

Physikalisch- Technische Bundesanstalt



**Richtlinie
DKD-R 6-2**

**Kalibrieren von Messmitteln
für Vakuum**

Teil 5

Wärmeleitungs-Vakuummeter

Ausgabe 09/2018

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



	Kalibrieren von Messmitteln für Vakuum Teil 5: Wärmeleitungs-Vakuummeter https://doi.org/10.7795/550.20180828AN	DKD-R 6-2 Teil 5	
		Ausgabe:	09/2018
		Revision:	0
		Seite:	2/10

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 5: Wärmeleitungs-Vakuummeter https://doi.org/10.7795/550.20180828AN	DKD-R 6-2 Teil 5	
		Ausgabe:	09/2018
		Revision:	0
		Seite:	3/10

Zitiervorschlag für die Quellenangabe:

Richtlinie DKD-R 6-2, Teil 5, Kalibrierung von Messmitteln für Vakuum – Wärmeleitungs-Vakuummeter, Ausgabe 09/2018, Revision 0, Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig und Berlin. DOI: <https://doi.org/10.7795/550.20180828AN>

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 5: Wärmeleitungs-Vakuummeter https://doi.org/10.7795/550.20180828AN	DKD-R 6-2 Teil 5	
		Ausgabe:	09/2018
		Revision:	0
		Seite:	4/10

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 *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 5 (Ausgabe 2010). Die DAkkS wird die DAkkS-DKD-R 6-2 Teil 5 spätestens zum 01.01.2021 zurückziehen.

Ausgabe: 1999, veröffentlicht vom DKD

1. Neuauflage: 12/2007, 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
4. Kalibriergegenstand.....	6
5. Kalibrierfähigkeit.....	6
6. Einstellungen des Kalibriergegenstandes	6
7. Umgebungsbedingungen.....	7
8. Kalibrierverfahren	7
9. Durchführung der Kalibrierung.....	7
9.1 Voraussetzungen.....	7
9.2 Einstellen der Kalibrierdrücke.....	7
10. Auswertung, Kalibrierergebnis	8
11. Messunsicherheiten	9
12. Literatur	10
Anhang A	10
A.1 Wärmeleitungs-Vakuummeter.....	10

	Kalibrieren von Messmitteln für Vakuum Teil 5: Wärmeleitungs-Vakuummeter https://doi.org/10.7795/550.20180828AN	DKD-R 6-2 Teil 5	
		Ausgabe:	09/2018
		Revision:	0
		Seite:	5/10

1. Geltungsbereich

- 1.1 Wärmeleitungs-Vakuummeter nach Pirani
- 1.2 Wärmeleitungs-Vakuummeter nach dem Konvektionsprinzip
- 1.3 Thermoelektrische Vakuummeter
- 1.4 Andere Wärmeleitungs-Vakuummeter

2. Druckbereich

10^{-4} mbar bis 1000 mbar

3. Normale und Messeinrichtungen

3.1 Bezugs- und Gebrauchsnormale

Die Kalibrierung erfolgt durch direkten Vergleich der Messwerte des Kalibriergegenstandes mit denen eines Bezugsnormals (BN) oder eines Gebrauchsnormals (GN).

Als Normale werden geeignete Druckmessgeräte wie z. B. Membran-Vakuummeter oder Gasreibung-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 Laboratorium kalibriert und mit einem Kalibrierschein versehen, in dem die erweiterte Messunsicherheit unter Referenzbedingungen ausgewiesen ist. 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/TS3567:2005)

- Die Vakuumkammer soll so ausgelegt sein, dass eine zeitlich genügend konstante und räumlich ausreichend gleichmäßige Verteilung des Kalibriergases gesichert ist.
- 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. Im Idealfall wäre das eine Kugel, jedoch sind auch andere geeignete Geometrien, z.B. zwei symmetrische Dome, jeder ein Teil einer Kugel, direkt oder über ein zylindrisches Mittelteil miteinander verbunden, möglich. Bei einem Zylinder sollte die gesamte Länge entlang der Symmetrieachse das ein- bis zweifache des Durchmessers betragen.
- 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 Vakuummeter führenden 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

	Kalibrieren von Messmitteln für Vakuum Teil 5: Wärmeleitungs-Vakuummeter https://doi.org/10.7795/550.20180828AN	DKD-R 6-2 Teil 5	
		Ausgabe:	09/2018
		Revision:	0
		Seite:	6/10

den Einfluss von Adsorptions- und Desorptions-Effekten gering zu halten. Der Gasstrom (Einlass und Auslass) darf nicht direkt auf die aktive Zone der Vakuummeter gelangen.

