

Physikalisch- Technische Bundesanstalt



**Richtlinie
DKD-R 6-2**

**Kalibrierung von
Messmitteln für Vakuum**

Teil 4

Ionisations-Vakuummeter

Ausgabe 09/2018

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



	Kalibrieren von Messmitteln für Vakuum Teil 4: Ionisations-Vakuummeter https://doi.org/10.7795/550.20180828AM	DKD-R 6-2 Teil 4	
		Ausgabe:	09/2018
		Revision:	0
		Seite:	2/12

Deutscher Kalibrierdienst (DKD)

Im DKD sind Kalibrierlaboratorien von Industrieunternehmen, Forschungsinstituten, technischen Behörden, Überwachungs- und Prüfinstitutionen seit der Gründung 1977 zusammengeschlossen. Am 03. Mai 2011 erfolgte die Neugründung des DKD als *technisches Gremium* der PTB und der akkreditierten Laboratorien.

Dieses Gremium trägt die Bezeichnung Deutscher Kalibrierdienst (DKD) und steht unter der Leitung der PTB. Die vom DKD erarbeiteten Richtlinien und Leitfäden stellen den Stand der Technik auf dem jeweiligen technischen Fachgebiet dar und stehen der Deutschen Akkreditierungsstelle GmbH (DAkKS) für die Akkreditierung von Kalibrierlaboratorien zur Verfügung.

Die akkreditierten Kalibrierlaboratorien werden von der DAkKS als Rechtsnachfolgerin des DKD akkreditiert und überwacht. Sie führen Kalibrierungen von Messgeräten und Maßverkörperungen für die bei der Akkreditierung festgelegten Messgrößen und Messbereiche durch. Die von ihnen ausgestellten Kalibrierscheine sind ein Nachweis für die Rückführung auf nationale Normale, wie sie von der Normenfamilie DIN EN ISO 9000 und der DIN EN ISO/IEC 17025 gefordert wird.

Kontakt:

Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB)

DKD-Geschäftsstelle

Bundesallee 100 38116 Braunschweig

Postfach 33 45 38023 Braunschweig

Telefon Sekretariat: (05 31) 5 92-8021

Internet: www.dkd.eu

	Kalibrieren von Messmitteln für Vakuum Teil 4: Ionisations-Vakuummeter https://doi.org/10.7795/550.20180828AM	DKD-R 6-2 Teil 4	
		Ausgabe:	09/2018
		Revision:	0
		Seite:	3/12

Zitiervorschlag für die Quellenangabe:

Richtlinie DKD-R 6-2, Teil 4, Kalibrierung von Messmitteln für Vakuum – Ionisations-Vakuummeter, Ausgabe 09/2018, Revision 0, Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig und Berlin. DOI: <https://doi.org/10.7795/550.20180828AM>

Das Werk einschließlich aller seiner Teile ist urheberrechtlich geschützt und unterliegt der Creative Commons Nutzerlizenz CC by-nc-nd 3.0 (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/3.0/de/>). In diesem Zusammenhang bedeutet „nicht-kommerziell“ (NC), dass das Werk nicht zum Zwecke der Einnahmenerzielung verbreitet oder öffentlich zugänglich gemacht werden darf. Eine Nutzung seiner Inhalte für die gewerbliche Verwendung in Laboratorien ist ausdrücklich erlaubt.



Autoren:

Mitglieder des Fachausschusses *Druck und Vakuum* des DKD in der Zeit von 1999 bis 2009.

Herausgegeben von der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt (PTB) für den Deutschen Kalibrierdienst (DKD) als Ergebnis der Zusammenarbeit der PTB mit dem Fachausschuss *Druck und Vakuum* des DKD.

	Kalibrieren von Messmitteln für Vakuum Teil 4: Ionisations-Vakuummeter https://doi.org/10.7795/550.20180828AM	DKD-R 6-2 Teil 4	
		Ausgabe:	09/2018
		Revision:	0
		Seite:	4/12

Vorwort

DKD-Richtlinien sind Anwendungsdokumente zu den Anforderungen der DIN EN ISO/IEC 17025. In den Richtlinien werden technische, verfahrensbedingte und organisatorische Abläufe beschrieben, die den akkreditierten Kalibrierlaboratorien als Vorbild zur Festlegung interner Verfahren und Regelungen dienen. DKD-Richtlinien können zum Bestandteil von Qualitätsmanagementhandbüchern der Kalibrierlaboratorien werden. Durch die Umsetzung der Richtlinien wird die Gleichbehandlung der zu kalibrierenden Geräte in den verschiedenen Kalibrierlaboratorien gefördert und die Kontinuität und Überprüfbarkeit der Arbeit der Kalibrierlaboratorien verbessert.

