

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Archive SID



عنوان طرح: برپائی سامانه واسنجی (کالیبراسیون) خلأسنج‌های پیرانی

کد طرح:

۲۰-۲۲۸۴

واحد سازمانی مجری: جهاددانشگاهی صنعتی شریف

گروه پژوهشی: فناوری خلأ

مسئول اجرای طرح: علی اصغر زواریان

ماه و سال اختتام طرح:

دی ماه ۱۳۹۵

مشخصات مسئول و همکاران طرح مطابق پرسشنامه مصوب:

ردیف	نام و نام خانوادگی	مسئولیت در طرح	تخصص	رتبه	جمع کل نفر ساعت همکاری در طرح
۱	علی اصغر زواریان	پژوهش، طراحی و آزمایش	فیزیک اتمی و ملکولی	مربی پژوهش	۱۳۰
۲	سید محمد جمال قطبی	پژوهش و آزمایش	فیزیک حالت جامد	---	۱۷۵
۳	مریم صالحی	پژوهش و آزمایش	فیزیک فوتونیک	---	۱۲۰
۴	فاطمه حافظی	طراحی و ساخت	مکانیک و ساخت	مربی پژوهشی	۱۳۰
۵	سعید قورچیانی	برنامه ریزی و کنترل پروژه	مهندسی صنایع	---	۳۰

Archive of SID

تقدیر و تشکر:

با سپاس به درگاه خداوند متعال که اینجانب مسئول این طرح را در راهبری و پیشبرد آن هدایت فرمود، بدینوسیله ابتدا از معاونت پژوهش و فناوری جهاد دانشگاهی که بودجه طرح را در اختیار این گروه پژوهشی قرار داد سپاسگزاری می‌نماید. همچنین از همکاران طرح، آقای قطبی، خانم صالحی، خانم حافظی و آقای قورچیان و تمامی دست اندرکارانی که به هر نحو در تکمیل و پیشرفت این طرح پژوهشی مؤثر بوده‌اند تشکر و قدردانی می‌نماید.

برای همگان از درگاه خداوند آرزوی سلامت و توفیق خدمت به نظام مقدس جمهوری اسلامی ایران را دارم.

Archive of SID

## چکیده:

سامانه واسنجی<sup>1</sup> خلأسنج های پیرانی برای کالیبره نمودن تمامی انواع خلأسنج هایی که برای اندازه گیری میزان خلأ در محدوده خلأ متوسط مورد استفاده قرار می گیرند، برای اولین بار در کشور طراحی و برپا گردید. در این پروژه، پس از انجام مطالعات لازم و شناخت پارامترهای کلیدی، طراحی مفهومی انجام گردید. همچنین به منظور ارزیابی تجربی عملکرد سامانه، یک چیدمان آزمایشگاهی مجزا طراحی و ساخته و آزمون های متعددی برای شناخت دقیق تر نقش پارامترهای کنترلی انجام شد.

## هدف:

اندازه گیری و اطمینان از صحت اندازه گیری تجهیزات اندازه گیری، همواره یکی از دغدغه های انسان در فعالیت های خود بوده و در کارهای علمی و تحقیقاتی از اهمیت زیادی برخوردار است. هدف از کالیبراسیون، ایجاد نظامی مؤثر به منظور کنترل صحت و دقت پارامترهای کمی دستگاه های آزمون، وسایل اندازه گیری و کلیه تجهیزاتی است که عملکرد آنها بر کیفیت فرآیند تأثیری گذار است.

این نظام در مطابقت با مراجع تأیید شده و استانداردهای بین المللی تعیین می شود. معمولاً عدم قطعیت در عملکرد وسیله، نسبت به زمان و با استفاده مکرر از آن افزایش می یابد، از این رو کالیبراسیون مجدد و بنابراین داشتن یک سیستم کالیبراسیون ضروری است.

فناوری خلأ، به عنوان یک فناوری تحریمی که اندازه گیری و کالیبراسیون در آن نقش اساسی و حیاتی دارد، مطرح است. اما از این نظر، کشور ما در محرومیت شدیدی قرار دارد. با راه اندازی این سامانه، امکان کالیبراسیون تجهیزات و دستگاه های مورد استفاده در کارهای پژوهشی حاصل خواهد شد. همچنین امکان ارایه خدمات کالیبراسیون به دانشگاه ها، مراکز پژوهشی، صنعتی و تجاری در زمینه فناوری خلأ در سطح ملی و بین المللی فراهم می گردد. این موضوع می تواند در اعتباردهی به پژوهش هایی که در آنها از تجهیزات خلأ استفاده می شود، تأثیر مثبت و قابل توجه داشته باشد. با توجه به عدم وجود آزمایشگاه مشابه و اهمیت کالیبره بودن تجهیزات خلأ مورد استفاده در فرآیندهای مختلفی چون فرآیندهای هسته ای، فضایی، نانوفناوری و لیزر، این طرح برای کشور بسیار مهم و با ارزش خواهد بود.

## روش:

در این طرح ابتدا مطالعات کتابخانه ای در مورد نحوه واسنجی خلأسنج هایی که در محدوده خلأ متوسط کار می کنند انجام شده و انواع سامانه های واسنجی مرتبط با خلأ متوسط مورد بررسی قرار گرفت. سیستم اولیه طراحی شده و مواد، تجهیزات و وسایل لازم برای انجام آنها تهیه گردید. براساس نتایج بدست آمده، سامانه واسنجی مناسب در محدوده مورد نظر، انتخاب، طراحی و ساخته شد.

## نتایج:

در این طرح یک سامانه کالیبراتور خلأسنج پیرانی طراحی و برپا گردیده است.

**کلیدواژگان:** واسنجی، خلأسنج مک لئود، خلأ میانی

<sup>1</sup> Calibration



## فهرست مطالب

صفحه	عنوان
۲.....	۱. فصل اول: کلیات .....
۳.....	۱.۱. مقدمه .....
۳.....	۱.۲. بیان مسأله .....
۴.....	۱.۳. اهمیت و ضرورت پژوهش .....
۵.....	۲. فصل دوم: روش های کالیبراسیون خلأسنجها .....
۶.....	۲.۱. مقدمه .....
۶.....	۲.۲. استانداردهای کالیبراسیون خلأسنجها .....
۷.....	۲.۲.۱. استانداردهای اولیه .....
۷.....	۲.۲.۲. استانداردهای ثانویه .....
۷.....	۲.۳. روش های استاندارد اولیه .....
۷.....	۲.۳.۱. محدوده خلأ پایین، استاندارد مانومتر جیوه ای .....
۹.....	۲.۳.۲. محدوده خلأ متوسط؛ روش انبساط حجمی .....
۱۱.....	۲.۳.۳. محدوده خلأ بالا .....
۱۱.....	۲.۳.۴. روش جریان روزنه ای .....
۱۵.....	۳. فصل سوم: برپائی سامانه واسنجی .....
۱۶.....	۳.۱. مقدمه .....
۱۶.....	۳.۲. اصول عملکرد .....
۱۶.....	۳.۲.۱. روشهای کار با فشارسنج مک لود .....
۱۸.....	۳.۳. طراحی کالیبراتور مکلئود .....
۱۸.....	۳.۳.۱. طراحی سنجه مک لئود .....
۲۰.....	۳.۳.۲. طراحی محفظه .....
۲۱.....	۳.۳.۳. نیازها: .....



۲۳	۳.۳.۴ خلأ و سامانه ورود گاز
۲۴	۳.۳.۵ گاز کالیبراسیون
۲۴	۳.۳.۶ داماسنج ها و شرایط محدود
۲۴	۳.۳.۷ خلأسنج مرجع
۲۴	۳.۴ مراحل ساخت و مونتاژ سامانه واسنجی
۲۴	۳.۴.۱ کالیبراتور
۲۷	۳.۴.۲ سامانه خلأ
۳۱	۳.۵ فرآیند واسنجی
۳۲	۳.۵.۱ روش استاتیک
۳۲	۳.۵.۲ روش تعادل پایدار
۳۳	۳.۶ ارزیابی اندازه گیریها
۳۳	۳.۷ عدم قطعیت اندازه گیری
۳۴	۳.۸ واسنجی خلأسنج پیرانی
۳۵	۳.۸.۱ فرآیند اجرا
۳۸	۳.۸.۲ تحلیل آماری داده ها
۳۹	۳.۸.۳ عدم قطعیت ناشی از روش واسنجی یا شرایط واسنجی
۴۰	۳.۹ نتیجه گیری
۴۱	۳.۱۰ رعایت نکات کار با جیوه در آزمایشگاه
۴۲	۴ فهرست مراجع
۴۳	۵ پیوست ۱: استاندارد بین المللی ISO 3567
۵۸	۶ پیوست ۲: تعیین عدم قطعیت بر اساس استاندارد ISO TS3567
۷۷	۷ پیوست ۳: نکات ایمنی در هنگام کار با مایع جیوه

## فهرست جداول

عنوان	صفحه
جدول ۱-۲: طیف خلأ مطابق تعاریف کشورهای اروپائی	۶
جدول ۲-۲: طیف خلأ مطابق تعاریف کشور امریکا	۶

## فهرست شکلها

عنوان	صفحه
شکل ۱-۲: راست؛ مانومتر جیوه ای چپ؛ نمونه ای از یک فشارسنج مک لئود	۸
شکل ۲-۲: اصول سامانه انبساط حجمی تک مرحله‌ای	۹
شکل ۳-۲: (a) سامانه ی ایجاد فشار مرجع (b) سامانه ی انبساط حجمی ۴ مرحله ای [۳]	۱۰
شکل ۴-۲: سامانه ی تک روزنه ای	۱۲
شکل ۵-۲: سامانه ی کالیبراسیون با استفاده از روش جریان روزنه ای	۱۳
شکل ۱-۳: قسمت‌های مختلف خلأسنج مک لئود	۱۶
شکل ۲-۳: روش اول اندازه‌گیری در خلأسنج مک لئود	۱۷
شکل ۳-۳: روش دوم اندازه‌گیری در خلأسنج مک لئود	۱۸
شکل ۴-۳: مثال هائی از اشکال مختلف محفظه های واسنجی	۲۲
شکل ۵-۳: دو نوع خلأسنج مک لئود با مخزن حاوی مایع جیوه	۲۵
شکل ۶-۳: دهانه NW10 متصل به لوله خروجی سنج مک لئود	۲۵
شکل ۷-۳: شیر دستی و اتصالات خلأ متصل به سنج مک لئود	۲۶
شکل ۸-۳: نمایی از محفظه خلأ- محل ورودی‌های ISO-K100 و ورودی ISO-K160	۲۷
شکل ۹-۳: نمایی از محفظه خلأ ساخته شده	۲۸
شکل ۱۰-۳: زانویی اتصال پمپ به محفظه خلأ	۲۸
شکل ۱۱-۳: نحوه اتصال صفحه استیل بر روی فلنچ	۲۹
شکل ۱۲-۳: دو صفحه استیل نصب شده بر روی فلنچ	۲۹
شکل ۱۳-۳: نمایی از کف محفظه خلأ	۳۰
شکل ۱۴-۳: محفظه خلأ قرار گرفته بر روی کابینت	۳۰
شکل ۱۵-۳: منحنی تغییرات نمایش فشار خلأسنج خازنی پس از ۷۰ و ۳۲ ماه از زمان کالیبره شدن	۳۶





شکل ۳-۱۶: منحنی تغییرات نمایش فشار خلأسنج پیرانی پس از ۴۰ ماه از زمان کالیبره شدن و  
واسنجی مجدد..... ۳۷

Archive of SID

## چکیده فارسی

کالیبراسیون فشارسنج‌های خلأ، نقش عمده‌ای در اعتباربخشی به فعالیت‌های پژوهشی مرتبط با فناوری خلأ دارد. بومی‌سازی فناوری‌های مرتبط با خلأ، مأموریت اصلی گروه پژوهشی فناوری خلأ بوده و در این راستا تاکنون فعالیت‌های تحقیقاتی متعددی را به انجام رسانده است. با توسعه روزافزون فناوری و رشد نیازهای کشور، ضروری است توانمندی‌های موجود ارتقاء یابد به نحوی که کیفیت محصولات و خدمات از استاندارد بین‌المللی برخوردار شده و قدرت رقابت با محصولات وارداتی را داشته باشد. هدف از انجام این طرح، توسعه توانمندی مرکز خدمات تخصصی فناوری خلأ بالای جهاد دانشگاهی در زمینه واسنجی فشارسنج‌های خلأ پیرانی است.

اندازه‌گیری خلأ، یکی از کارهای عمده مرتبط با فناوری خلأ است و در تمام فعالیت‌های تحقیقاتی نقش مؤثری دارد. اندازه‌گیری خلأ میانی بوسیله خلأسنج‌های پیرانی یکی از مهم‌ترین فعالیت‌ها جهت تضمین صحت پژوهش، دستیابی به نتایج مطلوب و از سوئی ایمن نگه‌داشتن پمپ‌های خلأ مانند پمپ‌های توربومولکولار و دیفیوژن است.

طرح پژوهشی "برپائی یک سامانه واسنجی خلأسنج‌های پیرانی" با کد ۲۰-۲۲۸۴ در تاریخ ۱۳۹۴/۶/۹ توسط شورای بررسی و تصویب طرح‌های گروه تخصصی علوم پایه با مسئولیت آقای علی‌اصغر زواریان به تصویب رسیده است.

این طرح شامل ۲ مرحله اصلی بوده است. در مرحله نخست با انجام یک مطالعه جامع کتابخانه‌ای منابع لازم جمع‌آوری و اطلاعات بدست‌آمده دسته‌بندی گردید. پس از آن با بررسی این اطلاعات و با توجه به نیاز کاربری، اصول نظری و عملکرد فیزیکی سامانه مورد بررسی قرار گرفت و پارامترهای کلیدی طراحی مفهومی شناسایی شده‌اند.

در مرحله دوم با استفاده از طراحی مفهومی انجام‌گرفته و با تحلیل ساختار و عملکرد یک نمونه طراحی تفصیلی و نقشه‌های ساخت قطعات سامانه واسنجی بر اساس روش مک‌لئود بدست آمد. همچنین با طراحی و ساخت یک چیدمان آزمایشگاهی مجزا، عملکرد سامانه واسنجی مورد ارزیابی قرار گرفت.



## ۱. فصل اول: کلیات

Archive of SID

## ۱.۱. مقدمه

موضوع این طرح، واسنجی خلأسنج‌های محدوده خلأ متوسط و پائین است. با توجه به اولویت‌های موجود در کشور، در این طرح، واسنجی خلأ سنج‌ها در محدوده  $10^{-3}$  - ۱ میلی‌بار انجام خواهد شد. واسنجی خلأ سنج‌های مورد استفاده در این محدوده بر اساس استاندارد اولیه و با استفاده از فشارسنج مک لئود انجام خواهد شد. برای مقایسه عملی فشار خوانده‌شده توسط خلأسنج‌ها با فشار کالیبراتور (فشارسنج مک لئود) مطالعه و پژوهش‌های لازم انجام و از استانداردهای مناسب نیز استفاده می‌شود. در این طرح، دانش فنی و سامانه واسنجی ایجاد و ابزار اندازه‌گیری، شرایط محیطی و تجهیزات، طبق استانداردهای مذکور تهیه خواهد شد.

## ۱.۲. بیان مسأله

اندازه‌گیری و اطمینان از صحت آن (کالیبراسیون) همواره یکی از دغدغه‌های انسان در فعالیت‌های خود بوده و در کارهای علمی و تحقیقاتی از اهمیت زیادی برخوردار است. هدف از کالیبراسیون ایجاد نظامی مؤثر به منظور کنترل صحت و دقت پارامترهای کمی دستگاه‌های آزمون، وسایل اندازه‌گیری و کلیه تجهیزاتی است که عملکرد آنها بر کیفیت فرآیند تأثیر گذار است. این نظام در مطابقت با مراجع تایید شده و استانداردهای بین‌المللی تعیین می‌شود. معمولاً عدم قطعیت در عملکرد وسیله، نسبت به زمان و با استفاده مکرر از آن افزایش می‌یابد، از این رو کالیبراسیون مجدد و بنابراین داشتن یک سیستم کالیبراسیون ضروری است.

