

Лазерный интерференционный масляный манометр Государственного первичного эталона единицы давления ГЭТ 101–2011

И. В. Садковская¹, А. И. Эйхвальд², Т. А. Эйхвальд¹

¹Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева, Санкт-Петербург, Россия, e-mail: siv@vniim.ru

²Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия, e-mail: eich47@mail.ru

Описаны конструкция, принцип действия и бюджет погрешностей лазерного интерференционного масляного манометра, разработанного во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева и вошедшего в состав Государственного первичного эталона единицы давления ГЭТ 101–2011. Представлены результаты проведённых с применением лазерного интерференционного масляного манометра исследований высокоточных средств измерений давления. Приведены итоги ключевых сличений и международного сотрудничества в области жидкостной манометрии.

Ключевые слова: эталон, лазерный интерференционный масляный манометр, поплавковое демпфирующее устройство, компрессионный манометр, капиллярные явления, эффект термической транспирации, ключевые сличения.

Утверждённый в 2012 г. Государственный первичный эталон единицы давления для области абсолютного давления в диапазоне $1 \cdot 10^{-1}$ – $7 \cdot 10^5$ Па ГЭТ 101–2011 содержит три измерительные установки: лазерный интерференционный масляный манометр (ЛИММ), диапазон измерений которого составляет $1 \cdot 10^{-1}$ – $1 \cdot 10^3$ Па; лазерный интерференционный ртутный манометр (ЛИРМ) с диапазоном $1 \cdot 10^2$ – $1,3 \cdot 10^5$ Па; грузопоршневой манометр с газовой смазкой с диапазоном $7 \cdot 10^3$ – $7 \cdot 10^5$ Па [1].

ЛИММ построен на основе поплавковых демпфирующих устройств (поплавок), изобретённых в 2004 г. во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева [2]. За время, прошедшее после утверждения эталона ГЭТ 101–2011, были проведены работы по совершенствованию конструкции поплавков, накоплен опыт по исследованию с помощью ЛИММ высокоточных средств измерений (СИ) низкого давления. В 2013 г. ЛИММ принял участие в ключевых сличениях ССМ.Р.-К4.2012, по результатам которых проведены дополнительные исследования его метрологических характеристик. В настоящей статье представлены результаты этих работ.

Воспроизведение единицы давления в диапазоне 0,1–1000 Па. До 1980-х гг. в качестве первичных эталонов единицы давления в диапазоне 0,1–1000 Па широко использовали ртутные компрессионные манометры Мак-Леода. В частности, в СССР (во ВНИИМ) был разработан Государственный специальный эталон единицы давления для области абсолютного давления в диапазоне 10^{-3} – 10^3 Па ГЭТ 49–80 [3], основу которого составляли компрессионные манометры Мак-Леода. Указанный эталон обеспечивал воспроизведение единицы давления со средним квадратическим отклонением результата измерений, не превышающим 0,3 %, при неисключённой систематической погрешности (НСП), не превышающей 0,3 %.

Однако возросшие требования к точности воспроизведения единицы давления, сложность эксплуатации и отсутствие

перспективы совершенствования привели к отказу от манометров Мак-Леода в мировой метрологии. Им на смену пришли интерференционные масляные манометры (оптические и ультразвуковые) [4–8] и генераторы давления, действующие на принципе статического расширения газа [9].

Во ВНИИМ исследования с целью разработки масляного манометра с лазерно-интерференционным измерителем разности уровней жидкости были начаты в 1999 г.

Конструкция и принцип действия ЛИММ. Основная проблема разработки оптических интерференционных масляных манометров была связана с вибрационными колебаниями поверхности масла, приводящими к неустойчивости интерференции. В [4–6] для подавления вибрационных колебаний зеркала интерферометра устанавливали под поверхностью масла на глубине не более 2 мм. В результате вязкого трения поверхностные волны в таком тонком слое масла имели достаточно низкую интенсивность, что позволяло проводить интерференционные измерения. Однако это приводило к существенному ограничению сверху диапазона измеряемого давления, например до 6 Па [6]. В начале 2000-х гг. во ВНИИМ было найдено техническое решение задачи демпфирования поверхностных волн масла в U-образном манометре в широких пределах измеряемого давления. Этим решением стало поплавковое демпфирующее устройство, внутри которого масло образует тонкий слой над твёрдым дном чаши поплавок [2]. В процессе эксплуатации ГЭТ 101–2011 поплавковые устройства ЛИММ были усовершенствованы, их современная конструкция представлена на схеме манометра (рис. 1). Поплавок состоит из фторопластовой чаши 3, в которую масло проникает сквозь донные отверстия 11, и стеклянного баллона 2 с фторопластовым стабилизатором 1. Стабилизатор обеспечивает минимальность поперечных смещений поплавок относительно оси колена манометра (около 0,1 мм).