Die DKD-Richtlinien sollen nicht die Weiterentwicklung von Kalibrierverfahren und -abläufen behindern. Abweichungen von Richtlinien und neue Verfahren sind im Einvernehmen mit der Akkreditierungsstelle zulässig, wenn fachliche Gründe dafürsprechen.

Die vorliegende Richtlinie wurde vom Fachausschuss 06 Druck und Vakuum in Zusammenarbeit mit der PTB und akkreditierten Kalibrierlaboratorien bereits 1999 erstellt. Die vorliegende geänderte Neuauflage enthält lediglich ein aktualisiertes Impressum. Sie ist inhaltsgleich mit der DAkKS-DKD-R 6-2 Teil 4 (Ausgabe 2010). Die DAkKS wird die DAkKS-DKD-R 6-2 Teil 4 spätestens zum 01.01.2021 zurückziehen.

Ausgabe: 1999, veröffentlicht vom DKD

1. Neuauflage: 03/2002, überarbeitet durch den DKD
2. Neuauflage: 2010, durch die DAkKS
3. Neuauflage: 2018, durch den DKD, inhaltsgleich mit der 2. Neuauflage

Inhalt

1	Geltungsbereich	5
2	Druckbereich	5
3	Normale und Messeinrichtungen	5
3.1	Bezugs- und Gebrauchsnormale.....	5
3.2	Apparatur	5
3.3	Weitere Empfehlungen.....	6
4	Kalibriergegenstand.....	6
5	Kalibrierfähigkeit.....	6
6	Einstellungen des Kalibriergegenstandes	7
7	Umgebungsbedingungen.....	7
8	Kalibrierverfahren	7
9	Durchführung der Kalibrierung.....	7
9.1	Voraussetzungen.....	7
9.2	Einstellen der Kalibrierdrücke.....	8
10.	Auswertung, Kalibrierergebnis	8
Anhang A		9
A.1	Ionisations-Vakuummeter	9
Anhang B		12
B.1	Kalibriersystem	12

	Kalibrieren von Messmitteln für Vakuum Teil 4: Ionisations-Vakuummeter https://doi.org/10.7795/550.20180828AM	DKD-R 6-2 Teil 4	
		Ausgabe:	09/2018
		Revision:	0
		Seite:	5/12

1 Geltungsbereich

- 1.1 Verschiedene Bauarten von Messsystemen mit heißer Kathode
 - 1.1.1 Trioden-Messsysteme
 - 1.1.2 „Hochdruck“-Ionisationsmesssysteme mit heißer Kathode
 - 1.1.3 Bayard-Alpert-Messsystem (Systeme mit dünnem Kollektor)
 - 1.1.4 Bayard-Alpert-Messsysteme mit Modulator
 - 1.1.5 Bayard-Alpert-Messsysteme mit verstecktem Kollektor oder mit Extraktor
- 1.2 Verschiedene Messsysteme mit kalter Kathode
 - 1.2.1 Penning-Messsystem
 - 1.2.2 Invertiertes Magnetron
 - 1.2.3 andere Bauarten mit Feldemitter-Kathode

2 Druckbereich

typisch 10^{-12} mbar bis 1 mbar

3 Normale und Messeinrichtungen

3.1 Bezugs- und Gebrauchsnormale

Die Kalibrierung erfolgt durch direkten Vergleich der Messwerte des Kalibriergegenstandes (KG) mit denen des Bezugsnormals (BN) oder des Gebrauchsnormals (GN), das direkt oder indirekt auf ein nationales Normal rückgeführt ist.

Als Normale werden geeignete Druckmessgeräte wie z.B. Ionisations-Vakuummeter, Gasreibungs-Vakuummeter und Membran-Vakuummeter verwendet. Sie werden in regelmäßigen Abständen kalibriert und sind direkt oder indirekt auf ein nationales Normal rückführbar.

Die in dem Qualitätsmanagement-Handbuch (QMH) des DKD-Laboratoriums dokumentierten Normale werden in einem akkreditierten Labor kalibriert und mit einem Kalibrierschein versehen, in dem die erweiterte Messunsicherheit unter Referenzbedingungen ausgewiesen ist. Die Normale unterliegen der Genehmigung der PTB. Sie können von der Bauart her sehr unterschiedlich sein.