فناوری خلأ، بخصوص خلأ بالا، به‌عنوان یک فناوری تحریمی مطرح است که در آن اندازه‌گیری و کالیبراسیون نقش اساسی و حیاتی بر عهده دارد. اما از این نظر، کشور ما در محرومیت شدیدی قرار دارد. با برپایی این سامانه، امکان کالیبراسیون تجهیزات و دستگاه‌های مورد استفاده در کارهای پژوهشی حاصل خواهد شد. همچنین امکان آرایه خدمات کالیبراسیون به دانشگاه‌ها، مراکز پژوهشی، صنعتی و تجاری در زمینه فناوری خلأ در سطح ملی و بین‌المللی فراهم می‌گردد.

این موضوع می‌تواند در اعتباردهی به پژوهش‌هایی که در آنها از تجهیزات خلأ استفاده می‌شود، تأثیر مثبت و قابل توجه داشته باشد. با توجه به عدم وجود آزمایشگاه مشابه و اهمیت کالیبره بودن تجهیزات خلأ مورد استفاده در فرآیندهای مختلفی چون فرآیندهای هسته‌ای، فضایی، نانوفناوری و لیزر، این طرح برای کشور بسیار مهم و با ارزش خواهد بود.

### ۱.۳. اهمیت و ضرورت پژوهش

مراکز تحقیقاتی و صنعتی بسیار زیادی در داخل کشور در زمینه هسته‌ای، لایه‌نشانی، نانوفناوری، صنایع غذایی، هوافضا، صنایع پزشکی، داروسازی و ... فعالیت می‌کنند، که سالانه نیاز به کالیبره کردن تجهیزات خلأ خود دارند. اما به دلیل عدم وجود یک مرجع مورد تأیید و استاندارد، به‌ناچار تجهیزات خلأ خود را برای کالیبره شدن به خارج از ایران ارسال می‌کنند. بنابراین نیاز به تجهیزات واسنجی بر طبق استانداردهای جهانی در داخل کشور اهمیت زیادی پیدا می‌کند. ارسال تجهیزات خلأ به سایر کشورها برای کالیبره شدن علاوه بر ایجاد وابستگی فنی به کشورهای دیگر، سالانه باعث خروج مقدار قابل توجهی ارز از کشور می‌شود. در فاصله سال‌های ۸۰ تا ۹۱ تعداد زیادی خلأسنج وارد کشور شده است که سالانه نیاز به واسنجی و تأیید صلاحیت دارند. بسیاری از واردات فشارسنج‌ها نیز بر روی سیستم‌های لایه‌نشانی، اندازه‌گیری و یا سایر سامانه‌های تحت خلأ وارد کشور می‌شوند که اطلاعات آنها قابل استخراج نیست.

از طرفی چندین شرکت داخلی مثل طلایعه صنعت حیات، یارنیکان صالح و ... نیز مبادرت به ساخت خلأسنج می‌کنند که نیاز به واسنجی دارند. البته شرکت یارنیکان صالح خلأسنج‌های پیرانی و پنینگ را بروش ثانویه (مقایسه با یک خلأسنج مرجع) کالیبره می‌نماید. از فعالیت‌های شرکت طلایعه صنعت حیات اطلاع دقیقی در دسترس نیست.

علاوه بر این، آزمایشگاه‌ها و مراکز پژوهشی بسیاری در داخل کشور و کشورهای مجاور نیز وجود دارند که دارای سامانه‌های خلأ و خلأسنج‌های نیازمند به واسنجی هستند. با توجه به موارد ذکر شده علاوه بر بومی‌سازی و ارزش تکنولوژیکی واسنجی خلأسنج‌ها، سالانه بیش از ۵۰ خلأسنج در کشور، به واسنجی نیاز پیدا می‌کند که می‌تواند آورده‌ای خوبی را در سال برای کشور به همراه داشته باشد.



## ۲. فصل دوم: روش های کالیبراسیون خلأ سنج ها

Archive of SID

## ۲.۱. مقدمه

امروزه فناوری خلأ در بیشتر صنایع نقش مهم و حیاتی دارد. وسعت و اهمیت کاربردهای فناوری خلأ در زمینه‌های مختلف صنعت از جمله هسته‌ای، میکروالکترونیک، هوافضا، نانو تکنولوژی و... بسیار قابل توجه است. فرآیندهای تولیدی مدرن، پیچیده و با خلوص بالا، نیاز به اندازه‌گیری دقیق خلأ دارند. دقت این اندازه‌گیری‌ها تأثیر زیادی بر اعتبار و صحت نتایج، کیفیت محصول، بازده مصرف انرژی و در برخی فرآیندها بر روی امنیت کار با سامانه دارد. بنابراین دقت اندازه‌گیری باید به صورت جدی مورد توجه قرار گیرد. این دقت به کمک فشارسنج‌های کالیبره شده و تأیید آنها با استانداردهای مرتبط فراهم می‌شود.

## ۲.۲. استانداردهای کالیبراسیون خلأسنج‌ها

برای بررسی صحت و دقت عملکرد خلأسنج‌ها و به عبارتی کالیبره کردن آنها از دو نوع استاندارد با عناوین اولیه و ثانویه استفاده می‌شود. قبل از آن لازم است برای محدوده‌های خلأ تعاریف مشخصی داده شود. در استانداردهای اروپائی محدوده‌های خلأ در حوزه مورد بحث این طرح محدوده‌های خلأ مطابق جدول ۱ است:

جدول ۱-۲: طیف خلأ مطابق تعاریف کشورهای اروپائی

نام محدوده	قلمرو (میلی بار)
خلأ پائین	۱۰ <sup>-۱۳</sup> - چند میلی بار
خلأ میانی	چند میلی بار - ۱۰ <sup>-۳</sup>
خلأ بالا	۱۰ <sup>-۳</sup> - ۱۰ <sup>-۷</sup>

در حالی که در استانداردهای کشور امریکا این محدوده‌ها مطابق جدول ۲-۲ است:

جدول ۲-۲: طیف خلأ مطابق تعاریف کشور امریکا

نام محدوده	قلمرو (میلی بار)
خلأ پائین	۱ - ۱۰۰۰
خلأ میانی	۱ - ۱۰ <sup>-۲</sup>
خلأ بالا	۱۰ <sup>-۲</sup> - ۱۰ <sup>-۵</sup>

از آنجائی که خلأ سنج‌های پیرانی که این طرح برای آن‌ها تعریف شده غالباً تا فشار  $10^{-3}$  میلی بار را اندازه‌گیری می‌کنند و از طرفی روش انتخاب شده می‌تواند این محدوده را برای واسنجی این خلأسنج‌ها پوشش دهد بنابراین در این طرح از استاندارد کشورهای اروپائی پیروی خواهد شد.

### ۲.۲.۱ استانداردهای اولیه

استانداردهای اولیه خلأ، بالاترین کیفیت اندازه‌گیری را دارند که در آنها فشار مستقیماً از اندازه‌گیری کمیت‌های فیزیکی (مثل جرم، طول، زمان و ...) با دقت زیاد و حد تفکیک بالا بدست می‌آید. این استانداردها بر پایه‌ی قوانین فیزیکی و اندازه‌گیری‌های دقیق کمیت‌های فیزیکی مرتبط، استوار هستند. به فشارسنجی که طبق استانداردهای اولیه کالیبره شده و فشارسنج‌های دیگر در مقایسه با آن کالیبره می‌شوند، فشارسنج مرجع یا استاندارد ثانویه گفته می‌شود. فشارسنج مرجع باید کیفیت، پایداری، تکرارپذیری و دقت فوق‌العاده‌ای نسبت به فشارسنج‌های دیگر داشته باشد. رایج‌ترین استانداردهای اولیه عبارتند از: فشارسنج جیوه‌ای<sup>۲</sup>، انبساط حجمی<sup>۳</sup> و جریان روزنه<sup>۴</sup> که به ترتیب برای کالیبراسیون خلأسنج‌ها در محدوده خلأ پایین، خلأ متوسط و خلأ بالا مورد استفاده قرار می‌گیرند. استاندارد ثانویه و این سه استاندارد، در بسیاری از مراکز استانداردسازی و کالیبراسیون جهانی به منظور واسنجی فشار استفاده می‌شود، که بطور اختصار به آنها پرداخته می‌شود:

### ۲.۲.۲ استانداردهای ثانویه

این روش بر مقایسه‌ی مستقیم خلأسنج مورد آزمون با یک خلأسنج مرجع، استوار است. در این روش فشار خوانده شده توسط خلأسنج مورد آزمون با فشار خوانده شده توسط خلأسنج مرجع مقایسه شده و تغییرات لازم بر روی فشارسنج مورد آزمون اعمال می‌شود تا فشاری برابر فشار خوانده شده توسط فشارسنج مرجع را نمایش بدهد. برای این منظور سامانه‌های متفاوت و متنوعی در بازارهای جهانی موجود است که از نظر اصول حاکم و روش کار مشابه ولیکن در ساختار و جزئیات متفاوت هستند.

### ۲.۲.۳ روش‌های استاندارد اولیه

#### ۲.۳.۱ محدوده خلأ پایین، استاندارد مانومتر جیوه‌ای

رایج‌ترین روش در این محدوده استفاده از فشارسنج جیوه‌ای است این فشارسنج‌ها که عموماً از یک بدنه U شکل تشکیل شده‌اند. مهم‌ترین اصل در این روش، تساوی فشار در ارتفاع‌های مساوی است؛ اختلاف فشار

<sup>2</sup> Mercury Manometer Vacuum Standard

<sup>3</sup> Volume Expansion Vacuum Standard

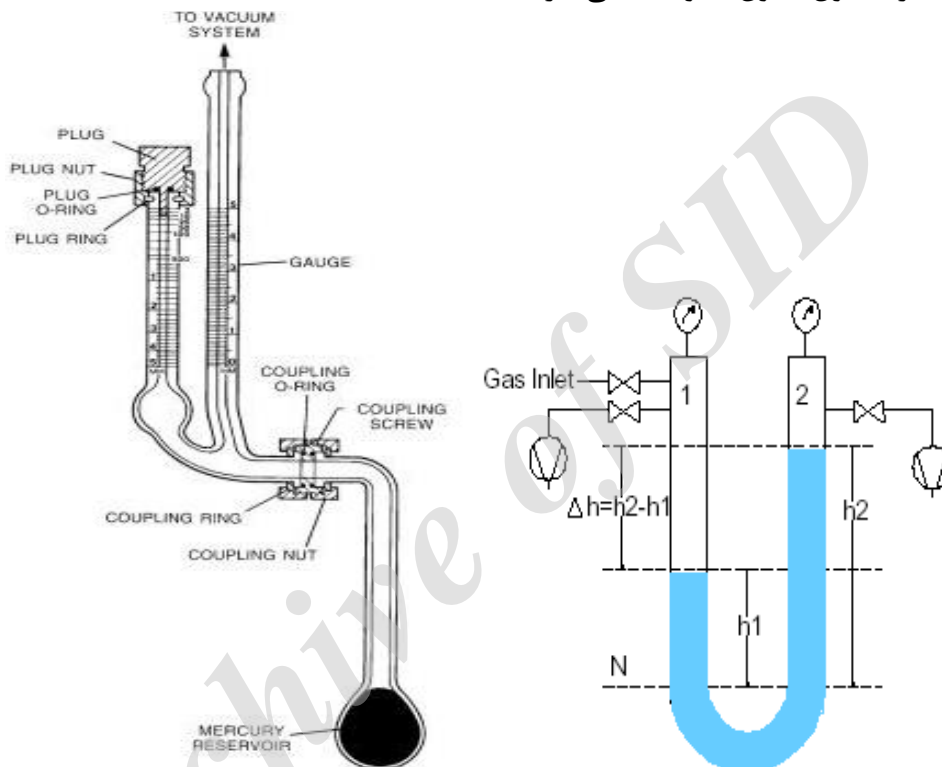
<sup>4</sup> Orifice Flow Vacuum Standard



در یک طرف لوله U شکل منجر به اختلاف ارتفاع جیوه موجود در آن و در نتیجه تعیین فشار در محفظه خلأ است [۱].

$$P = \rho g \Delta h + P_{ref}$$

مانومترهایی که بر این اساس در آزمایشگاه‌های مختلف سراسر جهان مورد استفاده قرار می‌گیرند تنها از جهت روش اندازه‌گیری طول ستون جیوه با یکدیگر متفاوتند. دقت بدست آمده با مانومتر جیوه‌ای به دقت و صحت اندازه‌گیری طول ستون جیوه بستگی دارد.



شکل ۱-۲: راست؛ مانومتر جیوه‌ای چپ؛ نمونه‌ای از یک فشارسنج مک لئود

در این نوع فشارسنج‌ها فشار درون محفظه به وسیله اختلاف ارتفاع بین دو نقطه A و B مشخص می‌شود. به این صورت که اگر a سطح مقطع لوله‌های A و B باشد و اختلاف ارتفاع جیوه در دو لوله h باشد با فرض اینکه V حجم محفظه C و لوله B باشد مقدار فشار در لوله B (و به تبع آن محفظه خلأ) بصورت زیر محاسبه خواهد شد [۲].

$$p = \frac{ah^2}{V}$$

سنجه مک لئود قدیمی‌ترین و دقیق‌ترین فشارسنج مطلق است که همچنان تا امروز به عنوان یک استاندارد اولیه برای کالیبره کردن دیگر ابزارهای اندازه‌گیری فشار مورد استفاده قرار می‌گیرد [۳]. این وسیله برای گازهای پایدار در تمام محدوده  $10^{-1}$  تا  $10^{-4}$  تور و کمتر از آن تا فشار  $10^{-5}$  میلی‌بار قابل اعتماد است. اندازه‌گیری پایین‌تر از این فشار تنها بصورت کیفی انجام می‌شود.

### ۲.۳.۲. محدوده‌ی خلأ متوسط؛ روش انبساط حجمی<sup>۵</sup>

در محدوده خلأ متوسط، استفاده از مانومتر جیوه‌ای برای کالیبراسیون فشارسنج‌های خلأ مناسب نیست. یک روش رایج و دقیق برای کالیبراسیون فشارسنج‌ها در این محدوده، روش انبساط حجمی است که با نام‌های مختلف: انبساط فشاری، انبساط حجمی و روش انبساط استاتیک مطرح می‌شود. انبساط حجمی که بر قانون بویل استوار است (حاصلضرب فشار و حجم مقدار ثابتی از گاز در یک دمای مشخص، مقداری ثابت است) روشی اصولی و قدرتمند است که به عنوان یک استاندارد اولیه برای ایجاد فشار کالیبراسیون در محدوده فشار تعیین شده، در ناحیه خلأ متوسط، به کار می‌رود. [۱].

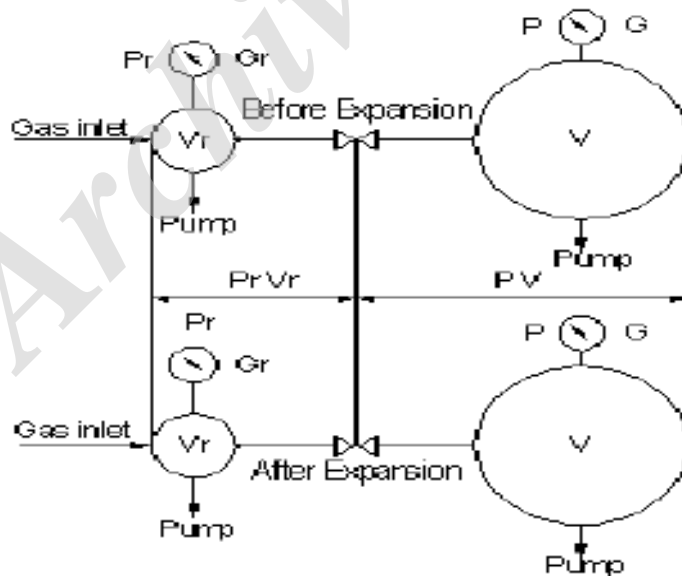
دو روش برای سامانه‌های استاندارد انبساط حجمی استفاده می‌شود: تک حجمی و چند حجمی.