В первоначальной конструкции [2] эту роль выполняли шесть боковых стеклянных ножек, припаянных к стеклянному баллону. Введение фторопластового стабилизатора существенно упростило изготовление поплавка и уменьшило его трение о стенки. Баллон со стабилизатором поддерживают чашу на плаву таким образом, что слой масла 4 внутри неё имеет толщину около 2 мм. Свободные поверхности масла в поплавках служат зеркалами интерферометра Майкельсона 5 с лазерным источником 6. При изменении давления газа от остаточного p_0 до измеряемого p в измерительном колене 10 манометра изменяется разность уровней масла. При этом бегущая интерференционная картина регистрируется двумя фотодиодами 9 в ортогональных поляризациях. В электронном устройстве 8 образуются счётные импульсы (по два импульса на одну интерференционную полосу), которые суммируются реверсивным счётчиком, далее информация передаётся в компьютер 7.

Уравнение измерений ЛИММ имеет следующий вид:

$$p = p_0 + \rho_{20}[1 - \beta(t - 20)]gN(\lambda/4), \quad (1)$$

где p_0 – остаточное давление в сравнительном колене манометра; ρ_{20} – плотность масла при температуре 20 °С; β – температурный коэффициент объёмного расширения масла; t – рабочая температура масла; g – ускорение свободного падения; N – количество сосчитанных импульсов; λ – длина волны лазерного излучения.

Кроме демпфирования поверхностных волн поплавки выполняют ещё одну важную роль – стабилизацию кривизны поверхности масла. В манометрах Мак-Леода эта проблема была одной из основных, определяющих достоверность и точность измерений давления. При радиусе манометрической трубки $R=0,5$ мм и коэффициенте поверхностного натяжения ртути $\sigma=500$ мН/м капиллярное давление (перепад давления на поверхности ртути) составляло $p_{\text{кап}}=2\sigma/R=2000$ Па.

Случайную погрешность измерения давления определяет не значение капиллярного давления, а изменения (шумы) этого давления при перемещении жидкости в трубке манометра. Шумы вызваны нестабильностью краевого угла мениска и, следовательно, радиуса его кривизны R , и не контролируются в рабочих условиях. Именно они определяли случайную погрешность компрессионных манометров Мак-Леода из состава эталона ГЭТ 49–80 [3], которая составляла 0,3 %.

Конструкция поплавка ЛИММ исключает контакт поверхности масла внутри чаши со стенкой трубки, и краевой угол мениска остаётся постоянным. При исследовании ЛИММ проводили прямые измерения радиуса кривизны мениска с помощью интерферометра Майкельсона [10] и было установлено, что $p_{\text{кап}}=41$ мПа, а шумы не превышают 1,4 мПа. Вклад этой величины в случайную погрешность ЛИММ при давлении 1000 Па составляет всего 0,0002 %, что существенно меньше, чем в манометре Мак-Леода.

Метрологические характеристики ЛИММ. В соответствии с разработанными программой и методикой исследований ЛИММ оценены составляющие НСП Θ ($\Delta p/p$, $\Delta g/g$, $\Delta h/h$, p_0) с учётом всех влияющих на эти величины факторов

в процессе проведения измерений. Границы НСП (в абсолютной мере) были вычислены по формуле

$$\Theta = \pm K \left(p \sqrt{\left(\frac{\Delta p}{p} \right)^2 + \left(\frac{\Delta g}{g} \right)^2 + \left(\frac{\Delta h}{h} \right)^2} + p_0 \right), \quad (2)$$

где $K=1,4$ (при доверительной вероятности 0,99).