Bei einer Kalibrierung außerhalb dieser Referenzbedingungen sind Korrekturen in der Druckberechnung durchzuführen. Die den Werten der bei der Messung wirksamen Einflussgrößen beizuordnenden Messunsicherheiten sind als weitere Unsicherheitsanteile im Messunsicherheitsbudget zu berücksichtigen.

3.2 Apparatur

(in Anlehnung an ISO/CD3567 – Stand: 09/99)

- Das Volumen der Vakuumkammer sollte mindestens das 20-fache des gesamten Volumens der angeschlossenen Vakuummeter inklusive der dazugehörigen Verbindungsleitungen betragen.
- Die Vakuumkammer sollte so beschaffen sein, dass das Verhältnis von Wandoberfläche zu Volumen so gering wie praktisch möglich ist (Idealfall: Kugel); dieses Verhältnis sollte nicht den Wert überschreiten, der durch einen geraden Kreiszyylinder gegeben ist, dessen Länge gleich dem zweifachen Durchmesser ist.
- Die Verbindung zwischen Vakuumkammer und dem übrigen Teil des Vakuumsystems muss so ausgebildet sein, dass der eintretende Gasstrom weder die zu kalibrierenden Vakuummeter oder die Normale trifft noch die zu den Vakuummetern führenden

	Kalibrieren von Messmitteln für Vakuum Teil 4: Ionisations-Vakuummeter https://doi.org/10.7795/550.20180828AM	DKD-R 6-2 Teil 4	
		Ausgabe:	09/2018
		Revision:	0
		Seite:	6/12

Öffnungen.

- Die Normale und die zu kalibrierenden Vakuummeter müssen so an der Prüfkammer angeordnet sein, dass Druck- und Temperaturunterschiede zu keinen nennenswerten Fehlern führen (äquivalente Messanschlüsse). Der Leitwert der Rohrverbindungen zwischen Messkammer und Vakuummeter sollte mindestens einige Liter pro Sekunde betragen, um den Einfluss von Adsorptions- und Desorptions-Effekten gering zu halten. Der Gasstrom (Einlassen und Abpumpen) darf nicht direkt auf die aktive Zone der Vakuummeter gelangen.
- Der Restgasdruck, d.h. der in der Vakuumkammer ohne Gaseinlass vorhandene Druck darf 10 % des niedrigsten Kalibrierdruckes nicht überschreiten. Soll eine geringere Unsicherheit erreicht werden, muss der Restgasdruck niedriger sein.
- Die Vakuummeter dürfen sich nicht gegenseitig beeinflussen, gegebenenfalls müssen Vorsichtsmaßnahmen getroffen werden.
- Die Reinheit des Gases soll einem maximalen Verunreinigungsgrad von 0,1 Vol.-% entsprechen.

3.3 Weitere Empfehlungen

Bei Verwendung von Turbomolekularpumpen (TP) kann es empfehlenswert sein, die Kompression durch eine Reihenschaltung von zwei Turbomolekularpumpen zu erhöhen, da der Restdruck im Ultrahochvakuumbereich im Wesentlichen aus Wasserstoff (H₂) besteht und die Kompression einer Turbomolekularpumpe für leichte Gase, physikalisch bedingt, relativ gering ist.

4 Kalibriergegenstand

Ionisations-Vakuummeter mit Anzeige und/oder analogem Ausgang und/oder digitaler Schnittstelle.

5 Kalibrierfähigkeit

Die Bearbeitung eines Kalibrierauftrages setzt die Kalibrierfähigkeit (Eignung) des Kalibriergegenstandes voraus, d.h. der momentane Zustand des Kalibriergegenstandes sollte den allgemein anerkannten Regeln der Technik sowie den speziellen Vorgaben gemäß Herstelldokumentation entsprechen. Die Kalibrierfähigkeit ist durch Beschaffenheits- und Funktionsprüfungen festzustellen.

Beschaffenheitsprüfungen umfassen z. B.:

- Sichtprüfung auf Beschädigungen (Zeiger, Beschriftung, Lesbarkeit der Anzeigen, Aufbau des Messsystems, Dichtfläche), Kontamination und Sauberkeit. Empfehlung: Dekontamination vom Auftraggeber bescheinigen lassen.
- Prüfung, ob zur Kalibrierung erforderliche Unterlagen (Technische Daten, Bedienungsanleitung) vorliegen.