**تک حجمی:** عیب عمده‌ی روش تک حجمی این است که محدوده وسیعی از خلأ با دقت لازم از دست می‌رود. چند حجمی برای فرآیندهای کالیبراسیون زیادی که با تک حجمی قابل دسترسی نیست به کار گرفته می‌شود. در انبساط تک مرحله‌ای یک حجم مرجع کوچک  $V_r$  در دمای  $T_1$  پر شده از گاز کالیبراسیون مناسب و فشار نسبتاً بالای  $P_r$  که به حجم بزرگ  $V$  که از قبل خلأ شده و دمای  $T_2$  منبسط می‌شود که این فشار نهایی  $P$  را بوجود می‌آورد که طبق قانون بویل  $P$  از رابطه‌ی زیر بدست می‌آید:

$$P = P_r \left[ \left( \frac{V_r}{V_r + V} \right) \right] \left( \frac{T_2}{T_1} \right) = P_r \left( \frac{T_2}{T_1} \right) R \quad (1)$$

که در آن  $R$  نسبت انبساط است که به صورت زیر تعریف می‌شود:

$$R = \frac{V_r}{(V_r + V)}$$



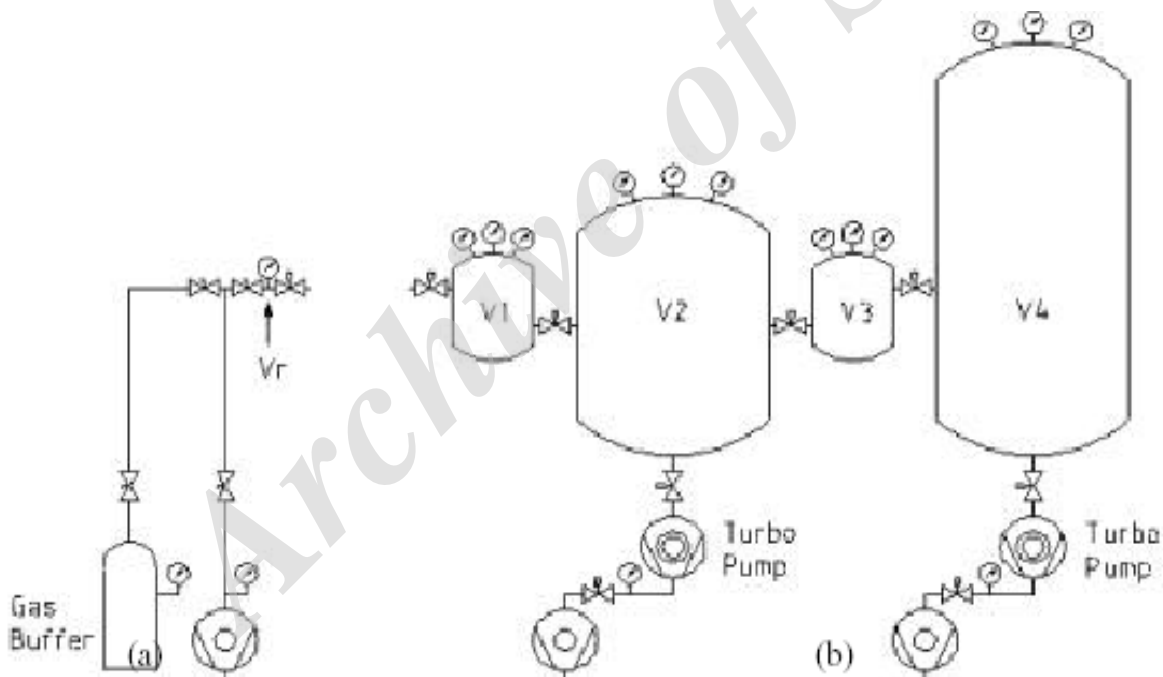
شکل ۲-۲: اصول سامانه انبساط حجمی تک مرحله‌ای

<sup>۵</sup> Expansion Volume

**چند حجمی:** سامانه‌هایی که تکنیک انبساط حجمی از نوع چند حجمی در آنها بکار رفته است می‌توانند سه مرحله‌ای، چهار مرحله‌ای، پنج مرحله‌ای و... باشد؛ انبساط چندگانه برای فشارهای پایین‌تر و رنج بزرگتر استفاده می‌شود، این روش با استفاده از سری‌هایی از حجم‌های کوچک و بزرگ محقق می‌شود، با داشتن مراحل بیشتر انبساط حجمی در این روش قابلیت کالیبراسیون خلأ خیلی بالا (UHV) نیز حاصل می‌شود. به عنوان مثال برای یک سامانه انبساط حجمی چهار مرحله‌ای معادلات بالا به شکل زیر در می‌آید [۴]:

$$P = \left[ \left( \frac{V_r}{V_r + V_1} \right) \left( \frac{V_1}{V_1 + V_2} \right) \left( \frac{V_2}{V_2 + V_3} \right) \left( \frac{V_3}{V_3 + V_4} \right) \right] P_r \quad (2)$$

$$R = \left[ \left( \frac{V_r}{V_r + V_1} \right) \left( \frac{V_1}{V_1 + V_2} \right) \left( \frac{V_2}{V_2 + V_3} \right) \left( \frac{V_3}{V_3 + V_4} \right) \right] \quad (3)$$



شکل ۲-۳: (a) سامانه ی ایجاد فشار مرجع (b) سامانه ی انبساط حجمی ۴ مرحله ای [۳].

معادله ی ۲ اساساً با این فرض که فشارهای مورد نظر در شرایط هم‌دمای ایجاد شده‌اند، بدست آمده است. اندازه‌گیری آهنگ انبساط، از طریق اندازه‌گیری جداگانه‌ی حجم هر محفظه ممکن است. این کار را به سه طریق می‌توان انجام داد: اندازه‌گیری ابعاد، گرانشی، انبساط [۵].

**الف) اندازه‌گیری ابعاد:** این روش دقیقی برای تعیین حجم است ولی برای تعیین حجم لوله و سایر اتصالات با حجم نامنظم مناسب نیست.

**ب) گرانشی:** در این روش، حجمی که باید اندازه‌گیری شود با مایعی (آب) که حجم آن دقیقاً معلوم است، در دمای ثابت محیط پر می‌شود.

**ج) انبساط:** در این روش، یک فشار مشخص در یک حجم محاسبه شده به درون یک حجم نامشخص که قرار است تعیین بشود، منبسط می‌شود. سپس با به کار بردن قانون بویل، حجم مورد نیاز محاسبه می‌شود.

**اندازه‌گیری فشار مرجع:** فشار مرجع با یک استاندارد اولیه یا ثانویه که با در نظر داشتن دقت و محدوده فشار به تجهیزات متصل شده، اندازه‌گیری می‌شود. فشار مرجع در سامانه انبساط حجمی معمولاً از چند میلی بار تا یک میلی بار است. این ممکن است با یک سامانه استاندارد ثانویه قابل اطمینان اندازه‌گیری شود. به عنوان نمونه این می‌تواند یک فشار سنج خازنی ۱۳۰۰ میلی‌بار است که بوسیله‌ی یک بارو متر جیوه-ای بطور دقیق کالیبره شده است.

### فشارسنج انتقالی<sup>۶</sup>

اگرچه یک استاندارد اولیه به صورت سامانه استاندارد تعریف می‌شود که به دلیل داشتن بالاترین کمیت‌های مترولوژیکی، مقادیر آن به هیچ استاندارد دیگری از آن کمیت ارجاع داده نشود، ولی به منظور مقایسه دقت و مطالعه‌ی عملکرد سامانه‌ی استاندارد، مقایسه‌ای با یک وسیله‌ی مشابه از نظر دقت و حساسیت انجام می‌شود. به عنوان مثال ممکن است یک فشارسنج کالیبره‌ی خازنی با محدوده اندازه‌گیری<sup>۴</sup> ۱۰ - ۱ میلی‌بار به عنوان فشارسنج انتقالی برای کالیبراسیون اندازه‌گیری‌های فشار استفاده شود.

### ۲.۳.۳ محدوده‌ی خلأ بالا

### ۲.۳.۴ روش جریان روزنه‌ای<sup>۷</sup>

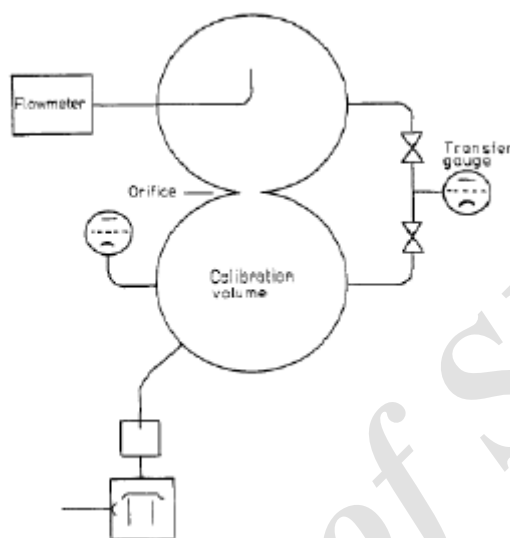
روش جریان روزنه‌ای، "روش دینامیک" یا "انبساط پیوسته" هم نامیده می‌شود، که برای استاندارد کردن خلأ بالا یا خیلی بالا<sup>۸</sup> استفاده می‌شود. این روش برای تولید خلأ بالا، به منظور کالیبراسیون در محدوده جریان مولکولی، استفاده می‌شود. در این روش با برقراری تعادل بین آهنگ جریان گاز به داخل محفظه در مقابل آهنگ خروج گاز، یک خلأ پایدار قابل محاسبه در محفظه ایجاد می‌شود. معمول‌ترین شکل استفاده‌ی آن، روزنه حلقه‌ای با رسانش قابل محاسبه است که توسط آن گاز کالیبراسیون از نیمه‌ی بالایی محفظه‌ی خلأ، که معمولاً به عنوان محفظه‌ی کالیبراسیون شناخته می‌شود، تخلیه می‌گردد.

<sup>۶</sup> Transfer Gauge

<sup>۷</sup> Orifice flow

<sup>۸</sup> Ultra High Vacuum

برای همهی انواع دستگاههای کالیبراسیون که با روش روزنه کار می کنند، اندازه گیری دقیق آهنگ جریان گاز ضروری است. یکی از مواردی که باعث تنوع و تمایز در سامانه های مختلف روش جریان روزنه، تعداد روزنه یا فن مرجع اندازه گیری آهنگ جریان است. بر این اساس، فن تک روزنه و چند روزنه وجود خواهد داشت. پرکاربردترین سامانه، سامانه تک روزنه است.



شکل ۲-۴: سامانه ی تک روزنه ای

سامانه استاندارد روزنه به طور عمده، شامل دو بخش است: یکی محفظه ی کالیبراسیون خلأ بالا و دیگری سامانه اندازه گیری جریان. به منظور اندازه گیری جریان دو نوع جریان سنج متفاوت با دو روش متفاوت در دمای ثابت استفاده می شود: فشار ثابت با حجم متغیر و حجم ثابت با فشار متغیر [۱]. برای یک گاز آرمانی در دمای ثابت، بطور کلی آهنگ جریان گاز برابر است با:

$$Q = P(dV/dt) + V(dP/dt)$$

برای فشار ثابت:

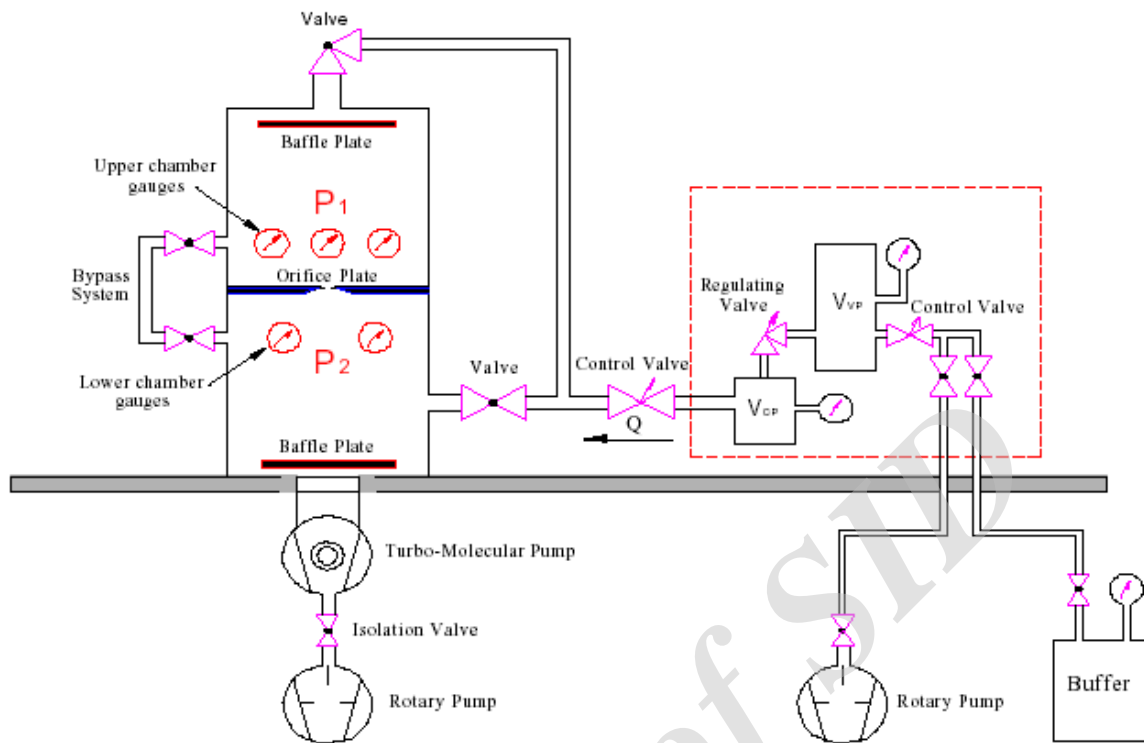
$$Q = P (dV/dt)$$

برای حجم ثابت:

$$Q = V (dP/dt)$$

به عنوان نمونه یک سامانه جریان روزنه در شکل ۲-۵ نشان داده شده است.

این سامانه دو حجم دارد که بوسیله ی یک روزنه از هم جدا شده اند. یک فشارسنج استاندارد ثانویه هم دارد که می تواند به حجم بالایی یا پایینی وصل شود. خلأسنج مورد آزمون به حجم پایینی وصل می شود. گاز از طریق شارسنج، فشار کالیبراسیون را در سامانه تولید می کند [۶].



شکل ۲-۵: سامانه ی کالیبراسیون با استفاده از روش جریان روزنه ای

در ابتدا باید این ۳ کمیت (C,Q,R) محاسبه شوند:

- (i) محاسبه ی رسانش C مربوط به صفحه ی روزنه دار تقسیم کننده محفظه
- (ii) اندازه گیری آهنگ جریان Q ورودی به محفظه ی کالیبراسیون
- (iii) تعیین نسبت فشار R سامانه

$$Q = V(\Delta P / \Delta t) \quad (1)$$

$$C = 3.64 \sqrt{T/M} \quad (2)$$

$$P_1 - P_2 = Q/C = \Delta P \quad (3)$$

$$P = Q/C(1-R) \quad (4)$$

$$R = Q_L / Q_U \quad (5)$$

M در (۲) جرم مولکولی گاز در دمای T، R در (۴) نسبت فشار و  $Q_U$  و  $Q_L$  در (۵) به ترتیب آهنگ جریان-های محفظه ی پایینی و بالایی هستند. بعد از محاسبه ی نسبت فشار با استفاده از معادله ی (۵)، Q از معادله ی (۶) بدست می آید. سپس برای Qهای مختلف از طریق معادله ی (۴)، P بدست می آید [۷]. معمولاً برای اطمینان از صحت و دقت P در چند آزمون ابتدایی، با یک فشارسنج مرجع ثانویه مقایسه می-شود.

## نتیجه گیری:

واسنجی خلأسنج‌ها با استفاده از دو روش استانداردهای اولیه یا استانداردهای ثانویه صورت می‌گیرد. استانداردهای اولیه خلأ بالاترین کیفیت اندازه‌گیری را دارند؛ مهم‌ترین روش‌های این استاندارد عبارتند از مانومتر جیوه‌ای، انبساط حجمی و جریان روزه‌ای. مانومترهای جیوه‌ای برای بهترین وسایل برای استاندارد کردن خلأ پایین هستند. با وجود این فشارسنج‌های مک لئود به علت محدوده عملکرد وسیع ( $10^{-1}$  تا  $10^{-4}$  میلی‌بار)، سادگی و دقت مناسب، تنها مانومترهای جیوه‌ای هستند که برای واسنجی خلأسنج‌ها در محدوده خلأ متوسط بکار می‌روند.

