.

При необходимости могут быть проведены следующие специальные функциональные испытания:

- a) Многократное заполнение сухим газом до двухкратного или трёхкратного конечного значения, но не выше максимально допустимого давления, с последующей откачкой ниже предела разрешающей способности. Рассеяние индикации нулевой отметки должно лежать в пределах, указанных производителем. При более широком рассеянии или при отсутствии данных от производителя, необходимо решить с заказчиком вопрос калибруемости. Если после каждого цикла происходит сдвиг индикации нуля в одно и то же направление, то объект калибровки не калибруем (напр., вследствие загрязнения, дефекта, напр., потери опорного вакуума).
- b) Запись нулевого сигнала на протяжении 12 ч или более, напр., с помощью самопишущего прибора  $y/t$  или системы регистрации данных. Если температура окружающей среды оказывает влияние на нулевую отметку, то это необходимо также зарегистрировать. На основании спецификации производителя относительно температурного коэффициента можно сделать выводы о температурной стабильности объекта калибровки.

## 6 Настройка объекта калибровки

Перед калибровкой необходимо настроить вакуумметр согласно спецификации производителя или по согласованию с заказчиком (напр. измерительный канал, термостатирование, конфигурация выходного сигнала и т. д.). Юстировки (напр., для

	Калибровка приборов для измерения вакуума Часть 3: Электрические мембранные вакуумметры <a href="https://doi.org/10.7795/550.20180828ALRU">https://doi.org/10.7795/550.20180828ALRU</a>	DKD-R 6-2 Часть 3	
		Выпуск:	09/2018
		Редакция:	0
		Страница:	8/14

линейности, конечного значения) должны осуществляться по согласованию с заказчиком.

## 7 Условия окружающей среды

Калибровку следует проводить при температуре окружающей среды от 20 °С до 26 °С, предпочтительно при 23 °С. Колебание температуры должно при этом составлять не более  $\pm 1$  °С.

## 8 Процедура калибровки

Калибруемые вакуумметры, а также соответствующие исходные и рабочие эталоны присоединяются к вакуумной камере, в которой устанавливается давление. Вакуумная камера должна быть сконструирована так, чтобы давления в точках измерения совпадали до степени, позволяющей проведение сравнений с требуемой точностью.

Пример калибровочной системы приводится в приложении В.

Вакуумметр должен калиброваться по возможности как система (измерительная цепь).

Следует соблюдать монтажное положение, рекомендуемое/предписанное производителем или согласованное с заказчиком.

## 9 Проведение калибровки

### 9.1 Предварительные условия

Перед началом калибровки объекты калибровки и эталоны должны

#### 1. выдержать тепловую стабилизацию

При отсутствии спецификации производителя рекомендуемое время стабилизации составляет:

нетермостатированные приборы: 1 ч  
 термостатированные приборы: 4 ч

#### 2. быть настроены согласно главе 6.

Установка нулевой отметки объекта калибровки и эталона осуществляется в соответствии со спецификацией производителя. При отсутствии этих данных рекомендуется установить остаточное давление, не превышающее 1/10 порога срабатывания (в спецификации производителя зачастую обозначен как разрешающая способность или разрешение) объекта калибровки.


Примечание:

Время для термостатирования может быть дополнительно использовано для откачки и дегазации измерительной ячейки. Это также способствует уменьшению времени по достижению вакуума, необходимого для установки нулевой отметки.

### 9.2 Настройка калибровочных давлений

Если иное не оговорено с заказчиком, то калибровку следует производить как минимум по 10 точкам измерения, равномерно распределённым в диапазоне калибровки. При калибровке нескольких декад следует включить, как минимум, 3 точки калибровки в одной декаде (напр. 1, 2, 5).



	Калибровка приборов для измерения вакуума Часть 3: Электрические мембранные вакуумметры <a href="https://doi.org/10.7795/550.20180828ALRU">https://doi.org/10.7795/550.20180828ALRU</a>	DKD-R 6-2 Часть 3	
		Выпуск:	09/2018
		Редакция:	0
		Страница:	9/14

Регистрация калибровочных значений осуществляется, если не согласовано иное, от наименьшего давления к наибольшему давлению в восходящем направлении. В каждой точке измерения необходимо дождаться установления устойчивого состояния выходных величин объекта калибровки и эталона.

Для контроля стабильности нулевой отметки можно проверить нулевую отметку объекта калибровки после завершения ряда измерений.

## 10 Оценка, результат калибровки

На главные компоненты устройства для измерения давления наносится по калибровочному знаку; в измерительных цепях на каждый прибор наносится калибровочный знак.