Funktionsprüfungen umfassen z. B.:

- Dichtheit des Kalibriergegenstandes
- Elektrische Funktionsfähigkeit
- einwandfreie Funktion der Bedienelemente (z. B. Einstellbarkeit des Nullpunktes)
- Einstellelemente in definierter Stellung
- fehlerfreier Ablauf von Selbsttest- und/oder Selbstjustierungsfunktionen; ggf. sind interne Referenzwerte über EDV-Schnittstelle auszulesen

	Kalibrieren von Messmitteln für Vakuum Teil 4: Ionisations-Vakuummeter https://doi.org/10.7795/550.20180828AM	DKD-R 6-2 Teil 4	
		Ausgabe:	09/2018
		Revision:	0
		Seite:	7/12

Anmerkung: Falls zur Herstellung der Kalibrierfähigkeit Instandsetzungsmaßnahmen erforderlich sind, sollten diese Arbeiten zwischen Auftraggeber und Kalibrierlaboratorium abgesprochen werden.

Insbesondere die Anzeigestabilität und die Reproduzierbarkeit sind wichtige Merkmale für den Zustand des Vakuummeters. Reste von Luftfeuchtigkeit und anderen Rückständen, z.B. von Prozessstoffen, müssen aus der Messzelle des Kalibriergegenstandes entfernt sein. Dies geschieht durch Evakuieren, ggf. unterstützt durch Ausheizen.

6 Einstellungen des Kalibriergegenstandes

Vor der Kalibrierung des Vakuummeters müssen die Einstellungen entsprechend der Herstellerangaben oder nach Absprache mit dem Auftraggeber (z.B. Empfindlichkeit, Emissionsstrom, Messkanal, Anzeigemodus, Konfiguration der elektrischen Ausgangsgröße: linear/logarithmisch usw.) vorgenommen werden.

7 Umgebungsbedingungen

Die Kalibrierung sollte bei einer Umgebungstemperatur von 20 °C bis 26 °C, vorzugsweise bei 23 °C, durchgeführt werden. Die Temperaturschwankungen sollten nicht größer als $\pm 1^\circ\text{C}$ sein.

8 Kalibrierverfahren

Die zu kalibrierenden Vakuummeter und die entsprechenden Bezugs- und Gebrauchsnormale werden an die eine Vakuumkammer (s. 3.2) angeschlossen, in der die Drücke eingestellt werden. Die Vakuumkammer muss so ausgelegt werden, dass die Drücke an den Messstellen so weit übereinstimmen, dass Vergleiche mit der erforderlichen Genauigkeit möglich sind.

Ein Beispiel für ein Kalibriersystem enthält Anhang B.

Das Vakuummeter ist möglichst als Gesamtheit (Messkette) zu kalibrieren.

Die vom Hersteller empfohlene/vorgeschriebene bzw. mit dem Auftraggeber vereinbarte Einbaulage ist zu berücksichtigen. Bei Eintauchsystemen ist die Anschlussgeometrie (Durchmesser, Länge, Form usw. des Anschlussstutzens) mit anzugeben.

9 Durchführung der Kalibrierung

9.1 Voraussetzungen

Vor Beginn der Kalibrierung

- müssen der Kalibriergegenstand und die Normale thermisch eingelaufen sein.
Wenn keine Herstellerangaben erhältlich sind, werden als Stabilisierungszeiten empfohlen:
Heißkathoden-Vakuummeter: ca. 2 h
Kaltkathoden-Vakuummeter: ca. 0,5 h
- gegebenenfalls muss das als Normal eingesetzte Ionisations-Vakuummeter zwecks größerer Stabilität konditioniert werden (z.B. Entgasen bei einem definierten Druck in einer Argon-Atmosphäre).
- müssen der Kalibriergegenstand und die Normale nach Punkt 6 eingestellt sein. Die Einstellungen des Nullpunktes von Kalibriergegenstand und Normal erfolgen gemäß den Herstellerangaben.

	Kalibrieren von Messmitteln für Vakuum Teil 4: Ionisations-Vakuummeter https://doi.org/10.7795/550.20180828AM	DKD-R 6-2 Teil 4	
		Ausgabe:	09/2018
		Revision:	0
		Seite:	8/12

9.2 Einstellen der Kalibrierdrücke

Wenn mit dem Auftraggeber nichts anderes vereinbart wurde, sollen pro Dekade mindestens drei Kalibrierdrücke aufgenommen werden (z.B. 1, 2, 5), insgesamt aber mindestens 10 Kalibrierdrücke.