در حالی که برای استاندارد کردن خلأ متوسط، سامانه استاندارد انبساط حجمی چند مرحله‌ای در کل دنیا استفاده می‌شود و استاندارد دقیقی که برای خلأ بالا استفاده می‌شود، سامانه استاندارد جریان روزه است. فنون بنیادی کالیبراسیون در طی زمان کمی تغییر می‌کنند چون نیازهای جدیدی از نظر میزان دقت در سطح فشارهای پایین و پایین تر مطرح می‌شود. هر کدام از استانداردهای اولیه یک دستگاه مطمئن و مستقل برای ایجاد فشار در محدوده تعریف شده هستند.

استاندارد بین المللی ISO 3576 شرایط فیزیکی، تکنیکی و مترولوژیکی که باید هنگام کالیبراسیون خلأسنج‌ها با مقایسه‌ی مستقیم با خلأسنج مرجع برآورده شود را مشخص می‌کند. خلأسنجی که کالیبره می‌شود می‌تواند از هر نوعی باشد. بعضی از خلأسنج‌ها از بخش‌های متعدد تشکیل شده‌اند که معمولاً عبارتند از: حسگر خلأسنج، کابل، تجهیزات عملیاتی و وسیله‌ی خواندن سیگنال خروجی. این ترکیب اولیه به عنوان واحدی که باید کالیبره شود، در نظر گرفته می‌شود. اگر فقط حسگر خلأسنج کالیبره شده باشد، باید همه‌ی چیدمان‌ها و شرایط ثبت شوند بطوری که کاربر خلأسنج کالیبره شده بتواند اندازه‌گیری‌ها را به طور مشابه در طی کالیبراسیون انجام دهد.

خلأسنج مرجع هم مطابق یک استاندارد ملی خلأ، یک خلأسنج کالیبره شده است، (نمونه‌ی معمولی)، با یک گواهی کالیبراسیون مطابق ISO/IEC 17025، یا یک وسیله‌ی اندازه‌گیری مطلق (نمونه‌ی نادر)، مطابق واحدهای SI و واحد دیگری که می‌توان عدم قطعیت اندازه‌گیری را بر اساس آن محاسبه کرد.

## انتخاب کالیبراتور:

مطالعات انجام شده بر انتخاب کالیبراتور مک لئود رهنمون می‌شود. این کالیبراتور در اصل یک خلأسنج مک لئود است که خلأ را بطور مطلق اندازه‌گیری می‌کند. این سنجه فقط از قوانین ابتدایی فیزیک برای اندازه‌گیری فشار استفاده می‌کند در فصل بعد مبانی نظری و عملی این کالیبراتور توضیح داده خواهد شد.



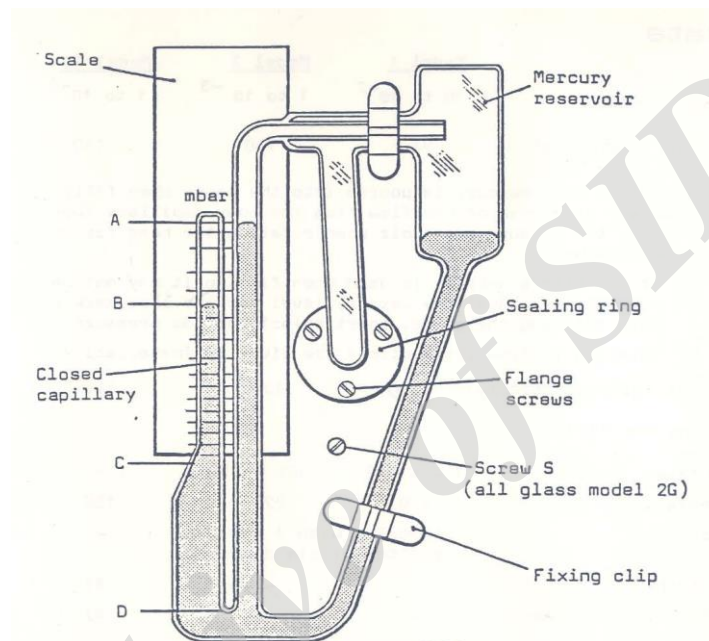
### ۳. فصل سوم: برپائی سامانه واسنجی

Archive of SID



### ۳.۱. مقدمه

خلأسنج مک لئود در سال ۱۸۷۴ توسط H.G.McLeod اختراع شد و از نظر تئوری می توان نشان داد که برای اندازه گیری فشار در محدوده  $10^{-1}$  تا  $10^{-7}$  میلی بار می تواند مورد استفاده قرار گیرد. این خلأسنج که نمونه ای از آن در شکل زیر نشان داده شده است یک سامانه از جنس کوارتز است که بخش های اصلی آن عبارت از دو لوله موازی با قطر داخلی معین و یک مخزن جیوه است. کل مجموعه، دارای یک خروجی است که به محفظه یا پمپ وصل می شود و بر روی یک سازه سوار است.



شکل ۳-۱: قسمت های مختلف خلأسنج مک لئود

### ۳.۲. اصول عملکرد

اصل فیزیکی که در این خلأسنج استفاده شده است قانون بویل است. اگر یک مقدار معین از یک گاز به حجم  $V_1$ ، که فشار آن  $P_1$  است از محیط اطراف توسط یک پیستون ایزوله شده باشد و سپس حجم این گاز توسط پیستون به  $V_2$ ، تغییر داده شود و فشار در این حالت  $P_2$  باشد، در صورتی که در هر دو حالت دما یک مقدار ثابت باشد، براساس قانون بویل فشار برابر است با:

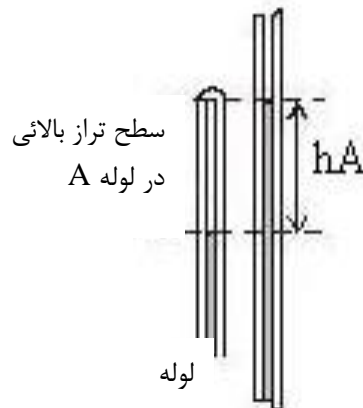
$$P_1 V_1 = P_2 V_2 \quad 1$$

$$\Rightarrow P_1 = \left( \frac{V_2}{V_1} \right) P_2 \quad 2$$

#### ۳.۲.۱ روش های کار با فشارسنج مک لئود

برای اندازه گیری فشار به وسیله این سنجه دو روش وجود دارد:

**روش اول:** در این روش جیوه تا حدی درون سنجه تزریق می‌شود که سطح آن در لوله  $B$  تراز با نقطه انتهایی لوله  $A$  باشد. درحالی که جیوه در لوله  $A$  تا فاصله  $h_A$  نسبت به انتهای لوله بالا می‌آید. اگر حجم گاز درون مخزن  $M$  و لوله موئین  $A$ ، قبل از تزریق جیوه  $V_1$  و فشار آن (فشار خلأ)  $P_1$  باشد (حالت الف)، زمانی که جیوه تزریق می‌شود حجم گاز درون لوله  $A$ ،  $V_2$  و فشار آن  $P_2$  خواهد بود (حالت ب)، که طبق رابطه‌های ۱ و ۲ به یکدیگر بستگی دارند.



شکل ۳-۲: روش اول اندازه‌گیری در خلأسنج مک لئود

چون شعاع درون لوله  $r$  است حجم گاز در حالت ب از رابطه زیر بدست می‌آید:

$$V_2 = \pi r^2 h_A \quad 3$$

فشار در ارتفاع یکسان در هر دو لوله برابر است بنابراین فشار در نقطه  $C$  در لوله  $B$  برابر با فشار  $P_1$  (فشار خلأ) به علاوه فشار ستون جیوه خواهد بود:

$$P_2 = P_1 + P_{\text{ستون جیوه}}$$

۴

$$P_2 = P_1 + \rho g h_A$$

حال اگر این دو رابطه، در رابطه شماره ۲ قرار گیرد، بدست می‌آید:

$$P_1 = \left(\frac{V_2}{V_1}\right) P_2$$

$$P_1 = \left(\frac{\pi r^2 h_A}{V_1}\right) (P_1 + \rho g h_A)$$

$$\Rightarrow P_1 = \frac{\pi r^2 h_A}{V_1} P_1 + \frac{\rho g \pi r^2 h_A^2}{V_1}$$

$$\frac{V_1 P_1 - \pi r^2 h_A V_1 P_1}{V_1} = \frac{\rho g \pi r^2 h_A^2}{V_1}$$

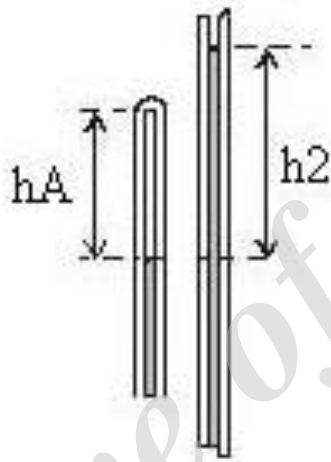
$$\left(\frac{V_1 - \pi r^2 h_A}{V_1}\right) P_1 = \frac{\rho g \pi r^2 h_A^2}{V_1}$$

$$P_1 = \frac{\rho g \pi r^2 h_A^2}{V_1 - \pi r^2 h_A} \quad 5$$

بنابراین با داشتن ارتفاع  $h_A$  و حجم  $V_1$  و شعاع  $r$  می توان فشار  $P_1$  را بدست آورد.

### روش دوم:

در این روش، ارتفاع جیوه در لوله  $B$  تا ارتفاعی بیشتر از ارتفاع انتهای لوله  $A$  بالا می رود ( $h_2$ ).



شکل ۳-۳: روش دوم اندازه گیری در خلأسنج مک لئود

با جایگذاری  $h_2$  در معادله ۴ و ادامه مراحل، رابطه ۶ حاصل می شود:

$$P_1 = \frac{\rho g \pi r^2 h_A h_2}{V_1 - \pi r^2 h_2} \quad 6$$

### ۳.۳. طراحی کالیبراتور مک لئود

#### ۳.۳.۱ طراحی سنجه مک لئود

با توجه به سادگی کار سنجه مک لئود و این مزیت که در این سنجه فقط از قوانین ابتدایی فیزیک برای اندازه گیری فشار استفاده می شود، ساخت آن برای کالیبراسیون خلأسنجها برای فشارهای تا محدوده  $10^{-5}$  میلی بار عملی می نماید. بنابراین لازم است که محاسباتی برای حجم مخزن و مقدار جیوه مصرفی انجام پذیرد.

اولین شرط برای انجام محاسبات این است که درجه روی سنجه، در محدوده فشار مورد نظر از تفکیک پذیری مناسبی برای خواندن برخوردار باشد. برای این منظور فاصله  $10^{-3}$  تا خط تراز صفر به عنوان مرجع در نظر گرفته می شود.

در جدول زیر حجم مک لئود برای فاصله مرجع در محدوده  $1/5$  میلی متر تا  $100$  میلی متر آورده شده است.

فشار		شعاع لوله موین		ارتفاع دلخواه			حجم مک لود لازم		
mbar	Pa	m	ضریب آلفا	mm	m	p1	p2	متر مکعب	سی سی
0.001	0.1	0.0005	416345	1.5	0.0015	1.0409	8E-07	2.34312E-06	2.343118
0.001	0.1	0.0005	416345	5	0.005	1.0409	4E-09	2.60216E-05	26.02158
0.001	0.1	0.0005	416345	10	0.01	1.0409	8E-09	0.000104086	104.0863
0.001	0.1	0.0005	416345	15	0.015	1.0409	1E-08	0.000234194	234.1942
0.001	0.1	0.0005	416345	20	0.02	1.0409	2E-08	0.000416345	416.3453
0.001	0.1	0.0005	416345	25	0.025	1.0409	2E-08	0.00065054	650.5396
0.001	0.1	0.0005	416345	30	0.03	1.0409	2E-08	0.000936777	936.777
0.001	0.1	0.0005	416345	35	0.035	1.0409	3E-08	0.001275058	1275.058
0.001	0.1	0.0005	416345	40	0.04	1.0409	3E-08	0.001665381	1665.381
0.001	0.1	0.0005	416345	45	0.045	1.0409	4E-08	0.002107748	2107.748
0.001	0.1	0.0005	416345	50	0.05	1.0409	4E-08	0.002602158	2602.158
0.001	0.1	0.0005	416345	55	0.055	1.0409	4E-08	0.003148611	3148.611
0.001	0.1	0.0005	416345	60	0.06	1.0409	5E-08	0.003747108	3747.108
0.001	0.1	0.0005	416345	65	0.065	1.0409	5E-08	0.004397647	4397.647
0.001	0.1	0.0005	416345	70	0.07	1.0409	5E-08	0.00510023	5100.23
0.001	0.1	0.0005	416345	75	0.075	1.0409	6E-08	0.005854856	5854.856
0.001	0.1	0.0005	416345	80	0.08	1.0409	6E-08	0.006661525	6661.525
0.001	0.1	0.0005	416345	85	0.085	1.0409	7E-08	0.007520237	7520.237
0.001	0.1	0.0005	416345	90	0.09	1.0409	7E-08	0.008430993	8430.993
0.001	0.1	0.0005	416345	95	0.095	1.0409	7E-08	0.009393791	9393.791
0.001	0.1	0.0005	416345	100	0.1	1.0409	8E-08	0.010408633	10408.63

جدول مربوط به محاسبه حجم مخزن و مقدار جیوه در سنجه مک لئود در فشارهای مختلف بصورت زیر است:

حجم مک لود لازم		جیوه لازم	
متر مکعب	سی سی	کیلو گرم	گرم
2.34312E-06	2.343118	0.095135	95.13528
2.60216E-05	26.02158	1.056528	1056.528
0.000104086	104.0863	4.226113	4226.113
0.000234194	234.1942	9.508754	9508.754
0.000416345	416.3453	16.90445	16904.45
0.00065054	650.5396	26.41321	26413.21
0.000936777	936.777	38.03502	38035.02
0.001275058	1275.058	51.76989	51769.89
0.001665381	1665.381	67.61781	67617.81
0.002107748	2107.748	85.57879	85578.79
0.002602158	2602.158	105.6528	105652.8
0.003148611	3148.611	127.8399	127839.9
0.003747108	3747.108	152.1401	152140.1
0.004397647	4397.647	178.5533	178553.3
0.00510023	5100.23	207.0795	207079.5
0.005854856	5854.856	237.7189	237718.9
0.006661525	6661.525	270.4712	270471.2
0.007520237	7520.237	305.3367	305336.7
0.008430993	8430.993	342.3152	342315.2
0.009393791	9393.791	381.4067	381406.7
0.010408633	10408.63	422.6113	422611.3

محاسبات انجام شده فوق نشان می دهد که ساخت سنج مک لئود برای محاسبه فشار در کمتر از  $10^{-3}$  میلی بار، نیاز به مقادیر زیادی جیوه دارد و نیز ساخت مخزن و اتصالات مربوط، دشواری های زیادی را به همراه خواهد داشت.

### ۳.۳.۲ طراحی محفظه

#### ✓ اصول کلی

اصول کلی طراحی محفظه برای یک کالیبراتور مک لئود به شرح زیر است:

الف- خلأسنجی که باید کالیبره شود، همانند خلأسنج مرجع به محفظه ی کالیبراسیون وصل می شود. یعنی هر دو باید نسبت به محور پمپ تخلیه کننده تقارن هندسی داشته باشند.

ب- کالیبراسیون یک خلأسنج با مقایسه مستقیم با یک خلأسنج مرجع به این صورت انجام می شود که فلنچ ورودی به این خلأسنج و فلنچ خلأسنج مرجع باز گذاشته می شوند تا در معرض مولکول های گاز با یک چگالی و سرعت مشابه قرار بگیرند.

توزیع مشابه سرعت و چگالی این مولکول ها به معنای فشار مشابه در دو موقعیت است نه در جهت معکوس. بنابراین انواع زیادی از خلأسنج ها هستند که فشار را اندازه نمی گیرند، به جای آن مثلا، چگالی گاز یا آهنگ

برخورد مولکول های گاز به دیواره را اندازه گیری می کنند. این دو مورد اشاره شده دقیق تر از این است که گفته شود فشار در دو فلنچ ورودی برابر است.

چگالی گاز در محفظه می تواند تغییر کند و اعداد خوانده شده ی خلأسنج با فشار نمایشی توسط فشارسنج مرجع مقایسه می شود. از این دست نیازها برای طراحی یک واحد کالیبراسیون، استنباط می شود.