- Die Vakuummeter dürfen sich nicht gegenseitig beeinflussen, gegebenenfalls müssen Vorsichtsmaßnahmen getroffen werden.
- Die Reinheit des Gases soll einen maximalen Verunreinigungsgrad von 0,1 Vol.-% nicht überschreiten.

4. Kalibriergegenstand

Wärmeleitungs-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: Dekontaminierung bzw. Unbedenklichkeit der Handhabung 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

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

Insbesondere die Anzeigestabilität und 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 den Herstellerangaben oder nach Absprache mit dem Auftraggeber oder nach Erfahrung des Kalibrierlaboratoriums vorgenommen werden (z. B. Messkanal, Thermostatisierung, Gasart, Konfiguration des Ausgangssignals usw.). Justierungen (z. B. für Nullpunkt, Endwert) sollten

	Kalibrieren von Messmitteln für Vakuum Teil 5: Wärmeleitungs-Vakuummeter https://doi.org/10.7795/550.20180828AN	DKD-R 6-2 Teil 5	
		Ausgabe:	09/2018
		Revision:	0
		Seite:	7/10

in Abstimmung mit dem Auftraggeber erfolgen.

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 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.

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

Die vom Hersteller empfohlene/vorgeschriebene bzw. mit dem Auftraggeber vereinbarte Einbaulage des Druckaufnehmers ist zu berücksichtigen.

9. Durchführung der Kalibrierung

9.1 Voraussetzungen

Vor Beginn der Kalibrierung

1. müssen der Kalibriergegenstand und die Normale thermisch eingelaufen sein. Wenn keine Herstellerangaben vorliegen, wird als Stabilisierungszeit 0,5 h empfohlen.
2. müssen der Kalibriergegenstand und die Normale nach Punkt 6 eingestellt sein. Die Einstellungen des Nullpunktes und des Vollausschlages vom Kalibriergegenstand (falls Einstelleinrichtungen vorhanden) erfolgen gemäß den Herstellerangaben.

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.

Bei Zeigerinstrumenten kann zur Verbesserung der Ableseunsicherheit der Druck so eingestellt werden, dass der Zeiger genau auf einem Skalenstrich steht. Hierbei kann vorsichtiges Klopfen des Instrumentes hilfreich sein.

	Kalibrieren von Messmitteln für Vakuum Teil 5: Wärmeleitungs-Vakuummeter https://doi.org/10.7795/550.20180828AN	DKD-R 6-2 Teil 5	
		Ausgabe:	09/2018
		Revision:	0
		Seite:	8/10

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
- Verwendete Hilfsmessgeräte
- Einstellungen des Kalibriergegenstandes bei der Kalibrierung

Nach 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
- erweiterte Messunsicherheit

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	Relative Messabweichung %	Erweiterte relative Messunsicherheit %
1	1,004	1,1 E+0	9,6	5,2
2	2,048	2,1 E+0	2,5	5,0
3	4,992	4,9 E+0	-1,8	5,0
4	9,903	1,0 E+1	1,0	5,0
5	20,16	2,4 E+1	19,0	7,5

Die erweiterte Messunsicherheit ist gemäß DAKKS-DKD-5 anzugeben.

Werden außer den unkorrigierten Messwerten auch korrigierte Messwerte angegeben, sind die angebrachten Korrekturen 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.“

	Kalibrieren von Messmitteln für Vakuum Teil 5: Wärmeleitungs-Vakuummeter https://doi.org/10.7795/550.20180828AN	DKD-R 6-2 Teil 5	
		Ausgabe:	09/2018
		Revision:	0
		Seite:	9/10

Im Spezialfall des Wärmeleitungs-Vakuummeters können die im Kalibrierschein angegebenen Messunsicherheiten verhältnismäßig klein sein und dem Benutzer den Eindruck eines sehr genauen Messgerätes vermitteln. Bei der Benutzung als Messgerät sind jedoch noch wesentliche zusätzliche Beiträge der Messunsicherheit zu berücksichtigen (siehe 11.). Aus diesem Grund kann im Kalibrierschein folgender Satz eingefügt werden:

„Die oben angegebenen Unsicherheiten beziehen sich auf den Zeitpunkt und die Bedingungen der Kalibrierung. Bei der Verwendung dieses Messgerätes können erhebliche, zusätzliche Messunsicherheiten entstehen, insbesondere durch andere Gasart, Messung bei anderen Werten als den Kalibrierpunkten, abweichende Einsatztemperatur, Langzeitinstabilität und thermische Relaxation bei höheren Drücken.“