Die Aufnahme der Kalibrierwerte erfolgt vom kleineren zum größeren Druck in aufsteigender Richtung. An jedem Messpunkt ist abzuwarten, bis sich ein stationärer Zustand der Ausgangsgrößen von Kalibriergegenstand und Normal eingestellt hat.

10. Auswertung, Kalibrierergebnis

Die Hauptbestandteile der Druckmesseinrichtung erhalten je eine Kalibriermarke; bei Messketten erhält jedes Gerät eine Kalibriermarke.

Zusätzlich zu den in DAkkS-DKD-5 enthaltenen Forderungen sind im Kalibrierschein anzugeben:

- Messgas
- Einbaulage des Kalibriergegenstandes
- Einstellungen am Kalibriergegenstand

Nach der Richtlinie DAkkS-DKD-5 können die Messwerte auf verschiedene Weise dargestellt werden. Bei tabellarischer Darstellung muss die Tabelle mindestens enthalten:

- den Kalibrierdruck
- das Signal (z.B. Druckanzeige, Gleichspannungsausgang) des Kalibriergegenstandes

Weiterhin können im Kalibrierschein enthalten sein:

- die Messabweichungen
- die relativen Messabweichungen
- Weitere Messwerte und Berechnungen

Beispiel für eine Darstellung der Kalibrierergebnisse:

Lfd. Nr.	Kalibrierdruck mbar	Anzeige am Kalibriergegenstand mbar	Messabweichung %	Erweiterte Mess- unsicherheit %
1	1,09 E-08	1,15 E-08	5,5	9,2
2	2,03 E-08	2,15 E-08	5,9	8,1
3	5,11 E-08	5,38 E-08	5,3	8,1
4	1,03 E-07	1,10 E-07	6,8	6,1
5	2,00 E-7	1,91 E-07	-4,5	5,9

Die erweiterte Messunsicherheit ist gemäß DAkkS-DKD-5 anzugeben. Am Messwert angebrachte Korrekturen sind eindeutig zu beschreiben.

Werden die erweiterte Messunsicherheit und die Abweichung in der Tabelle angegeben, muss der Kalibrierschein den Hinweis enthalten: „Die erweiterte Messunsicherheit bezieht sich auf die in der Tabelle angegebene Anzeige des Kalibriergegenstandes, nachdem diese um die Abweichung gegenüber dem Kalibrierdruck korrigiert wurde“.

Anhang A

A.1 Ionisations-Vakuummeter

Ionisations-Vakuummeter sind die wichtigsten Messgeräte zum Messen von Gasdrücken in den Bereichen Hoch- und Ultrahochvakuum. Sie messen den Druck indirekt über die druckproportionale Teilchenanzahldichte. In den Sensoren wird das darin befindliche Gas, dessen Druck gemessen werden soll, teilweise ionisiert. Die Ionisation erfolgt durch Elektronen, die im elektrischen Feld beschleunigt werden und dabei genügend Energie erreichen, um bei einem Zusammenstoß mit Gasmolekülen positive Ionen zu bilden. Die Ionen geben ihre Ladung an einer Messelektrode (Ionenfänger, Kollektor) des Sensors wieder ab. Der so erzeugte Ionenstrom (genauer: der zur Neutralisierung dieser Ionen nötige Elektronenstrom in der Zuleitung der Messelektrode) ist ein Maß für den Druck, denn die Ionenausbeute ist im molekularen Bereich proportional der Teilchenanzahldichte und damit dem Druck. Nach der Neutralisierung der Ionen am Kollektor können die Teilchen wieder in die Gasatmosphäre (z.B. Edelgas-Atome) zurückkehren oder an Elektroden oder Wänden haften. In diesem Fall spricht man von der Pumpwirkung des Systems. Die Bildung der Ionen erfolgt entweder durch Stoß mit Elektronen, die von einer Kathode (Glühkathode oder Feldemitterkathode o.ä.) emittiert werden oder in einer Entladung bei hoher elektrischer Feldstärke, einer sogenannten Kaltkathoden-Entladung. Man unterscheidet zwei Arten von Kaltkathoden-Entladungen: Erstens die Penning-Entladung (elektrisches und magnetisches Feld parallel zueinander) und zweitens die Magnetron-Entladung (elektrisches und magnetisches Feld senkrecht zueinander).