### ۳.۳.۳ نیازها:

#### ✓ طراحی محفظه ی کالیبراسیون

الف- محفظه باید طوری طراحی شود که اطمینان حاصل شود که توزیع گاز در حجم مورد اندازه گیری، به اندازه ی کافی در زمان و مکان پایدار است.

ب- در کل، ماده ی محفظه ی کالیبراسیون باید طوری باشد که فشار باقیمانده  $P_{res}$  اندازه گیری شده توسط سرعت مؤثر تخلیه  $q_{V,eff}$ ، آهنگ جریان حجمی مؤثر پمپ و آهنگ گازدهی<sup>۹</sup> در محفظه ی کالیبراسیون و فاکتور عدم نشتی به اندازه ی کافی برای انجام کالیبراسیون کوچک باشد مطابق فرمول:

$$P_{res} = \frac{Q_{out}}{q_{V,eff}}$$

#### ✓ مراحل طراحی

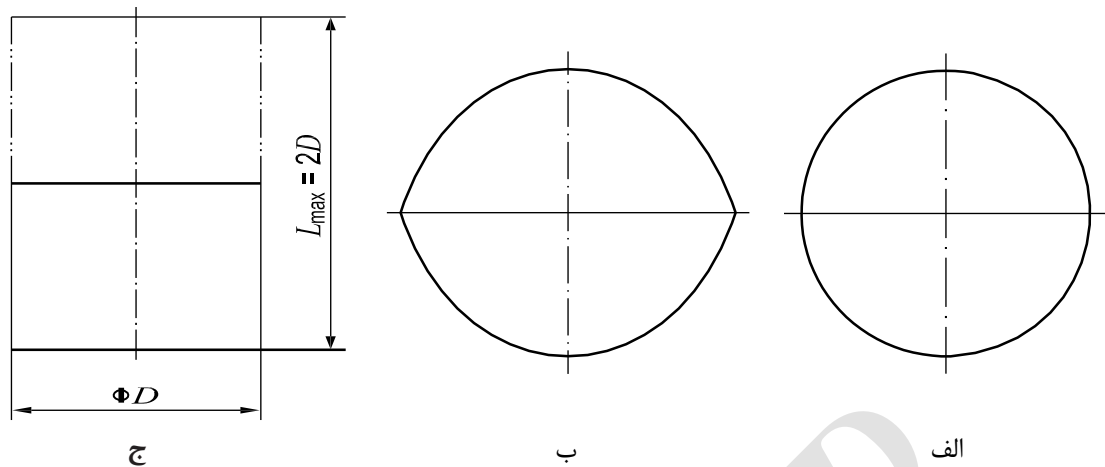
محفظه کالیبراسیون باید مطابق مراحل زیر طراحی شود. اگر چه زمانی که حداقل فشار داخل محفظه یک میلی بار باشد، می توان از مراحل (a) تا (e) صرف نظر کرد و فقط فشار ایستا<sup>۱۰</sup> نشان داده شود.

از مراحل (b) و (a) می توان مستقل از فشار، حداقل زمانی که فشار ایستا نمایش داده می شود، صرف نظر کرد. (a) حجم محفظه ی کالیبراسیون باید حداقل ۲۰ برابر حجم کل خلأسنج ها و لوله ها و اتصالات همراه محفظه و خلأسنج ها باشد.

(b) شکل محفظه کالیبراسیون باید استوانه ای باشد که حداقل در یک محورش متقارن است (شکل ۳-۴). یک کره ایده آل است، اما دو برآمدگی متقارن، هر کدام بخشی از یک کره که به هم یا به دو انتهای یک استوانه متصل شده اند نیز قابل قبول است. جایی که از یک استوانه استفاده می شود، طول کلی آن باید بین یک تا دو برابر قطر آن باشد و انتهای برآمده پیشنهاد شده است.

<sup>۹</sup> Outgass

<sup>۱۰</sup> Static



شکل ۳-۴: مثال هائی از اشکال مختلف محفظه های واسنجی

(c) مرکز سطح مقطع خروجی پمپ و ورودی گاز باید در راستای محور استوانه‌ای محفظه‌ی واسنجی باشد. ورودی گاز ممکن است بین خروجی پمپ و سامانه پمپ قرار گرفته باشد. در این مورد نیازی نیست که ورودی گاز در راستای محور تقارن باشد.

(d) همه‌ی دهانه‌های ورودی به محفظه با لبه‌هایشان که قرار است به آنها یا خلأسنج‌های مورد واسنجی و یا خلأسنج‌های مرجع وصل شوند، باید روی یک صفحه افقی مشترک، عمود بر محور تقارن استوانه‌ای که برای خروجی پمپ انتخاب شده قرار بگیرند.

پیشنهاد می‌شود زمانی که از یک استوانه استفاده می‌شود، صفحه افقی مذکور، استوانه را به دو بخش با ارتفاع مساوی تقسیم کند. هنگامی که از یک استوانه با طولی مساوی ۱/۵ برابر قطر استفاده می‌شود (مناسب اندازه گیری‌های سرعت پمپ)، خلأسنج‌ها در ارتفاع ۱/۳ (یک‌سوم) طول (نصف قطر) بالاتر از فلنچ پایینی قرار گیرند.

(e) اختلاف دما بین نقاط دلخواه در طول محفظه خلأ باید کمتر از ۱ درجه کلوین باشد. از نقاط نزدیکتر از ۵ سانتی‌متر به دهانه‌ی ورودی حسگر گرم شده خلأسنج، می‌توان صرف‌نظر نمود.

(f) میانگین فضایی دمای محفظه‌ی کالیبراسیون باید  $(23 \pm 3)$  درجه کلوین باشد و در طول کالیبراسیون میانگین دما نباید بیشتر از ۱ درجه کلوین تغییر کند.

اگر شرایط طراحی (a) تا (e) محقق نشود، باید تصحیح ممکن برای چگالی مولکولی و توزیع سرعت نامساوی در دهانه ورودی خلأسنج مرجع و خلأسنج تحت واسنجی، اندازه‌گیری شده و لازم است عدم قطعیت جمله‌ی تصحیحی، تخمین زده شود.

✓ آزمودن خلأسنج‌ها

به منظور کمینه کردن توزیع نامتعادل مولکولی حاصل از جذب و تخلیه خلأسنج‌ها و گازدهی و غیره، اتصالات لوله‌ای محفظه‌ی کالیبراسیون و خلأسنج‌ها باید به اندازه ممکن کوتاه بوده و باید ابعادی حداقل برابر ناحیه باز فلنچ ورودی خلأسنج داشته باشند. در مواردی که خلأسنج مرجع، یک فشار حرارتی خاص به محفظه‌ی کالیبراسیون تحمیل می‌کند، می‌توان طول لوله را زیاد نمود تا رسانش گرمائی را کاهش دهد. باید مراقبت‌های لازم برای اطمینان از اینکه عملکرد هر یک از خلأسنج‌های مرجع و خلأسنج تحت واسنجی، هیچ اثر تداخلی روی نتایج خوانده شده توسط دیگری نداشته باشند، انجام شود. یک کنترل روی مرتبه‌ی عدم قطعیت فشار پایه، قابل قبول است.

توجه: تداخل متقابل می‌تواند با مشاهده‌ی اعداد خوانده شده در حالتی که خلأسنج دیگر روشن یا خاموش است بررسی شود.

هیچ جریان قابل توجه هوای گرم یا سرد نیز نباید روی خلأسنج مرجع یا خلأسنج تحت واسنجی وجود داشته باشد.

#### ۳.۳.۴ خلأ و سامانه ورود گاز

فشار پایه در محفظه‌ی کالیبراسیون باید کمتر از  $0/1$  پایین‌ترین فشار تشخیص داده شده برای کالیبراسیون، که توسط خلأسنج مرجع تعیین شده است، باشد. پمپ خلأ و اتصالاتش به محفظه‌ی خلأ باید از نظر اندازه و ابعاد هماهنگ و هم مرتبه باشند. کم‌ترین عدم قطعیت ناشی از اثر فشار پایه، قابل دسترسی و محاسبه است به شرط آن که مقدار فشار پایه زیر حد تفکیک خلأسنج تحت واسنجی یا خلأسنج مرجع باشد. فشار پایه باید پایین‌تر از حد تفکیک خلأسنج تحت کالیبراسیون یا خلأسنج مرجع باشد، اگر حد تفکیک آن بزرگتر یا مساوی  $10$  میکرو بار است. جایی که فشار باقی مانده‌ی و فشار پایه پائین در محفظه‌ی کالیبراسیون مورد نیاز است، ضروری است که برای سرعت بخشیدن به حرکت گازهای جذب شده یا بخارات از دیواره‌ها، محفظه حرارت داده شود.

یک سیستم تخلیه با حداکثر ظرفیت باید به طور پیوسته گاز را به اتمسفر تخلیه کند. اگر هیچ پمپی با حداکثر ظرفیت مورد استفاده قرار نگرفته باشد باید مراقبت شود که سرعت مؤثر تخلیه در طول فرآیند کالیبراسیون پایدار باقی بماند. از هر گونه برگشت بخار روغن به سامانه خلأ باید جلوگیری شود.

ورودی گاز می‌تواند به یکی از این دو صورت باشد: ورود گاز به لوله بین محفظه‌ی خلأ و سیستم پمپ و یا به طور جداگانه روی محور تقارن محفظه‌ی خلأ باشد. اگر حالت اخیر انتخاب شود ورودی باید طوری طراحی شود که هر مولکول گاز قبل از ورود به خلأسنج حداقل یک برخورد با دیواره‌ی محفظه یا سپر ورودی<sup>۱۱</sup> داشته باشد.

یک شیر کاهش دهنده سرعت مؤثر تخلیه می‌تواند به کاهش مصرف گاز کمک کند. یک افزایش مشابه از فشار باقیمانده باید به عنوان جایگزین در نظر گرفته شود.

<sup>۱۱</sup> Baffle



### ۳.۳.۵ گاز کالیبراسیون

برای گاز کالیبراسیون، ازت با خلوص ۹۹/۹٪ یا با درصد خلوص بالاتر توصیه می‌شود. سایر گازها با خلوص مشابه و حتی مخلوط گازها به شرطی که از نسبت مناسب برخوردار شده باشند ممکن است در کالیبراسیون مورد استفاده قرار بگیرند. در فشار زیر یک میلی‌بار، گازها نباید به طور قابل ملاحظه‌ای به سطح برخورد بکنند. بخارات نباید در قسمت تحتانی محفظه‌ی خلأ جمع شوند.

### ۳.۳.۶ دماسنج‌ها و شرایط محدود

دمای محفظه باید با دماسنج‌هایی که در تماس حرارتی خوبی با محفظه هستند و از تشعشع محافظت می‌شوند، اندازه‌گیری شود. محدوده‌ی دما باید  $23 \pm 3$  درجه سانتیگراد باشد و نباید در طول کالیبراسیون بیشتر از یک ۱ درجه تغییر کند. اگر تغییر بیشتر غیر قابل اجتناب است باید مراقبت ویژه انجام بگیرد. به علاوه جریان محدود هوا و تشعشع گرمائی در اتاق کالیبراسیون، باید مطابق شرایط دمای بندهای e و f بخش ۳-۳-۲ برآورده شوند.

### ۳.۳.۷ خلأسنج مرجع

خلأسنج مرجع باید کالیبره بوده و کمیت‌های آن بر اساس واحدهای SI قابل محاسبه باشد. این خلأسنج باید حد تفکیک کمتر یا برابر و عدم قطعیت کمتر یا برابر خلأسنج تحت کالیبراسیون داشته باشد. خلأسنج مرجع همچنین باید برای نوع خاصی از گاز که در کالیبراسیون استفاده خواهد شد، کالیبره شود.

## ۳.۴. مراحل ساخت و مونتاژ سامانه واسنجی

در ادامه مراحل ساخت، مونتاژ و برپائی سامانه واسنجی توضیح داده می‌شود. این سامانه از دو بخش اصلی تشکیل شده است. سامانه کالیبراتور و سامانه خلأ. سامانه کالیبراتور از خلأسنج مک‌لئود و اتصالات آن تشکیل شده، و سامانه خلأ شامل زیرمجموعه‌های تخلیه، محفظه خلأ، خلأسنج، اتصالات خلأ و سامانه کنترل است.

### ۳.۴.۱ کالیبراتور

در این طرح از یک خلأسنج شیشه‌ای مک‌لئود که می‌تواند تا فشار  $10^{-3}$  میلی‌بار را با دقت مناسبی نشان دهد، استفاده شده است. این خلأسنج از جنس شیشه کوارتز بوده و دارای طرح خاصی است (شکل ۳-۵). سه نوع خلأسنج مک‌لئود وجود دارد که همه‌ی آنها شامل یک مخزن جیوه، لوله دو جداره، صفحه

مدرج و مخزن یا لوله بسته می‌باشند. یک سرشلنگی منتهی به دهانه<sup>۱۲</sup> NW10، به لوله از جنس شیشه کوارتز، به خروجی خلأسنج متصل شده است. در محل اتصال این لوله به سرشلنگی و دهانه فوق، سه عدد ارینگ سیلیکونی بین دیواره داخلی آن و دیواره بیرونی لوله سرشلنگی حائل گردیده تا میزان نشت عمومی<sup>۱۳</sup> در محل اتصال، در دوره زمانی انجام واسنجی به کمترین مقدار آن کاهش یابد (شکل ۳-۶).



شکل ۳-۵: دو نوع خلأسنج مک لئود با مخزن حاوی مایع جیوه



شکل ۳-۶: دهانه NW10 متصل به لوله خروجی سنج مک لئود

<sup>۱۲</sup> Flange

<sup>۱۳</sup> هر اتصالی که به یک سامانه خلأ اضافه شود در صورت رعایت استانداردها باز هم یک منبع نشت محسوب می‌شود که در این نوشتار به آن، نشت عمومی اطلاق شده است.



شکل ۳-۷: شیر دستی و اتصالات خلأ متصل به سنجه مک لئود

حجم جیوه لازم برای این سنجه<sup>۱۴</sup> برای هریک از انواع آن بین ۲۱۰ تا ۲۴۰ سانتی متر مکعب است. جیوه با رعایت ضوابط ایمنی و در زیر اطاقک یک هواکش آزمایشگاهی<sup>۱۵</sup> در داخل خلأسنج باید ریخته شود. در شرایط معمولی (قبل از آزمایش) مخزن جیوه باید در حالت افقی باشد و دهانه NW10 با یک درپوش مناسب بسته شود. دهانه NW10 مذکور با استفاده از ارینگ کلمپ<sup>۱۶</sup> و یک کلمپ NW10، از طریق یک شیر دستی خلأ به یک سامانه خلأ وصل می‌گردد (شکل ۳-۷).

اتصالات خلأ، شامل چندین قطعه است. برای هریک از خلأسنج‌ها که به سامانه خلأساز وصل می‌شوند باید یک شیر دستی وجود داشته باشد که بین آن‌ها و محفظه خلأ قرار گیرد. منظور از خلأ سنج‌ها، یکی خلأسنج مک‌لئود است که در یک طرف محفظه خلأ نصب می‌گردد و به عنوان خلأسنج مرجع مورد استفاده قرار می‌گیرد و دیگری خلأسنجی است که قرار است کالیبره شود و در طرف دیگر محفظه نصب می‌شود. این دو خلأسنج چه از نظر هندسی و چه از نظر اتصالات و قطعات متصل به آن‌ها باید نسبت به صفحه تقارن محفظه، کاملاً متقارن باشند. محفظه ممکن است دو صفحه تقارن داشته باشد که در اینجا منظور صفحه تقارنی است که از پمپ می‌گذرد و گلوئی بین پمپ تخلیه کننده و محفظه را به دو بخش مساوی تقسیم می‌کند.