НСП оценивали с учётом поправок, обусловленных показателем преломления газа в измерительном колене манометра и зависимостью плотности масла от температуры. Зависимость плотности масла от температуры входит в уравнение измерений ЛИММ (1) и имеет вид:

$$\rho = \rho_0 [1 - \beta(t - t_0)].$$

Показатель преломления газа в измерительном колене манометра входит в выражение для определения разности h уровней масла в коленах ЛИММ:

$$h = \frac{N\lambda}{4\cos\alpha} \left[1 - a \left(H + \frac{N\lambda}{8} \right) \right],$$

где H – расстояние от поверхностей масла до оптических окон в обоих коленах в откачанном манометре; a – коэффициент, связанный с показателем преломления газа; α – угол падения лазерных лучей на поверхность масла в манометре.

Бюджет погрешностей ЛИММ представлен в таблице. Граница НСП Θ составила $3,2 \cdot 10^{-3}$ Па + $7,0 \cdot 10^{-5} p$.

Случайная составляющая погрешности ЛИММ была вычислена по результатам многократных измерений абсолютного давления двумя одинаковыми ЛИММ в равномерно распределённых по диапазону точках. Метрологические характеристики ЛИММ определены на основе теоретического анализа и экспериментальных исследований в соответствии с [11–13].

Метрологические характеристики ЛИММ

Диапазон измерений	0,1–1000 Па
СКО	$1,3 \cdot 10^{-3}$ Па
Граница НСП	$3,2 \cdot 10^{-3} - 7,3 \cdot 10^{-2}$ Па
Суммарная стандартная неопределённость u_c	$3,6 \cdot 10^{-3} - 5,4 \cdot 10^{-2}$ Па
Расширенная неопределённость U	$7,2 \cdot 10^{-3}$ Па – $1,1 \cdot 10^{-1}$ Па

Исследование вторичных эталонов с помощью ЛИММ.

В качестве вторичных эталонов, получающих единицу давления от ЛИММ в соответствии с поверочной схемой [14], используют два прецизионных мембранно-ёмкостных вакуумметра Баратрон 698А производства компании MKS Instruments с верхними пределами измерений (ВПИ) 13 и 1333 Па. Приборы этого типа обладают максимальным разрешением (10^{-4} и 10^{-3} Па соответственно) и точностью из всех СИ, представленных на российском рынке в диапазоне 0,1–1000 Па. Производитель указывает, что оценка точности (0,08 и 0,05 % измеряемой величины) включает в себя повторяемость результатов измерений, гистерезис и отступление от линейности зависимости выходного сигнала от давления. При этом линейность характеристики Баратрона реализуется только с учётом влияния эффекта термической транспирации (ЭТТ), а чувствительность подвержена долго-

временному дрейфу (уходу от заводской настройки) [15].

ЭТТ вызван тем, что в вакуумметрах Баратрон 698А применена термостабилизация измерительной камеры при повышенной температуре (45 °С) относительно лабораторной. При давлении ниже 100 Па, когда происходит переход от гидродинамического характера поведения газа к молекулярному, условием механического равновесия газа становится не постоянство его давления по объёму, а равенство нулю молекулярного потока. Как следствие, давление в измерительной камере Баратрона оказывается выше, чем в присоединённой вакуумной системе, имеющей температуру 20–23 °С. Теоретически отношение давлений описывается полуэмпирическими формулами и сложным образом зависит от давления, рода газа, перепада температуры и геометрических параметров вакуумной системы [16]. Практически только калибровка таких Баратронов с помощью первичных эталонов даёт необходимую поправку к их показаниям, учитывающую как ЭТТ, так и отклонение от заводской градуировки.

Исследования прецизионных Баратронов проводили с 1980-х гг. с помощью установок статического расширения газа (NPL) [16] и ультразвукового масляного манометра (NIST) [17]. Разработка ЛИММ позволила провести такие исследования во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева.