В дополнение к требованиям, изложенным в DAkkS-DKD-5, в сертификате калибровки должны быть указаны:


- анализируемый газ
- процедура калибровки (см. DIN 28418 или настоящую методическую инструкцию)
- монтажное положение объекта калибровки
- настройки на объекте калибровки

Сертификат калибровки должен иметь таблицу со всеми результатами измерений, в которой приведены, как минимум, следующие данные:

- калибровочное давление
- сигнал (напр, индикация давления, выходное напряжение постоянного тока) объекта калибровки

Кроме того, сертификат калибровки может содержать следующую информацию:

- погрешности измерений
- относительные погрешности измерений
- дополнительные измеренные значения, расчёты и т.д.

	Калибровка приборов для измерения вакуума Часть 3: Электрические мембранные вакуумметры <a href="https://doi.org/10.7795/550.20180828ALRU">https://doi.org/10.7795/550.20180828ALRU</a>	DKD-R 6-2 Часть 3	
		Выпуск:	09/2018
		Редакция:	0
		Страница:	10/14

### Пример для представления результатов калибровки :

(Датчик давления с диапазоном измерения 10 мбар и сигнальным выходом 2–10 В)

Калибровочное давление мбар	Объект калибровки		Отклонение от номинального значения мбар	Расширенная неопределённость измерений мбар
	Выходной сигнал $U_a$ В	Расчётное давление * мбар		
0,1000	2,084	0,105	0,005	0,0036
0,2008	2,163	0,204	0,003	0,0070
0,5001	2,396	0,495	-0,005	0,0165
1,0220	2,810	1,013	-0,009	0,0304
и т.д.				

\* Расчёт произведён в соответствии со спецификацией производителя:

$$p = (U_a - 2 \text{ В}) \cdot (10 \text{ мбар} / 8 \text{ В})$$

Расширенную неопределённость измерений следует указывать в соответствии с документом DAkkS-DKD-5.

#### 10.1 Поправки

Поправки на измеренное значение должны быть описаны ясно.

Если расширенная неопределённость измерения и отклонение указаны в таблице, то сертификат калибровки должен содержать следующее примечание:

„Расширенная неопределённость измерения относится к показанию объекта калибровки, приведённого в таблице, после того как на это показание была внесена поправка, равная отклонению относительно калибровочного давления“.

#### 10.2 Тепловая эффузия

В большинстве мембранных вакуумметрах для низких диапазонов давлений измерительные ячейки (датчики) нагревают для повышения стабильности. Вследствие этого возникает, как правило, градиент температуры между измерительной ячейкой и вакуумной камерой, и в измерительной ячейке преобладает более высокое давление. В диапазоне < 1 мбар это приводит к систематическому отклонению на несколько (обычно от 3 до 4) процентов. Функциональная зависимость указывается или производителем, или находится путём корректирующего вычисления.

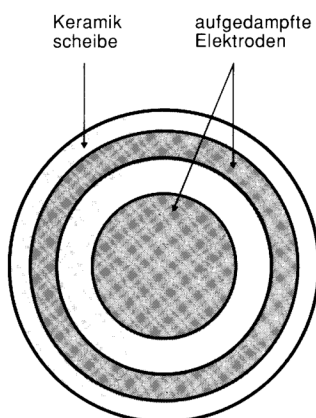
Если в сертификате калибровки указываются исправленные значения, то должна быть чётко указана или описана процедура корректировки.

## Приложение А

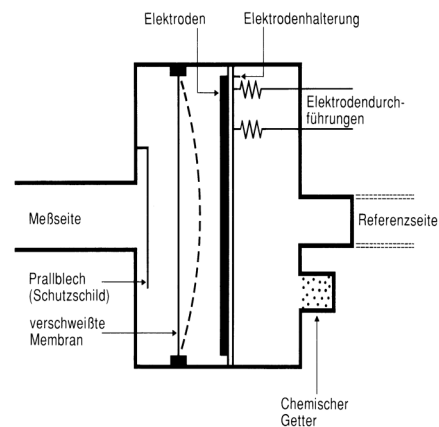
### А.1 Емкостный мембранный преобразователь давления (ёмкостный манометр, ёмкостный вакуумметр)

В измерительной ячейке находится эластичная мембрана. Мембрана делит измерительную ячейку на две камеры, которые герметично отделены друг от друга. Мембрана прогибается в соответствии с применяемым давлением. На малом расстоянии от мембраны, в зависимости от конструкции датчика, находится один или два электрода, которые в виде диска или кольца и диска помещены на изолированном носителе. Мембрана, которая или сама обладает электрической проводимостью, или имеет электропроводящую поверхность, образует с электродом пластинчатый конденсатор (с двумя электродами двойной пластинчатый конденсатор), ёмкость которого зависит от расстояния мембраны до электродов или зависит напрямую от давления. Ёмкость преобразуется в постоянное напряжение, которое линейно давлению.