<sup>۱۴</sup> Gauge

<sup>۱۵</sup> Hood

<sup>۱۶</sup> Centering Ring – O-Ring

### ۳.۴.۲ سامانه خلأ

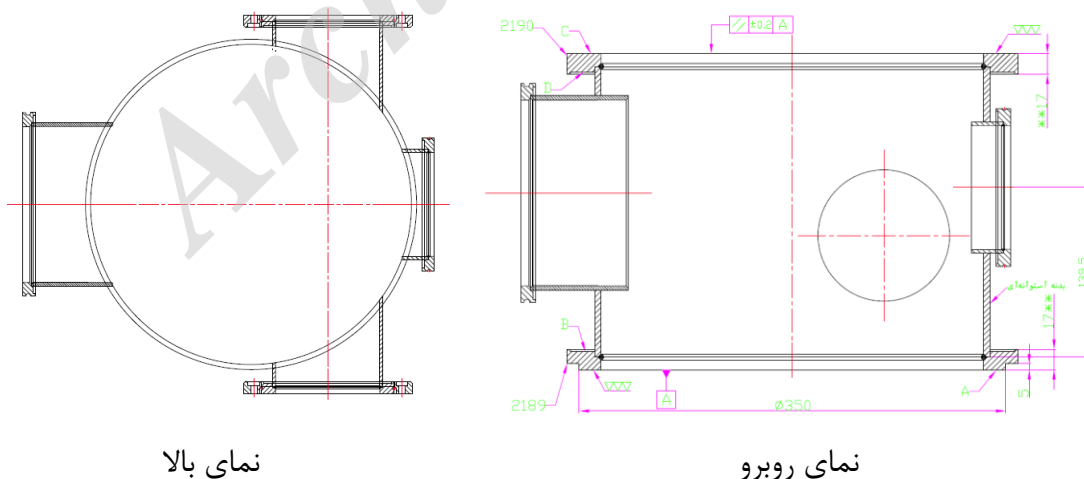
این سامانه از دو بخش اصلی تشکیل شده است که عبارتند از مجموعه خلأ ساز و مجموعه کنترل. مجموعه کنترل، شامل تمامی اجزای کنترلی مانند کلیدهای خاموش-روشن پمپ‌های روتاری و دیفیوژن، کنترلر خلأسنج‌ها و غیره می‌باشد. برق دستگاه نیز از طریق همین سامانه توزیع می‌شود. مجموعه خلأساز خود از سه قسمت کلی تشکیل شده است:

- ۱- محفظه و تجهیزات متصل به آن مانند درب، صفحه پایه، زانویی اتصال پمپ دیفیوژن و غیره که روی دیواره بیرونی محفظه نصب می‌شوند.
- ۲- سیستم تأمین کننده خلأ شامل پمپ دیفیوژن، پمپ روتاری، خلأسنج‌ها و اتصالات مرتبط
- ۳- کابینت خلأ که محل استقرار محفظه، اتصالات و پمپ‌های خلأساز می‌باشد.

#### ✓ محفظه خلأ

محفظه خلأ به شکل استوانه‌ای با قطر حدود ۳۰ سانتی‌متر و ارتفاع ۲۴ سانتی‌متر در نظر گرفته شده است. بر روی دیواره جانبی محفظه ورودی‌های زیر در نظر گرفته شده است:

- ۱- یک عدد ورودی ISO-K160
  - ۲- یک عدد ورودی دهانه ISO-K100 برای نصب زانویی اتصال پمپ دیفیوژن
  - ۳- دو عدد ورودی دهانه ISO-K100
  - ۴- دو عدد اتصال با قطر داخلی ۲۷ میلی‌متر به منظور نصب فیدتروهای احتمالی مورد نیاز
- در شکل ۳-۸ نقشه شماتیک محفظه ارائه شده است.



نمای بالا

نمای روبرو

شکل ۳-۸: نمایی از محفظه خلأ- محل ورودی‌های ISO-K100 و ورودی ISO-K160

جنس محفظه از استیل ضد زنگ غیرمغناطیسی St316L انتخاب شده است. تمامی سطوح داخلی آن به منظور تأمین فشار مناسب خلأ بالا پولیش شده و از صافی سطح مطلوب برخوردار است. در شکل ۳-۹ تصویری از محفظه خلأ ساخته شده مشاهده می‌شود. از دو دهانه ISO-K100 برای اتصال خلأسنج‌ها استفاده می‌شود. این دو دهانه نسبت به ورودی پمپ دیفیوژن حالت متقارن دارند و شرط اولیه برای واسنجی را فراهم می‌آورند. این محفظه بر روی کابینت کنترل قرار داده می‌شود و پمپ دیفیوژن توسط زانویی ۹۰ درجه به آن متصل می‌گردد. در شکل ۳-۱۰ نمایی از زانویی ۹۰ درجه آورده شده است.

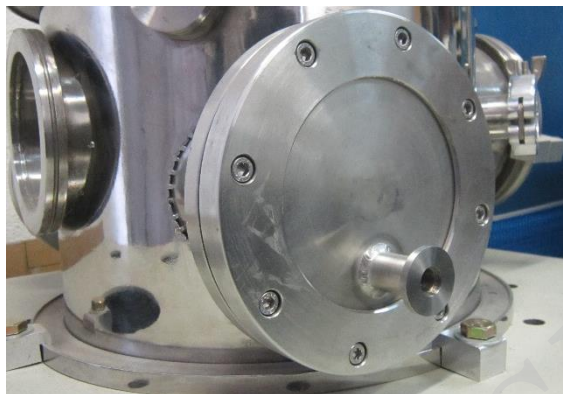


شکل ۳-۹: نمایی از محفظه خلأ ساخته شده



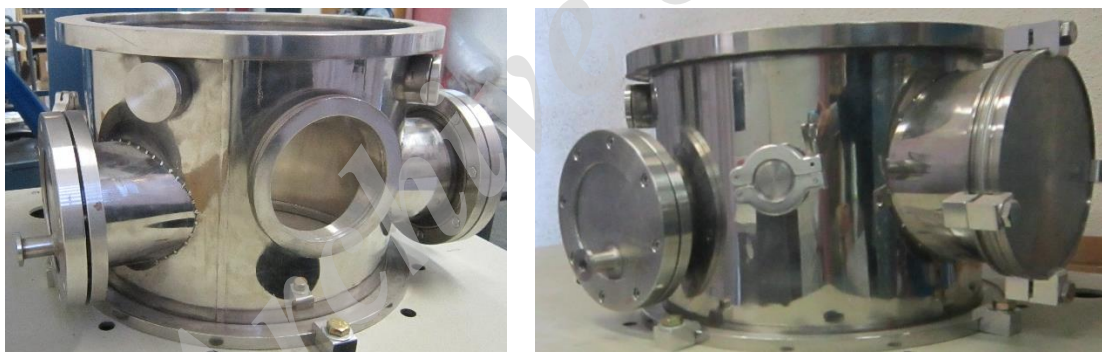
شکل ۳-۱۰: زانویی اتصال پمپ به محفظه خلأ

برای نصب خلأسنج‌ها بر روی دهانه‌های ISO-K100، از یک صفحه استیل استفاده می‌شود. بر روی این صفحه یک عدد اتصال NW10 به صورت خارج از مرکز جوش داده شده است. در شکل ۳-۱۱ صفحه نصب شده بر روی فلنچ مشاهده می‌شود.



شکل ۳-۱۱: نحوه اتصال صفحه استیل بر روی فلنچ

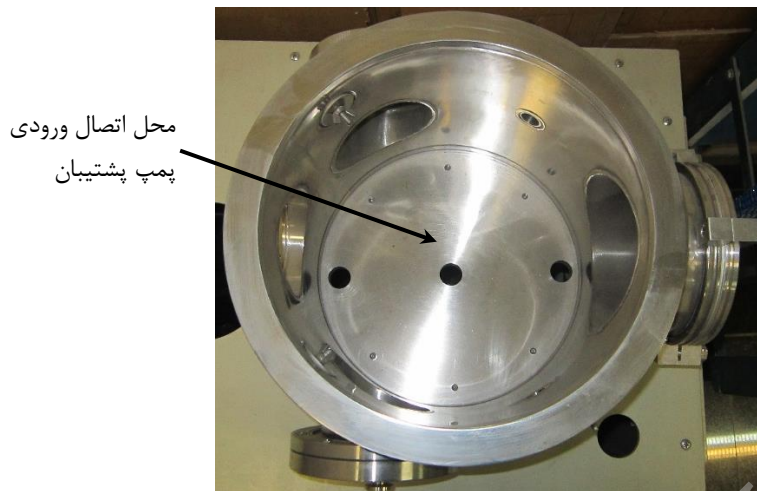
خلأسنج پیرانی مورد تست و همچنین خلأسنج مرجع بر روی اتصال NW10 دقیقاً در مقابل یکدیگر و با فاصله یکسان نسبت به محل اتصال پمپ روتاری و دیفیوژن نصب می‌شوند.



شکل ۳-۱۲: دو صفحه استیل نصب شده بر روی فلنچ

بر روی صفحه پایه سه سوراخ در نظر گرفته شده است که از سوراخ میانی برای نصب اتصالات پمپ مکانیکی استفاده می‌شود. بنابراین موقعیت محل تخلیه پمپ پشتیبان نیز نسبت به ساختار محفظه از تقارن برخوردار می‌باشد.





شکل ۳-۱۳: نمایی از کف محفظه خلأ

#### ✓ کابینت خلأ

این کابینت علاوه بر اینکه به عنوان پایه نگهدارنده برای محفظه خلأ می باشد، تمامی پمپ ها و مدارات الکترونیک لازم برای کنترل سیستم را نیز در خود جای داده است. در چهار سمت این کابینت درهایی به منظور دسترسی به داخل در نظر گرفته شده است. پمپ روتاری، پمپ دیفیوژن، شیرهای خلأ و کلیه اتصالات داخل این کابینت پوشش داده می شوند.

بر روی بدنه کابینت به جهت تبادل هوا و خنک کاری پمپ روتاری، دریچه های ورود هوا در نظر گرفته شده است. در صورت لزوم می توان بر روی این دریچه ها فن نصب نمود.



شکل ۳-۱۴: محفظه خلأ قرار گرفته بر روی کابینت

برای حمل و نقل آسان سیستم، چهار چرخ در زیر کابینت تعبیه شده است. دو عدد از چرخ‌ها دارای قفل کن می‌باشند.

با توجه به اینکه از یک خلأسنج مک لئود به عنوان خلأسنج مرجع استفاده می‌شود لذا در یک سمت بر روی محفظه نصب می‌شود. با خلأ کردن محفظه می‌توان خلأسنج از کالیبره خارج شده را مجدداً کالیبره نمود. در فصل بعد در مورد فرآیند واسنجی توضیحاتی ارائه شده است.

فرآیند واسنجی بطور کلی تحت مراحل زیر انجام می‌گیرد. در تمامی مراحل باید هنگام استفاده از خلأسنج، دقیقاً از دستورالعمل سازنده پیروی نمود. اگر در کاربردهای اخیر برای اندازه‌گیری فشار، یک مجموعه معمول به کار رفته است، برای خواندن فشار همان مجموعه معمول تکرار شود. همیشه باید خلأسنج مرجع را طبق دستورالعمل سازنده و اطلاعات داده شده در گواهی‌نامه‌ی کالیبراسیون استفاده نمود. مراحل فرآیند واسنجی به شرح زیر است:

### ۳.۵. فرآیند واسنجی

- بعد از نصب کامل خلأسنج مورد نظر جهت کالیبره شدن و خلأسنج مرجع، زمانی که کل سامانه کالیبراسیون آماده شد، محفظه‌ی کالیبراسیون تخلیه می‌شود. در صورت نیاز به رسیدن به یک دمای پایه، یک سامانه گرمایشی ضروری است.

- خلأسنج‌ها باید زمانی روشن شوند که فشار محفظه کالیبراسیون به شرایط عمل خلأسنج مورد نظر نزدیک شده باشد (بعد از گرمایش و در طول فاز سرد شدن). لازم است خلأسنج‌ها و تجهیزات جانبی آنها گرم شده و به حالت پایدار برسند. زمان پایدار شدن به نوع خلأسنج بستگی دارد.

- انواع خاصی از خلأسنج‌ها در فشارهای معینی، نیاز به گازدائی<sup>۱۷</sup> دارند، که باید در طول این دوره‌ی پایدارسازی انجام گیرد.

- اگر حسگر خلأسنج‌ها با یک شیر جداکننده، تحت خلأ نگهداری می‌شود، این شیر فقط باید زمانی باز شود که فشار محفظه‌ی کالیبراسیون به کمتر از مقدار فشار مورد نظر در خلأسنج (یا کل مقیاس خلأسنج) رسیده باشد.

- محفظه توسط پمپ بطور کامل تخلیه می‌شود تا زمانی که فشار پایه مطابق بخش ۴-۲ (که در ادامه ارائه شده است) بدست بیاید قبل از شروع کالیبراسیون، فشار پایه و تمام صفرهای خوانده شده‌ی خلأسنج‌ها ثبت شود.

- فشار پایه  $p_0$  در شرایط یکسان با سامانه خلأ در طول کالیبراسیون اندازه گرفته شود. اولین فشار کالیبراسیون، در هر دو مدل ایستا<sup>۱۸</sup> یا تعادل پایدار<sup>۱۹</sup>، طبق بندهای بعدی برقرار شود.

<sup>۱۷</sup> Degassing

<sup>۱۸</sup> Static

<sup>۱۹</sup> Stationary



### ۳.۵.۱ روش استاتیک

استاتیک به این معنی است که شیر متصل به پمپ، بسته است و تا رسیدن به فشار مورد نیاز (برای نقاط فشار هدف یعنی نقاطی که در آنها واسنجی انجام می‌شود)، به محفظه‌ی کالیبراسیون گاز تزریق می‌شود.

(۱) هرگاه فشار پایه  $p_0$  با مقدار ثبت شده در طول واسنجی (بند قبل) متفاوت باشد باید یک بار دیگر بعد از بستن شیر پمپ و قبل از ورود گاز فشار ثبت شود.

(۲) اگر بالا رفتن فشار در نتیجه‌ی گازدهی<sup>۲۰</sup> و آزاد کردن محفظه به اندازه‌ی ۱۰ برابر بیش از پایین‌ترین فشار کالیبراسیون و ۵ دقیقه بعد از بستن شیر باشد، از روش تعادل پایدار استفاده می‌شود.

(۳) مقدار فشار هدف باید با محدوده خاصی به مقدار مورد نظر مشتری برسد. اگر هیچ محدوده خاصی تعیین نشده باشد مقدار فشار تشخیص داده شده باید درون محدوده‌ی  $\pm 0.5\%$  مقدار توافقی فشار هدف باشد.

### ۳.۵.۲ روش تعادل پایدار

در این روش، شیر پمپ به طور کامل باز یا تا قسمتی بسته می‌ماند. گاز وارد محفظه‌ی کالیبراسیون می‌شود تا زمانی که فشار به مقدار مطلوب برسد.

(۱) مقدار فشار هدف باید با یک محدوده خاص به مقدار مورد نظر برسد. اگر هیچ رنج خاصی تعیین نشده باشد مقدار فشار تشخیص داده شده باید درون محدوده‌ی  $\pm 0.5\%$  درصد مقدار توافقی فشار هدف باشد.

(۲) فشار تعیین شده توسط خلأسنج‌ها باید در طول زمان ثابت باشد؛ بنابراین نباید در  $2/5$  دقیقه بیشتر از  $0.5\%$  درصد تغییر نماید. در این مورد کافی است پایداری فشاری بدست آورده شود که در آن تغییر فشار زیر حد تفکیک خلأسنج تحت واسنجی باشد.

(۳) قبل از ورود گاز، زمانی که شیر متصل به پمپ تا قسمتی بسته است، یک بار دیگر لازم است فشار پایه ثبت شود، البته اگر با مقدار ثبت شده در طول واسنجی متفاوت باشد.

در هر دو روش ایستا و تعادل پایدار، ثبت اعداد خلأسنج مرجع و تحت واسنجی باید در زمان‌های تصادفی یا در حد امکان در فاصله‌های زمانی نزدیک به یکدیگر باشد.