На рис. 2 показан результат калибровки с помощью ЛИММ Баратрона 698А.1TRB с ВПИ 13 Па из состава государственного вторичного эталона 2.1.ZZB.0121.2015 в сравнении с теоретически рассчитанной калибровочной кривой по формуле из [16]. Согласно теории отклонение показаний Баратрона от давления в системе, находящейся при температуре 20 °С, составляет 4–1 % измеряемой величины в диапазоне 0,1–10 Па. Реальное отклонение составило на 0,25 % больше.

Опыт исследований и калибровок вакуумметров Баратрон 690А/698А с помощью ЛИММ показал, что практически для всех вакуумметров характерны отклонения их реальных калибровочных кривых от теоретической, достигающие 0,5 %. Поэтому для реализации высокой точности измерений давления необходима калибровка Баратронов с помощью ГЭТ 101–2011 и внесение соответствующих поправок в показания.

Ключевые сличения CCM.P-K4.2012. В 2013 г. ГЭТ 101–2011 принял участие в ключевых сличениях CCM.P-K4.2012 в диапазоне 1–10000 Па. Состав участников и их первичные эталоны: NIST (США) и ВНИИМ им. Д. И. Менделеева (РФ) – интерференционные масляные и ртутные манометры, РТВ (Германия), NMJ (Япония) и CENAM (Мексика) – установки статического расширения газа, СМІ (Чехия) – серийно выпускаемый грузопоршневой манометр с силовой компен-

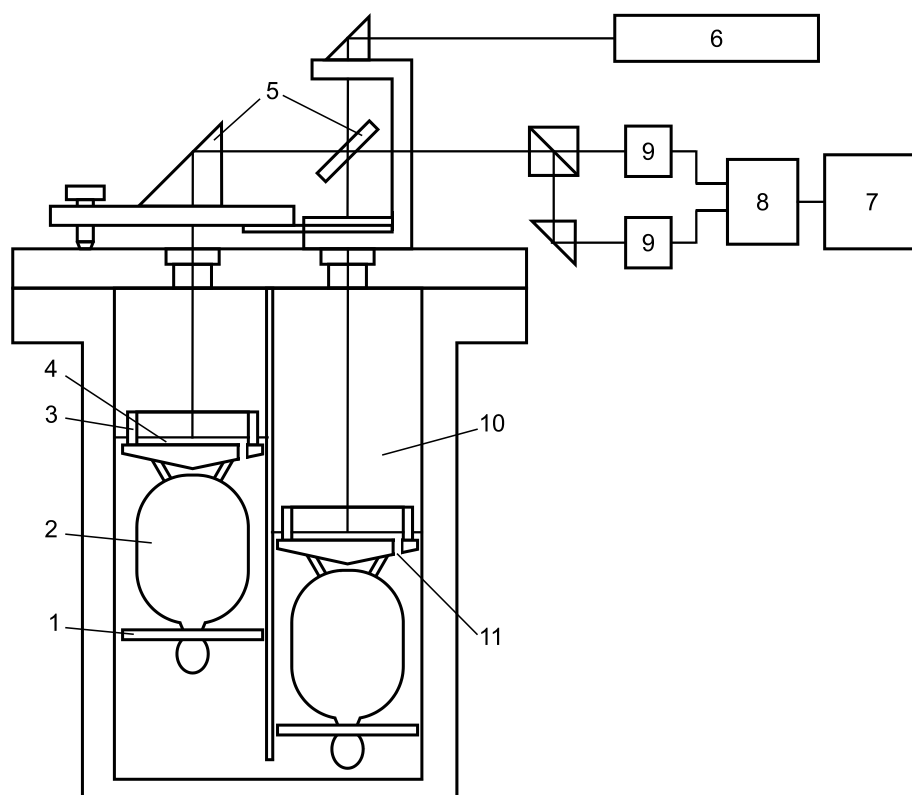


Рис. 1. Схема ЛИММ:

1 – стабилизатор; 2 – стеклянный баллон; 3 – чаша поплавка; 4 – тонкий слой масла; 5 – интерферометр; 6 – лазер; 7 – компьютер; 8 – электронная схема счёта импульсов; 9 – фотодиоды; 10 – измерительное колено манометра; 11 – отверстия для протока масла