В датчиках абсолютного давления пространство за мембраной постоянно откачивается, поэтому давление, применяемое перед мембраной, является всегда абсолютным давлением. В дифференциальных датчиках для измерения абсолютного давления пространство за мембраной должно быть откачено настолько, чтобы остаточное давление было меньше предела разрешающей способности.



Керамиксчеibe: керамический диск  
 aufgedampfte Elektroden: напылённый электроды



verschweißte Membran: сварная мембрана  
 Prallblech (Schutzschild): дефлектор (защитный экран)  
 Meßseite: измерительная сторона  
 Elektroden: Электроды, Elektrodenhalterung: держатель электрода  
 Elektroden-durchführungen: Втулки электродные  
 Referenzseite: референсная сторона  
 Chemischer Getter: Геттер химических веществ

**Илл. 1:** Измерительная ячейка

**Илл. 2:** Расположение электродов

### А.2 Тепловая эффузия (тепловая транспирация):

Этот эффект возникает у мембранных вакуумметров с отапливаемой измерительной ячейкой в области молекулярного течения. Вследствие более высокой температуры измерительной ячейки и сопутствующей более высокой скорости движения частиц в измерительной ячейке устанавливается более высокое давление. Давление, при котором этот эффект возникает, зависит от размера частицы типа газа и составляет обычно 1 мбар. Для очень малых давлений отношение давления  $p_M$  в измерительной ячейке к давлению  $p_R$  в вакуумной камере составляет:

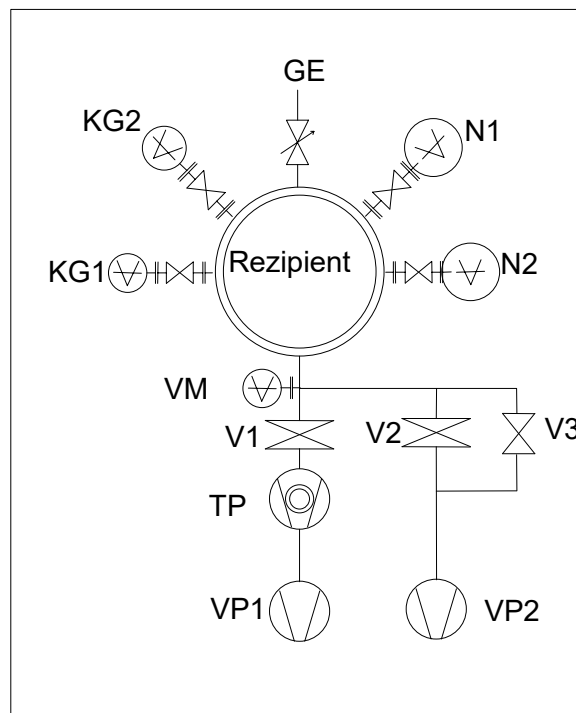
$$p_M / p_R = \sqrt{\frac{T_M}{T_R}}$$

Отклонение в переходной зоне между вязкостным течением и чисто молекулярным течением описывается нелинейной переходной функцией.

## Приложение В


### В.1 Система калибровки

Илл. 3: Пример системы калибровки



Условные обозначения:

- GE Впуск газа
- N 1,2... Исходные эталоны
- KG 1,2... Объекты калибровки
- VM Вакуумметр для индикации остаточного давления, напр. ионизационный манометр или вакуумметр Пирани, при необходимости также для управления насосом
- V1 дроссельный вентиль, с регулируемой проводимостью для динамического регулирования давления между 0,001 и 10 мбар. Если полное запираение невозможно, то дополнительно должен быть предусмотрен запорный вентиль.
- V2 запорный вентиль
- V3 вентиль с малой проводимостью, параллельно V2, для медленной откачки
- TP турбомолекулярный насос
- VP1 форвакуумный насос для TP1
- VP2 насос для предварительной откачки

	<p>Калибровка приборов для измерения вакуума          Часть 3: Электрические мембранные вакуумметры  <a href="https://doi.org/10.7795/550.20180828ALRU">https://doi.org/10.7795/550.20180828ALRU</a></p>	DKD-R 6-2 Часть 3	
		Выпуск:	09/2018
		Редакция:	0
		Страница:	13/14

Эталон и объект калибровки могут быть присоединены фланцами при помощи запорных вентилях. Таким способом можно избежать излишнего заполнения вакуумной камеры при обмене, а также возможна транспортировка вакуумметра под вакуумом. Если необходимо низкое остаточное давление, то возможно потребуется отжиг системы калибровки.



Издатель:

**Physikalisch-Technische Bundesanstalt**  
Deutscher Kalibrierdienst  
Bundesallee 100  
38116 Braunschweig

[www.dkd.eu](http://www.dkd.eu)  
[www.ptb.de](http://www.ptb.de)