اطلاعات زیر باید قبل از کالیبراسیون و در طول آن ثبت شوند:

- مشخصات خلأسنج مرجع و تحت واسنجی، شامل نوع خلأسنج، شماره سریال و سازنده خلأسنج و تجهیزات جانبی آن
- تاریخ کالیبراسیون

<sup>۲۰</sup> Outgass

- دمای محفظه‌ی کالیبراسیون
- گاز کالیبراسیون
- فشار پایه
- جزئیات تنظیمات خلأسنج، شامل تنظیمات تجهیزات جانبی
- جزئیات مرتبط با نصب خلأسنج‌ها (نوسان هد خلأسنج، موقعیت در محفظه‌ی کالیبراسیون، نوع اتصالات استفاده شده برای هد خلأسنج، نوع فلنج و غیره)
- جدول نتایج شامل اعداد خوانده شده‌ی خلأسنج مرجع و تحت واسنجی
- اگر فقط هد خلأسنج کالیبره شده است، باید همه‌ی چیدمان‌ها و شرایط ثبت شوند، به طوری که کاربر خلأسنج بتواند اندازه‌گیری‌ها را به‌طور مشابه انجام دهد.
- بعد از تکمیل اندازه‌گیری‌ها در فشار هدف نهایی، دستگاه باید برای بررسی عدم وجود نشت، جذب سطحی قابل توجه، آلودگی دیواره‌ها یا نقص در سامانه پمپ و غیره در طول کالیبراسیون تخلیه شود. لازم است دستگاه در صورت امکان در مدت ۱۰ دقیقه به فشار پایه یا ۰/۰۰۱ فشار هدف نهایی برسد. در غیر این صورت، سامانه کالیبراسیون باید باز سازی شده (به عنوان نمونه تست نشتی، تست پمپ، تمیز کاری، پخت) و فرآیند کالیبراسیون تکرار شود.

### ۳.۶ ارزیابی اندازه‌گیری‌ها

موارد ذیل باید برای هر سیاهه‌ی فشار کالیبراسیون ایجاد شود:

فشار کالیبراسیون، به‌صورت میانگین مقادیر خوانده شده خلأسنج مرجع

مقادیر خوانده شده‌ی خلأسنج تحت واسنجی (مقدار متوسط اندازه‌گیری‌های تکراری) تصحیح شده بوسیله ثبت صفرها

کمیتی که باید با کالیبراسیون تعیین شود (اشتباه در خواندن، ضریب تصحیح، ضریب حساسیت و غیره)

عدم قطعیت اندازه‌گیری در زمان کمیت تعیین شده مطابق بخش ۴-۳

گاهی یک اندازه‌گیری واحد می‌تواند به عنوان یک میانگین، روی یک بازه‌ی بزرگتر فشار تعیین شود.

### ۳.۷ عدم قطعیت اندازه‌گیری

عدم قطعیت استاندارد، یک کمیت معین شده با کالیبراسیون، باید بطور دقیق محاسبه شود. موارد زیر می‌تواند در عدم قطعیت‌ها مهم باشد.

الف- عدم قطعیت فشار ناشی از خطا در اندازه‌گیری و جابجایی در طول زمان<sup>۲۱</sup>  
 جابجایی در طول زمان برای روش ایستا، می‌تواند از شیب نمودار فشار بعد از بستن شیر پمپ تخمین زده شود. برای روش تعادل پایدار، جابجایی در طول زمان را می‌توان همانند اولین نقطه‌ی کالیبراسیون در مکان شیر پمپ، با مشاهده‌ی فشار پایه قبل از ورود گاز در مدت ۳۰ دقیقه تخمین زد.

ب- عدم قطعیت ناشی از توزیع نامساوی چگالی و سرعت مولکول‌های گاز در دهانه ورودی خلأسنج تحت واسنجی و خلأسنج مرجع

اگر ضوابط طراحی مطابق ذکر شده در فصل دوم رعایت شده باشد، می‌توان عدم قطعیت این موارد را برای فشارهای  $p_{cal}$  کمتر از ۱۰۰ پاسکال برابر ۰/۳ درصد و برای فشارهای  $p_{cal}$  بزرگتر یا مساوی ۱۰۰ پاسکال برابر ۰/۱ درصد تخمین زد، حتی اگر ضوابط بخش ۳-۳-۳ رعایت نشده باشد.

ج- عدم قطعیت کالیبراسیون فشار ناشی از جابجایی در طول زمان .  
 این عدم قطعیت می‌تواند با مشاهده‌ی اعداد خوانده شده توسط خلأسنج مرجع در زمانی که معمولاً برای اندازه‌گیری‌ها در فشار هدف داده شده، تخمین زده شود.

د- عدم قطعیت اندازه‌گیری خلأسنج مرجع. علاوه بر مقدار عدم قطعیت داده شده در گواهی کالیبراسیون، موارد زیر نیز می‌تواند در عدم قطعیت سهم داشته باشند:

- ناپایداری بلند مدت خلأسنج، پراکندگی حد تفکیک آن، پراکندگی مقادیر نشان داده شده، خطای اندازه‌گیری میزان انحراف، جابجایی انحراف، اثر شرایط محدود، دماهای متفاوت محفظه‌ی کالیبراسیون هنگام استفاده به عنوان استاندارد مرجع و زمانی که کالیبره شده است، جابجایی دما و القای متقابل خلأسنج‌ها.  
 - عدم قطعیت اعداد خوانده شده خلأسنج تحت واسنجی مربوط به پراکندگی حد تفکیک، پراکندگی مقادیر نشان داده شده، خطای اندازه‌گیری انحراف، خطای جابجایی، جابجایی دما در طی کالیبراسیون و القای متقابل خلأسنج‌ها.

- عدم قطعیت مربوط به وجود ناخالصی‌ها در گاز واسنجی

- تکرار پذیری اندازه‌گیری‌ها

معمولاً عدم قطعیت بسط یافته  $U=ku$  که در آن  $k=2$  را در گواهی واسنجی بیان می‌کنند. برای یک توزیع بهنجار، این برابر ۹۵٪ فاصله قابل اطمینان است.

### ۳.۸. واسنجی خلأسنج پیرانی

در این پژوهش، میزان انحراف یک فشارسنج خازنی کالیبره شده توسط کالیبراتور مک‌لئود که در طول

زمان از وضعیت کالیبره خارج شده، در دو فاصله زمانی مشخص تعیین و مقایسه می‌گردد و در انتها تفاوت

<sup>۲۱</sup> Drift in Time

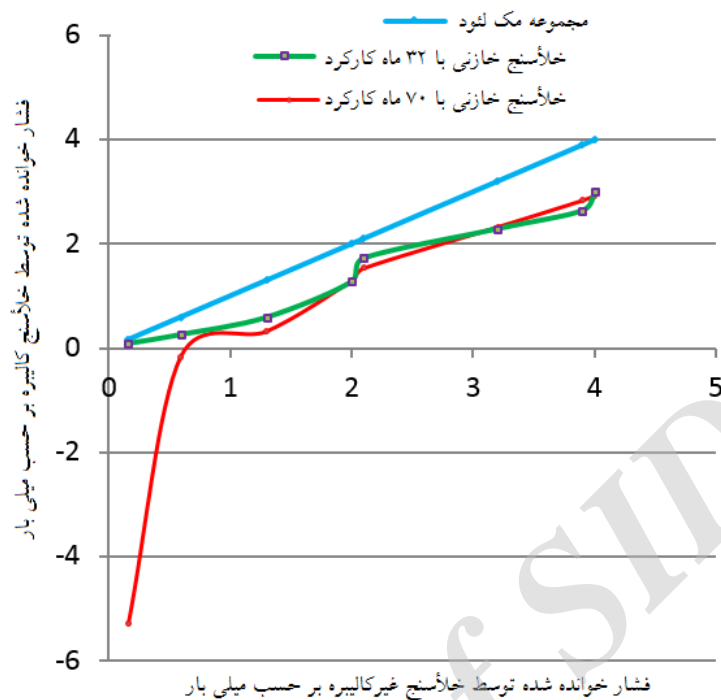
وضعیت یک خلأسنج پیرانی قبل و بعد از واسنجی نشان داده می‌شود. در این فرایند واسنجی، از روش تعادل ایستا که در آن پمپ تخلیه کننده، توسط یک شیر خلأ از خلأسنج‌ها منفک و گاز ورودی، فشار را به نقاط فشاری مورد نظر می‌رساند استفاده شده است.

### ۳.۸.۱ فرآیند اجرا

یک خلأسنج مک‌لئود و یک خلأسنج خازنی ساخت شرکت Edwards مدل Barocel600 با گذشت ۳۲ و ۷۰ ماه از واسنجی آن، بطور متقارن به ورودی‌های دستگاه خلأ واسنجی مدل EDS100 متصل گردید. ابتدا خلأسنج خازنی به مدت ۳۰ دقیقه در حالت روشن گرم و پایدار شد. سپس محفظه توسط پمپ چرخشی تخلیه و فشار نمایش داده شده توسط دو فشارسنج ثبت و منحنی تغییرات نسبی ترسیم گردید (جدول ۱ و شکل ۲). این منحنی برای یک خلأسنج کالیبره ایده‌آل در تمام فشارها، منطبق بر نیمساز ربع اول است (شکل ۳-۱، خلأسنج کالیبره).

جدول ۱- تغییرات فشار یک خلأسنج خازنی شرکت Edwards مدل Barocel600 نسبت به خلأسنج مک‌لئود پس از ۳۲ ماه از زمان واسنجی آن												
مک‌لئود (میلی‌بار)	۰/۳	۰/۱۲	۰/۷	۱/۳	۲	۲/۳	۳	۴	۶	۷	۹	۹/۵
باروسل ۶۰۰ (میلی‌بار)	۰/۲۵	۰/۰۸	۰/۵۸	۱/۲۵	۱/۷	۲/۲۶	۲/۶۱	۳/۹۶	۵/۸۱	۶/۸۲	۸/۳۴	۸/۸۸

جدول ۲- تغییرات فشار یک خلأسنج خازنی شرکت Edwards مدل Barocel600 نسبت به خلأسنج مک‌لئود پس از ۷۰ ماه از زمان واسنجی آن												
مک‌لئود (میلی‌بار)	۰/۰۹	۰/۱۵	۰/۱۶	۰/۵۹	۱/۲۵	۱/۳	۲	۲/۱	۳/۲	۳/۹	۴	۹
باروسل ۶۰۰ (میلی‌بار)	۰/۵	۰/۴۵	۰/۴۷	۰/۸۴	۱/۲۹	۱/۳۲	۱/۳۷	۱/۶۱	۲/۴	۲/۹۱	۲/۹۹	۷



شکل ۳-۱۵: منحنی تغییرات نمایش فشار خلأ سنج خازنی پس از ۳۲ و ۷۰ ماه از زمان کالیبره شدن

مقایسه دو منحنی خلأ سنج خازنی در شکل ۳-۱۵ نشان می‌دهد که با گذشت زمان طولانی از واسنجی می‌توان رفتارهای زیر را در خلأ سنج مشاهده نمود:

۱- با گذشت زمان خلأ سنج از وضعیت کالیبره بیشتر دور شده و بنابراین خطای اندازه‌گیری زیادتر می‌شود.

۲- حسگر خلأ سنج از حالت خطی خارج می‌شود.

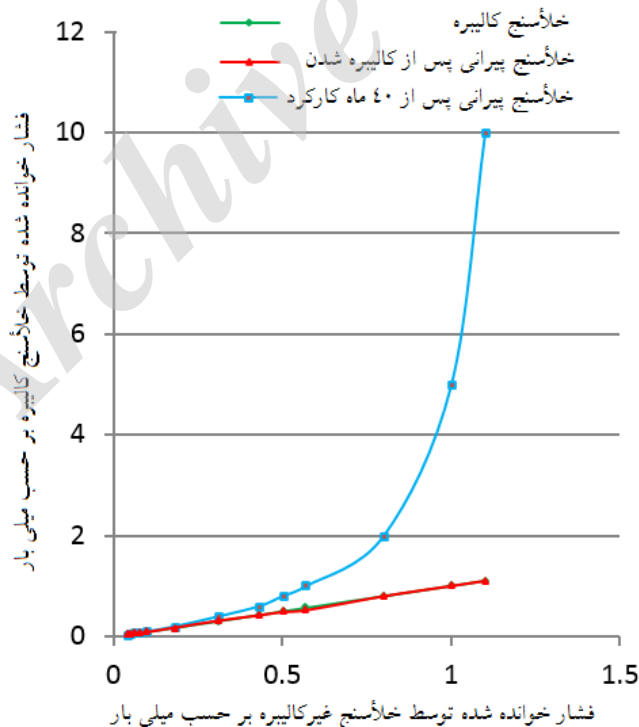
۳- عملکرد حسگر و سخت‌افزار خلأ سنج، در نواحی اصلی کار آن مختل می‌شود. زیرا حسگر خلأ سنج در نواحی مربوط به ماموریت خود یعنی محدوده ۰/۰۱ تا ۰/۵ میلی‌بار حتی مقادیر منفی نیز را نشان می‌دهد (شکل ۲). در حالی که منحنی تغییرات بعد از ۳۲ ماه، اگر چه خروج از وضعیت کالیبره را نشان می‌دهد ولی تغییرات آن نسبتاً عادی و تقریباً مطابق با تغییرات یک حسگر خطی است.

۴- در نواحی مختل شده، با هیچ نوع تقریب خطی و یا روش دیگری نمی‌توان مقدار خوانده شده را اصلاح نمود. در حالی که در کالیبراسون یک خلأ سنج در زمان مناسب، به راحتی می‌توان آن را کالیبره نمود.

آزمایش فوق با یک دستگاه خلأ سنج پیرانی ساخت شرکت Edwards مدل PR10K که حدود ۴۰ ماه از زمان واسنجی آن می‌گذشت تکرار و منحنی‌های شکل ۷-۲ طبق داده‌های جدول ۳ بدست آمد. در این

آزمایش ابتدا وضعیت PR10K در مقایسه با مک لئود بررسی و مقادیر فشار در نقاط مختلف ثبت گردید. منحنی تغییرات فشار این خلأ سنج در شکل ۳ نمودار نمایی نشان می‌دهد آستانه خروج از واسنجی بطور محسوس در حدود ۰/۳ میلی بار می‌باشد و در فشارهای بیش از ۰/۷ میلی بار بطور نمائی از وضعیت کالیبره انحراف پیدا می‌نماید و این انحراف بر خلاف خلأ سنج‌های خازنی در فشارهای بالاتر اتفاق می‌افتد. از طرفی چون کمیت‌های قابل تغییر این خلأ سنج از نوع مقاومتی است به خوبی به روش اولیه و توسط کالیبراتور مک لئود قابل کالیبره شدن بوده است (انطباق منحنی‌ها در شکل ۳-۲).

مک لئود (میلی بار)	۰/۰۵	۰/۰۶	۰/۰۷	۰/۰۹	۰/۱۸	۰/۳۱	۰/۴۳	۰/۵	۰/۵۷	۰/۸	۱	۱/۱
PR10K پیش از واسنجی (میلی بار)	۰/۰۴	۰/۰۶	۰/۰۸	۰/۱	۰/۲	۰/۴	۰/۶	۰/۸	۱	۲	۵	۱۰
PR10K پس از واسنجی (میلی بار)	۰/۰۵۱	۰/۰۶	۰/۰۶۷	۰/۰۸۷	۰/۱۹	۰/۲۹	۰/۴۲۶	۰/۴۹	۰/۵۲۶	۰/۸	۱	۱/۱۴



شکل ۳-۱۶: منحنی تغییرات نمایش فشار خلأ سنج پیرانی پس از ۴۰ ماه از زمان کالیبره شدن و واسنجی مجدد

### ۳.۸.۲ تحلیل آماری داده ها

خطای فشارهای خوانده شده قبل و بعد از واسنجی خلأ سنج PR10K، در جدول ۴ آمده است:

جدول ۴- خطای فشار خلأ سنج پیرانی Edwards مدل PR10K نسبت به خلأ سنج مک لئود پس از ۴۰ ماه از زمان واسنجی آن و پس از واسنجی												
مک لئود (میلی بار)	۰/۰۵	۰/۰۶	۰/۰۷	۰/۰۹	۰/۱۸	۰/۳۱	۰/۴۳	۰/۵	۰/۵۷	۰/۸	۱	۱/۱
PR10K پیش از واسنجی (میلی بار)	-۰/۰۱	۰	+۰/۰۱	+۰/۰۱	+۰/۰۲	+۰/۰۹	+۰/۰۱۷	+۰/۳	+۰/۴۳	+۱/۲	+۴	+۸/۹
PR10K پس از واسنجی (میلی بار)	+۰/۰۰۱	۰	-۰/۰۰۳	-۰/۰۰۳	-۰/۰۱	-۰/۰۲	-۰/۰۰۴	-۰/۰۱	-۰/۰۴۴	۰	۰	+۰/۰۴

از داده‌های موجود در جدول خطای متوسط خام قبل از واسنجی برابر ۱/۲۴۷ و بعد از آن برابر ۰/۰۰۴ است که به هیچ وجه قابل مقایسه نیستند. اما مقایسه دقیق تر آماری در شرایط نسبی صورت می‌گیرد. بنابراین هرگاه خطای نسبی برای هر ستون جدول ۴ محاسبه شود (جدول ۵) اطلاعات ملموس تری بدست می‌آید.