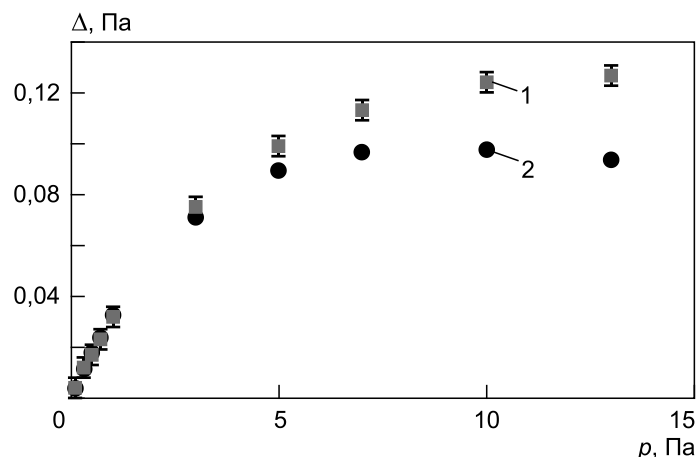


Рис. 2. Калибровочные кривые Баратрона 698А с ВПИ 13 Па:

1 – реальная (калибровка с помощью ЛИММ); 2 – теоретически рассчитанная

сацией FPG 8601. Согласно Протоколу сличений участники производили калибровку возимого устройства сравнения с помощью своих эталонов в точках 1; 3; 10; 30; 100; 300; 1000; 3000; 7000; 10000 Па.

Обработка результатов сличений, проведённая пилотной лабораторией (NIST) [18], показала, что ЛИММ подтвердил заявленные метрологические характеристики по критерию

Бюджет погрешностей ЛИММ

Входная величина	Общий вклад входной величины в суммарную погрешность	Составляющая входной величины	Погрешность составляющей входной величины
ρ	$4,5 \cdot 10^{-5} \rho$	ρ_0 β t	$0,01 \text{ кг/м}^3$ $7 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ $0,01 \text{ }^\circ\text{C}$
g	$1 \cdot 10^{-8} \rho$	—	10^{-7} м/с^2
h	$1,3 \cdot 10^{-3} \text{ Па} + 5,1 \cdot 10^{-6} \rho$	N λ α $1 - a(H + N\lambda/8)$	1 полуполоса $5 \cdot 10^{-11} \text{ м}$ $1 \cdot 10^{-3} \text{ рад}$ $4,6 \cdot 10^{-6}$
ρ_0	$1 \cdot 10^{-3} \text{ Па}$	—	$1 \cdot 10^{-3} \text{ Па}$

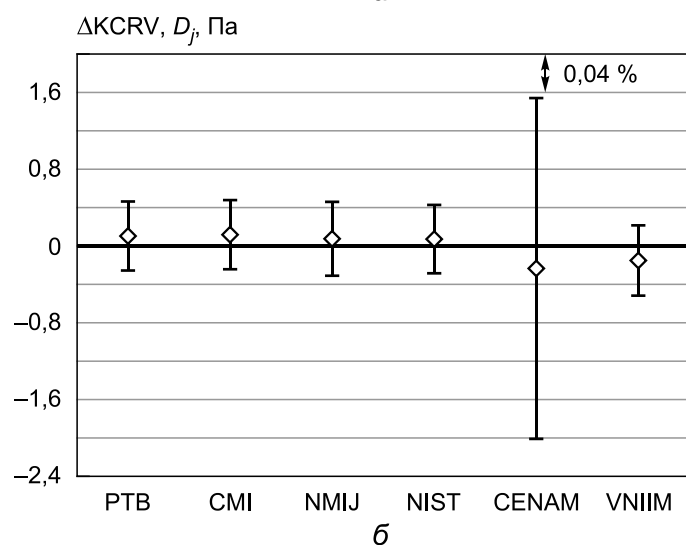
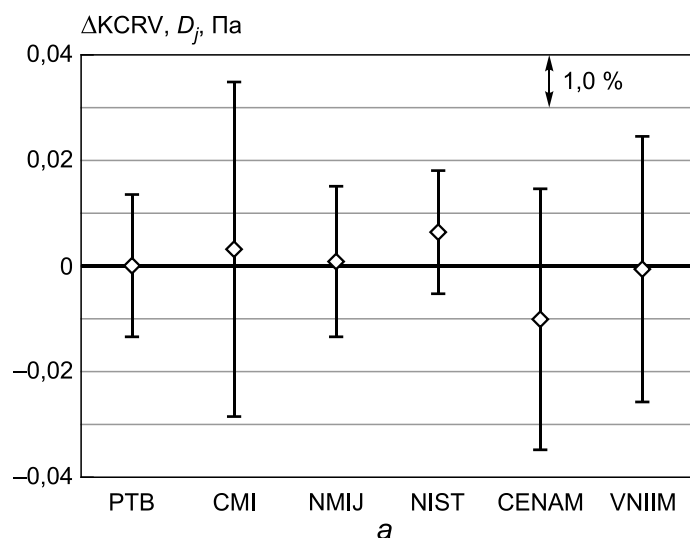