Bei sonst gleichbleibenden Bedingungen hängt die Ionenausbeute und damit der Ionenstrom von der Gasart ab, da sich manche Gase leichter ionisieren lassen als andere.

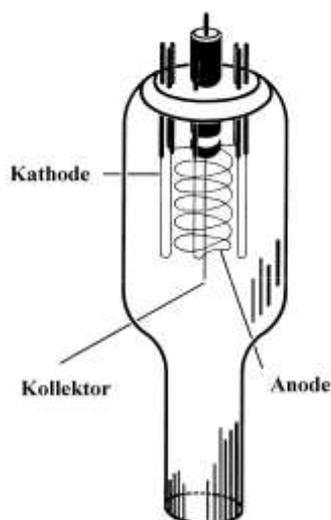


Abb. 1: Heißkathoden-Ionisationsvakuummeter
 Beispiel: Bayard-Alpert-Messsystem

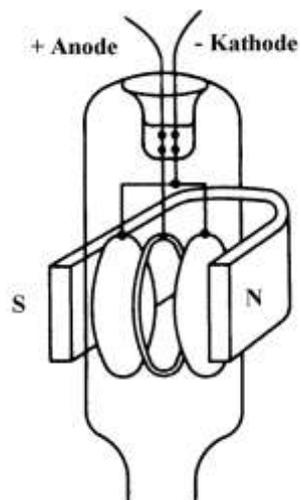


Abb. 2a: Kaltkathoden-Ionisationsvakuummeter
 Penning-Entladung: elektrisches und magnetisches Feld parallel zueinander

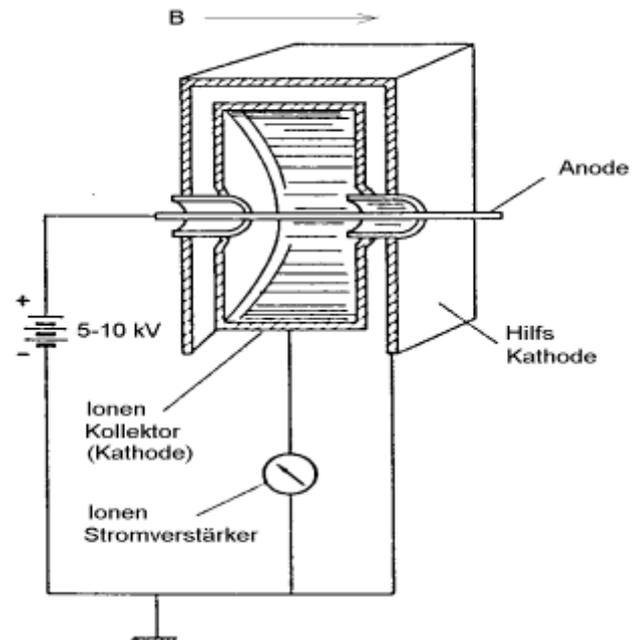


Abb. 2b: Kaltkathoden-Ionisationsvakuummeter
 (invertierte) Magnetronentladung:
 elektrisches und magnetisches Feld
 senkrecht zueinander