11. Messunsicherheiten

Folgende Messunsicherheiten sind zum Zeitpunkt der Kalibrierung für den Kalibriergegenstand speziell (siehe DKD-R 6-2, Teil 2) zu berücksichtigen:

- Auflösung und Schwankungen der digitalen Anzeige oder Anzeigegenauigkeit (Zeigerinstr.)
Die Auflösung (Sprungweite) kann bei Digitalanzeigen von Dekade zu Dekade unterschiedlich sein, aber auch innerhalb einer Dekade.
- Bestimmung des Offsets
Unsicherheit der Offsetbestimmung vor oder nach der Kalibrierung
- Instabilität des Offsets
Unsicherheit durch Unterschied des Offsetwerts vor und nach der Kalibrierung
- Wiederholbarkeit der Messungen
Wenn (z. B. aus Kostengründen) nur eine Messreihe aufgenommen wird, kann auf Erfahrungswerte mit typgleichen Geräten zurückgegriffen werden. Wenn keine Erfahrungswerte vorliegen, wird auf DKD-R 6-2, Teil 2, Abschnitt 4.2 d) verwiesen.
- Temperatureinfluss
Hier muss in der Regel auf Herstellerangaben zurückgegriffen werden. Wenn keine vorhanden sind, ist ein Temperaturkoeffizient von 1% v.M./K im linearen Messbereich (etwa 10^{-2} mbar ... 5 mbar) bei Wärmeleitungs-Vakuummetern nach Pirani anzunehmen.

Beim Anwender können neben den oben erwähnten folgende weitere Messunsicherheiten hinzukommen:

- Gasartabhängigkeit des Messsignals
Der Korrekturfaktor für verschiedene Gasarten hängt sowohl vom Druckbereich als auch vom speziellen Messgerätetyp ab.
- Unsicherheiten aufgrund der Interpolation zwischen Kalibrierpunkten
Bei vielen Messgeräten gibt es teilweise eine erhebliche Struktur der Anzeigefehler in Abhängigkeit vom Druck (siehe [1], Bild 5), auch zwischen eng zusammenliegenden Kalibrierpunkten im optimalen Messbereich. Beim Messen zwischen Kalibrierpunkten ist daher die Unsicherheit durch die Interpolation zu berücksichtigen. Diese kann selbst bei eng benachbarten Punkten (z.B. 1,3 mbar und 2 mbar) 1% betragen.
- Langzeitinstabilität (Vergleichspräzision)
Wenn keine Kalibrierhistorie vorliegt, muss auf Erfahrungswerte zurückgegriffen werden, siehe z. B. [1].

	Kalibrieren von Messmitteln für Vakuum Teil 5: Wärmeleitungs-Vakuummeter https://doi.org/10.7795/550.20180828AN	DKD-R 6-2 Teil 5	
		Ausgabe:	09/2018
		Revision:	0
		Seite:	10/10

12. Literatur

- [1] PTB-Bericht PTB-MA-81
Untersuchung einiger metrologischer Eigenschaften von vier verschiedenen
Wärmeleitungsvakuummetern, ISSN 0179-0595, ISBN 3-86509-675-3
Karl Jousten, Febr. 2007

Anhang A

A.1 Wärmeleitungs-Vakuummeter

In einem Wärmeleitungs-Vakuummeter dient der durch Wärmeleitung des Gases übertragene Wärmestrom von einem elektrisch geheizten dünnen Draht oder Plättchen zur Wand der Messröhre als Maß für den Gasdruck. Der Heizfaden (gewandelt oder gerade aufgespannt) besteht typisch aus Wolfram, Platin oder Nickel, die Plättchen aus Silizium. Weit verbreitet ist die Ausführung nach Pirani. Dabei wird der temperaturabhängige elektrische Widerstand des geheizten Elements gemessen. Das geheizte Element ist als der veränderliche Widerstand in eine Messbrücke geschaltet, die bei 10^{-3} mbar bis 10^{-5} mbar auf Null abgeglichen wird. Die Ausgangsspannung der Brücke ist dann ein Maß für den Druck in der Messröhre. Besonders häufig sind die geregelten Systeme, in denen die Temperatur des Heizelements konstant gehalten wird. Die hierfür notwendige Zufuhr elektrischer Energie ist abhängig vom Druck.

Bei den thermoelektrischen Vakuummetern wird mit einem Thermoelement die Temperatur eines Heizfadens gemessen.

Alle Wärmeleitungs-Vakuummeter messen gasartabhängig und sind meist für Stickstoff oder Luft abgeglichen. Der typische Messbereich liegt zwischen 10^{-3} mbar und 100 mbar. Einige Ausführungen haben Messbereiche von einigen 10^{-4} mbar bis 1000 mbar.