Рис. 3. Результаты ключевых сличений CCM.P-K4.2012. Отклонения эталонов от опорного значения давления (KCRV) в точках 1 Па (а) и 1000 Па (б)

отклонения от опорного значения давления (KCRV). На рис. 3 представлены результаты сличений в точках 1; 1000 Па. Кроме этого оценены результаты по критерию парных межлабораторных сличений. Оценка выявила некоторые расхождения (не более 0,02 %) эталона ВНИИМ с эталонами NIST и CMI при давлениях 300 и 1000 Па, и с эталоном РТВ при давлении 1000 Па [18]. Результаты анализа этих расхождений и проведенных дополнительных исследований рассмотрены далее.

Положительный итог участия эталона ГЭТ 101–2011 в ключевых сличениях позволил ВНИИМ в 2018 г. актуализировать калибровочные и измерительные возможности РФ (строки СМС) в области абсолютного давления. Количество строк СМС, зарегистрированных в базе МБМВ, увеличилось на две за счёт внесения в неё калибровочных и измерительных возможностей, реализуемых ЛИММ и ЛИРМ.

Исследование рабочей жидкости ЛИММ. Результаты ключевых сличений CCM.P-K4.2012 стимулировали проведение в 2016–2017 гг. дополнительных исследований физико-химических свойств рабочей жидкости ЛИММ.

Рабочей жидкостью манометра является вакуумное масло типа ВМ-1 по ОСТ 38.014025-86. Измерение плотности рабочей жидкости с помощью Государственного эталона единицы плотности 3.1.ZZB.0070.2014 производится в условиях, когда масло насыщено растворённым в нём воздухом и находится под атмосферным давлением. В рабочих же условиях масло, подверженное предварительной глубокой дегазации, находится под давлением ниже 1 кПа. Исследования влияния дегазации и понижения давления на плотность масла были проведены совместно с РТВ (Германия) в рамках темы KOOMET 724/RU-a/17. В РТВ по разработанной методике было определено изменение плотности масла ВМ-1 при его обезгаживании. Во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева был разработан лазерный интерференционный пьезометр [19], с помощью которого измерено изменение плотности масла при понижении давления от атмосферного до 1 кПа. В результате установлено, что дегазация увеличивает, а понижение давления уменьшает плотность масла таким образом, что эти эффекты практически компенсируют друг друга [19]. Таким образом, эти факторы не могли быть причиной расхождений, полученных в ключевых сличениях.

В рамках той же темы KOOMET в РТВ была измерена плотность рабочей жидкости ЛИММ и получено значение на 0,02 % меньше, чем используемое в ключевых сличениях в 2013 г. Этот результат, подтвердившийся в 2017 г. при измерении плотности масла во ВНИИМ, позволяет объяснить причину расхождений с эталонами NIST, РТВ и CMI по критерию парных межлабораторных сличений. Окончательно этот вопрос должен быть решён при проведении в 2020 г. сличений ЛИММ с разрабатываемым в РТВ аналогичным манометром.

Закключение. Проведённые исследования подтвердили метрологические характеристики ЛИММ из состава ГЭТ 101–2011. Результаты международных сличений показали, что его точность сопоставима с точностью эталонов ведущих стран мира. ЛИММ позволяет исследовать прецизионные СИ абсолютного

давления, и надёжно обеспечивает единство измерений в области 0,1–1000 Па.