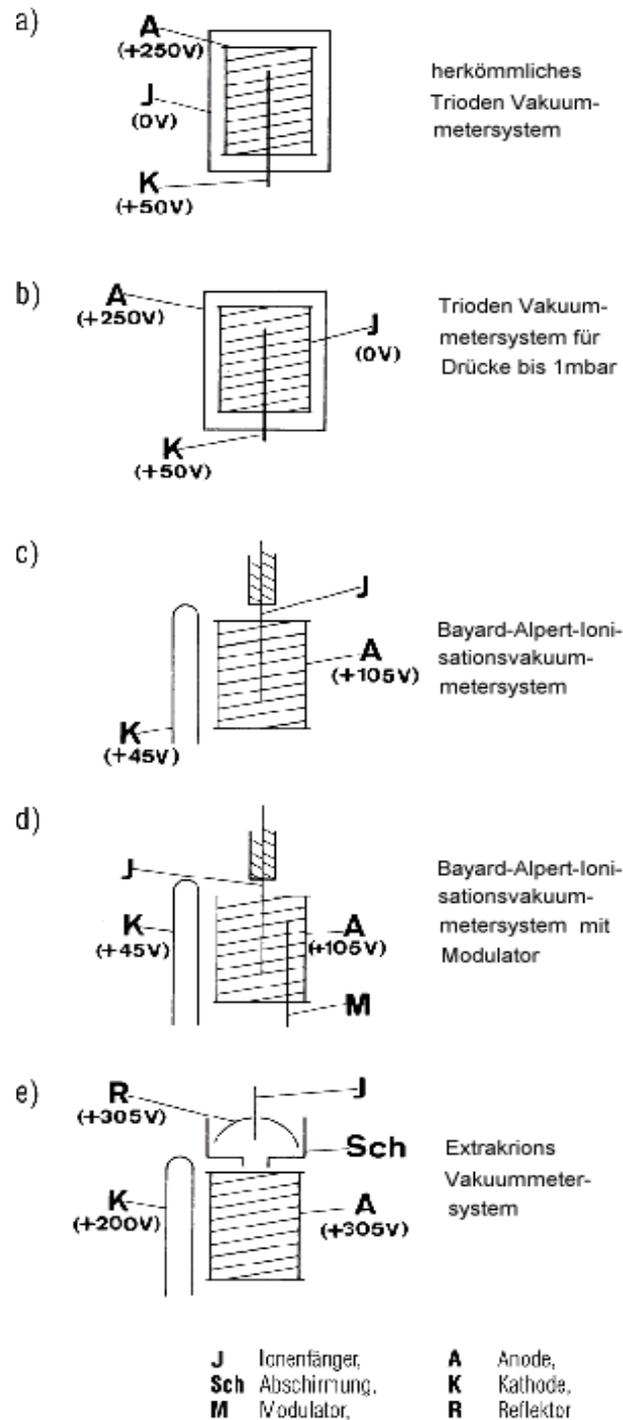
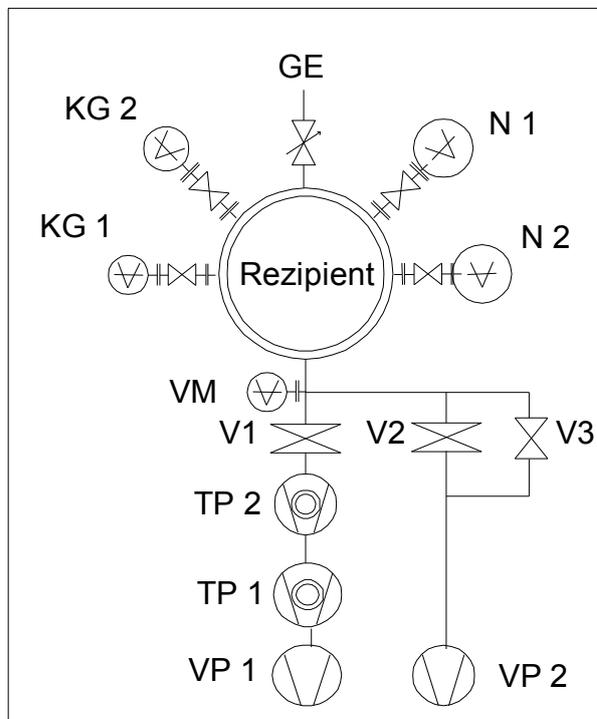


Abb. 3: Elektrodenschema verschiedener Heißkathoden-Ionisationsvakuummeter

Anhang B

B.1 Kalibriersystem

Abb. 4: Beispiel für ein Kalibriersystem



Symbole:

GE Gaseinlass

N 1,2,... Normale

KG 1,2,... Kalibriergegenstände

VM Vakuummeter zur Restdruckanzeige, z.B. Ionisationsmanometer, evtl. auch zur Pumpensteuerung

V1 Drosselventil, Leitwert verstellbar zur dynamischen Druckregelung zwischen 0,001 und 10 mbar. Falls kein vollständiges Absperrventil möglich, muss ein Absperrventil zusätzlich vorgesehen werden.

V2 Absperrventil

V3 Ventil mit kleinem Leitwert, parallel zu V2, für langsames Abpumpen

TP2 Turbomolekularpumpe 2

TP1 Turbomolekularpumpe 1 (zur Erhöhung der Kompression für Wasserstoff)

VP1 Vorpumpe für TP1

VP2 Pumpe zum Vorevakuieren

Wenn niedrige Restdrücke erforderlich sind, kann das Ausheizen des Kalibriersystems notwendig sein.