Литература

1. Садковская И. В., Цвелик В. А., Ковальков В. П., Эйхвальд А. И. Новый Государственный первичный эталон единицы давления // Мир измерений. 2012. Т. 2 (132). С. 19–25.
2. Пат. РФ 2 262 677 С1. Лазерный интерференционный масляный манометр / Садковская И. В., Эйхвальд А. И. // Изобретения. Полезные модели. 2005. № 29.
3. ГОСТ 8.107–81. ГСИ. Государственный специальный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений абсолютного давления в диапазоне $1 \cdot 10^{-8}$ – $1 \cdot 10^3$ Па.
4. Thomas A. M., Johnson D. P., Little J. W. Design of an Interferometric Oil Manometer for Vacuum Measurement // The 9th National Vacuum Symposium American Vacuum Society. 1962.
5. Aubry B., Delbart R. Manometre differential interferometrique systeme Peube // Le Vide. 1965. V. 20. № 117. P. 194–199.
6. Poulter K. F., Nash P. J. An interferometric oil micromanometer // Journal of Physics E: Scientific Instruments. 1979. V.12. P. 931–936.
7. Heydemann P. L. M., Tilford C. R., Hyland R. W. Ultrasonic manometers for low and medium vacuum under development at the National Bureau of Standards // J. Vac. Sci. Technol. 1977. V. 14(1). P. 597–605.
8. Yanhua Li, etc. A new primary standard oil manometer for absolute pressure up to 10 kPa // Metrologia. 2015. V. 52. P. 111–120.
9. Poulter K. F. The calibration of vacuum gauges // Journal of Physics E: Scientific Instruments. 1977. V. 10. P. 112–123.
10. Садковская И. В., Эйхвальд А. И. Влияние капиллярных эффектов на точность измерения давления жидкостными манометрами // Измерительная техника. 2005. № 3. С. 24–26.
11. РМГ 91–2009. ГСИ. Совместное использование понятий «погрешность измерения» и «неопределенность измерения». Общие принципы.
12. ГОСТ Р 54500.3-2011/Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008. Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения.
13. ГОСТ 8.381-80. ГСИ. Эталоны. Способы выражения погрешностей.
14. ГОСТ Р 8.840-2013. ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений абсолютного давления в диапазоне $1-1 \cdot 10^6$ Па.
15. Садковская И. В., Эйхвальд А. И. Особенности применения мембранно-емкостных вакуумметров Баратрон при измерении низкого абсолютного давления // Вакуумная техника и технология. 2013. Т. 23 № 1. С. 45–46.
16. Poulter K. F., etc. Thermal transpiration correction in capacitance manometers // Vacuum. 1983. 33 (6). P. 311–316.
17. Miiller A. P. Measurement performance of high-accuracy low pressure transducers // Metrologia. 1999. 36. P. 617–621.
18. J. Ricker, etc. Final report on the key comparison CCM.P-K4.2012 in absolute pressure from 1 Pa to 10 kPa // Metrologia. 2017. V. 54. Tech. Suppl. 07002.
19. Садковская И. В., Эйхвальд А. И., Эйхвальд Т. А. Измерение сжимаемости рабочей жидкости лазерного интерференционного масляного манометра с помощью интерференционного пьезометра низкого давления // Измерительная техника. 2018. № 5. С. 47–49.

Дата принятия: 19.12.2018.

Laser interferometric oil manometer of State primary pressure standard GET 101–2011

I. V. Sadkovskaya¹, A. I. Eikhvald², T. A. Eikhvald¹

¹D. I. Mendeleyev Institute for Metrology (VNIIM), Saint-Petersburg, Russia, e-mail: siv@vniim.ru

²Saint-Petersburg State University, Saint-Petersburg, Russia, e-mail: eich47@mail.ru

The design, the principle of operation and the uncertainties of a laser interference oil manometer, which is part of the primary pressure standard GET 101–2011 developed in VNIIM, are described. The results of studies of high-precision pressure gauges with the use of the manometer are presented. The results of key comparison and international cooperation in the field of liquid manometry are described.

Key words: standard, laser interferometric oil manometer, float damping device, compression manometer, capillary effect, thermal transpiration effect, key comparison.