جدول ۵- خطای نسبی فشار یک خلأ سنج پیرانی Edwards مدل PR10K پس از ۴۰ ماه از زمان واسنجی آن و پس از واسنجی												
مک لئود (میلی بار)	۰/۰۵	۰/۰۶	۰/۰۷	۰/۰۹	۰/۱۸	۰/۳۱	۰/۴۳	۰/۵	۰/۵۷	۰/۸	۱	۱/۱
PR10K پیش از واسنجی (میلی بار)	-۰/۲	۰	+۰/۱۴	۰/۱۱	+۰/۱۱	+۰/۲۹	+۰/۰۴	+۰/۶	+۰/۷۵	+۱/۵	+۴	+۸/۰۹
PR10K پس از واسنجی (میلی بار)	+۰/۰۲	۰	-۰/۰۴۳	-۰/۰۳۳	-۰/۰۵۵	-۰/۰۶	-۰/۰۰۹	-۰/۰۲	-۰/۰۷۷	۰	۰	+۰/۰۳۶

با استفاده از داده های جدول ۵، میانگین خطای نسبی پیش از واسنجی برابر ۱/۲۸۶ و پس آن برابر ۰/۰۲ است. نسبت خطاها در محاسبه پیشین ۳۱۱/۷۵ برابر بود در حالیکه نسبت خطا در محاسبه اخیر برابر ۶۴/۳ است. در هر دو محاسبه می‌توان دریافت که واسنجی دستگاه به میزان قابل ملاحظه‌ای خطای اندازه‌گیری را کاهش داده است.

برای بررسی انحراف<sup>۲۲</sup>، از داده‌های جدول ۶-۲ که در آن اختلاف مقادیر جدول ۵ با مقادیر میانگین ثبت شده استفاده می‌گردد.

جدول ۶- اختلاف خطای نسبی و میانگین فشار خلأ سنج پیرانی Edwards مدل PR10K پس از ۴۰ ماه از زمان واسنجی آن و پس از واسنجی												
مک لئود (میلی بار)	۰/۰۵	۰/۰۶	۰/۰۷	۰/۰۹	۰/۱۸	۰/۳۱	۰/۴۳	۰/۵	۰/۵۷	۰/۸	۱	۱/۱
PR10K پیش از واسنجی (میلی بار)	۱/۴۹	۱/۲۹	۱/۱۵	۱/۱۸	۱/۱۸	۱	۱/۴۵	+۰/۶۹	+۰/۵۴	-۰/۲۱	-۲/۷۱	-۷/۸
PR10K پس از واسنجی (میلی بار)	۰	۰/۰۲	+۰/۰۶۳	+۰/۰۵۳	+۰/۰۷۵	+۰/۰۸	+۰/۰۲۹	+۰/۰۴	+۰/۰۹۷	۰	۰	-۰/۰۱۶

بازهم از جدول ۶ دیده می‌شود انحراف از میانگین در مقادیر خطای نسبی قبل و بعد از واسنجی اختلاف زیادی وجود دارد. همچنین میانگین انحراف در دو حالت بترتیب برابر ۱/۷۲۴۱۷ و ۰/۰۳۶۴۲ است که نشان می‌دهد انحراف از میانگین در قبل از واسنجی در حدود ۶۰ برابر است. البته اگر دو ستون آخر که در فشار بالای یک میلی بار است حذف شود این کمیت‌ها در قبل و پس از واسنجی بترتیب برابر ۱/۰۱۸ و ۰/۰۸۳۷ خواهد شد که بازهم نسبتی بیش از ۱۰ برابر دارند.

### ۳.۸.۳ عدم قطعیت ناشی از روش واسنجی یا شرایط واسنجی

مجموع انحراف های فشار  $\delta p_m$  که به وسیله این روش واسنجی ایجاد می‌شود، به صورت زیر محاسبه می‌گردد:

$$\delta p_m = \delta p_{T,m} + \delta p_{cf,m} + \delta p_{t,m} \quad (11)$$

که در آن

$\delta p_{T,m}$  انحراف فشار ناشی از اختلاف دما در ناحیه اتصال دهانه‌ها را نشان می‌دهد.

$\delta p_{cf,m}$  انحراف فشار در اتصال دهانه‌ها ناشی از اختلاف ارتفاع، تراوش، نشت، شرایط شار و سرعت پمپ را

نشان می‌دهد مانند موارد سنج‌های با کاتد یونی سرد.

این عدم قطعیت از نوع زمانی و مربوط به مولفه‌های زیر است:

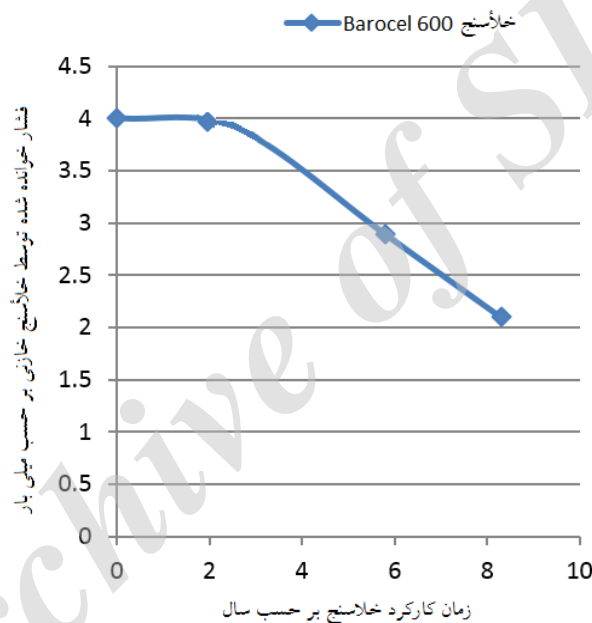
$$\delta p_m = \delta p_{t,m} = \frac{\partial p_{t,m}}{\partial t_g} \delta t_g + \frac{\partial p_{t,m}}{\partial t_r} \delta t_r$$

<sup>22</sup> Deviation



که در آن  $\delta t_g$  تاخیر پاسخ‌دهی نمایشگر فشار و برابر  $0/5$  ثانیه و  $\delta t_r$  خطای زمانی در خواندن مقدار واقعی فشار و برابر  $0/2$  ثانیه است. بنابراین با توجه به اینکه تغییرات زمانی فشار در دوره اندازه‌گیری، بطور متوسط  $0/1$  میلی بار بر ثانیه بوده است، مقدار عدم قطعیت زمانی برابر  $0/07$  میلی بار تعیین می‌گردد. در شکل ۳-۳ تغییرات زمانی انحراف خلأسنج خازنی (B600) در فشار ۴ میلی بار در یک دوره زمانی ۸ ساله ترسیم شده است.

بدیهی است که در سال اول از زمان واسنجی، انحراف خلأسنج از مقدار واقعی نسبت به سال‌های بعد کمتر است.



شکل ۳-۳- تغییرات زمانی نمایش فشار خلأسنج خازنی در فشار ۴ میلی بار

### ۳.۹. نتیجه‌گیری

کالیبره کردن خلأسنج‌ها بخصوص خلأسنج‌های پیرانی و دیگر خلأسنج‌های خلأ متوسط که یکی از مهم‌ترین کاربردهای آن‌ها نمایش فشار منطقه پشتیبان پمپ‌های حساسی مانند پمپ نفوذی و توربومولکولار است، از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است. تأخیر در واسنجی این خلأسنج‌ها می‌تواند علاوه بر عدم موفقیت در پژوهش، به تخریب خلأسنج نیز منتهی گردد که هزینه‌های گزافی را بیش از ده‌ها برابر هزینه واسنجی سالانه برای مصرف‌کننده ایجاد خواهد نمود.

تحلیل آماری داده‌های بدست آمده از اندازه‌گیری فشار در فرایند واسنجی نشان می‌دهد که گذشت زمان یک خلأسنج کالیبره را از شرایط صحیح خود دور و نتایج اندازه‌گیری را مختل می‌نماید. انحراف از میانگین خطا به میزان بیش از ده برابر (بطور دقیق ۱۲/۲ برابر) در صورت کالیبره نشدن خلأسنج، امکان خطای اندازه‌گیری را به میزان بیش از ۱۰ برابر از مقدار واقعی به نمایش می‌گذارد.

علاوه بر آن مروری بر جدول‌ها نشان می‌دهد واسنجی خلأسنج‌ها توزیع یکنواختی در اندازه‌گیری فشار را بدست می‌دهد. جدول ۴ نشان می‌دهد خطای صفر در ۲۵٪ نقاط اندازه‌گیری شده وجود دارد در حالیکه این در قبل از واسنجی کمتر از ۱۰٪ است. همچنین بیشینه خطا در خلأسنج واسنجی شده ۰/۰۴۴ میلی‌بار است در حالی که این کمیت در پیش از واسنجی ۸/۹ میلی‌بار است که نسبتی برابر با ۲۰۰ را بیان می‌نماید.

انطباق بسیار خوب منحنی خلأسنج پیرانی واسنجی شده PR10K با منحنی مک‌لئود در شکل ۳-۲ نیز، نشانگر این است که واسنجی این سامانه با دقت نسبتاً بالائی انجام گرفته است.

### ۳.۱۰. رعایت نکات کار با جیوه در آزمایشگاه

با توجه به اثرات خطرناک جیوه و ترکیبات آن بر سلامت انسان و محیط زیست، در حال حاضر در دنیا اقدامات مفید و مؤثری به خصوص در کشورهای توسعه یافته مانند کشورهای اروپا و ژاپن انجام شده است. حذف جیوه از محصولات و تجهیزات صنعتی، کاهش و محدودیت مصرف آن در بخش پزشکی، کشاورزی، شهری و خانگی و یافتن جایگزین‌های مناسب برای آن، یکی از این اقدامات بوده است. همچنین مدیریت زیست محیطی پسماندها و فاضلابهای حاوی جیوه و بازیافت جیوه به عنوان یکی از مهمترین اقدامات در جهت جلوگیری از انتشار آلودگی به محیط‌های آبی، خاک و در نهایت محصولات کشاورزی و ماهی‌های دریائی در بسیاری از کشورها در حال اجرا است. لذا در هنگام کار با جیوه باید نکات ایمنی در مورد آن را رعایت نمود. توضیحات لازم و کافی در مورد خطرات و ایمنی کار با جیوه، در پیوست ۳ همین گزارش آمده است.



#### ۴. فهرست مراجع

- [1] Rashid H., Akram H.M., Magsood M., Techniques Used for Vacuum Standardization .*Pakistan Vacuum Society*
- [2] Edwards High Vacuum, Mcleod Gauge catalog, Feb. 1980, *Vacustat Gauges* BOC Edwards, England
- [3] McLeod H. , 1874, Apparatus for measurement of low pressures of gas, *Phylosophycal Magazine*, (48)110-113
- [4] Akram H.M., Magsood M., Rashid H., Development and Characterization of Volume Expansion Vacuum Standard, *Pakistan Vacuum Society*
- [5] Akram H.M., Vacuum Standardization for High Energy Particle Systems, Chapter 5 (Phd Thesis)
- [6] Poulter K.F., 1977, The calibration of vacuum gauges, *J.phys .E: Scientific Instruments*, (10), 2, REVIEW ARTICLE
- [7] Dittmann S., March 1989, High vacuum standard and its use, Center for Basic Standards National Measurement Laboratory National Institute of Standards and Technology Gaithersburg, MD 20899., US Government Printing Office, Washington, 1989

Archive of SID



## ۵. پیوست ۱: استاندارد بین المللی ISO 3567

ویرایش اول ۱۵-۱۲-۲۰۱۱

Archive of SID

## ۱- منابع استاندارد

مدارک ارجاع داده شده‌ی ذیل برای کاربرد این استاندارد ضروری است. برای مراجع تاریخ‌دار فقط چاپ ذکر شده استفاده می‌شود. برای منابع بدون تاریخ، آخرین چاپ مدرک رجوع داده شده (شامل هرگونه تصحیحات و ضمائم) استفاده می‌شود.

ISO/IEC Guide 98-3، عدم قطعیت اندازه‌گیری‌ها- بخش ۳: در مورد عدم قطعیت در اندازه‌گیری‌ها راهنمایی می‌کند. (GUM 1995)

ISO/IEC 17025:2005، نیازهای کلی برای صلاحیت آزمایشگاه‌های تست و کالیبراسیون.

## جملات و تعریف‌ها

### استاندارد اولیه

[ منبع: ISO/IEC GUIDE 5.4 99-2007 اصلاح شده ]

استاندارد اندازه‌گیری که بر پایه استفاده از فرآیند اندازه‌گیری یک مرجع اولیه می‌باشد.

### استاندارد ملی

[ منبع: ISO/IEC GUIDE 5.3 99-2007 ]

استاندارد اندازه‌گیری تشخیص داده شده به وسیله اعتبار ملی برای به کار بردن در دولت یا اقتصاد به عنوان پایه‌ای برای انتصاب سایر مقادیر کمی به دیگر استانداردهای اندازه‌گیری برای نوعی از کمیت مورد بحث.

### استاندارد مرجع

[ منبع: ISO/IEC GUIDE 5.6 99-2007 ]

استاندارد اندازه‌گیری که برای واسنجی سایر استانداردهای اندازه‌گیری کمیت‌هایی از یک نوع مشخص در یک سازمان یا موقعیت مشخص، تخصیص داده می‌شود. توجه: در این استاندارد بین‌المللی استاندارد مرجع مترادف با خلأسنج مرجع است.

### خلأسنج

[ منبع: ISO 3529-3: 1981, 3.1.2 ]

وسیله‌ای برای اندازه‌گیری فشار گاز یا بخاری است که کمتر از فشار معمول اتمسفر می‌باشد.

**توجه ۱.** بعضی از انواع خلأسنج‌ها فشار را به طور مستقیم اندازه‌گیری نمی‌کنند، ولی بعضی از سایر کمیت‌های فیزیکی که در شرایط خاص با فشار مرتبط هستند را اندازه می‌گیرند.

**توجه ۲.** برای جملات و تعاریف خلأسنج‌های خلأ مورد استفاده متفاوت، به استاندارد ISO 3529-3 رجوع شود.

### هد خلأسنج

[ منبع: 3.1.2.1: ISO 3529-3:1981 اصلاح شده ]

قسمتی از خلأسنج که شامل عنصر حساس به فشار است و به طور مستقیم به سیستم خلأ وصل شده است. توجه: یک هد خلأسنج شامل تجهیزات عملیاتی اش معمولاً انتقال دهنده نامیده می شود.

### ۱- تجهیزات عملیاتی

قسمتی از خلأسنج که روی هد آن عمل می کند و (یا) سیگنال مرتبط با فشار را تحویل می دهد.

### واحد تحت واسنجی (Unit Under Calibration)

خلأسنجی که باید کالیبره شود.

### تنبوشه<sup>۲۳</sup> ورودی

تنبوشه ای که به وسیله آن UUC یا خلأسنج مرجع به محفظه واسنجی متصل است.

### محفظه واسنجی

محفظه خلأ که به عنوان یک واسط خلأ معمول برای UUC و خلأسنج مرجع عمل می کند.

### دهانه ورودی

یک محل باز در محفظه واسنجی که به UUC، خلأسنج مرجع یا هر بخش دیگری متصل (ختم) می شود.

### گاز واسنجی

انواع گاز یا مخلوطی که برای تغییر فشار در محفظه واسنجی به کار می رود.

### جذب

جذب یک گاز یا بخار به وسیله ماده جامد یا سیال مایع

### پس دهی (desorption)

آزاد کردن گازها و بخارهای جذب شده از سطح ماده

### آهنگ گازدهی<sup>۲۴</sup>

آهنگی که در آن مولکول ها و اتم های جذب شده در یک ماده، در محیط خلأ آزاد می شوند.

### فشار کلی (P)

جمع فشارهای همه ی مؤلفه های مخلوط گازی

توجه: خلأ معمولاً به عنوان فشار مطلق یک گاز رایج در یک محفظه ی بسته اندازه گیری می شود. براساس

پاسکال یا میلی بار

$$1\text{mbar}=0.1\text{Mpa}=10^5\text{pa}, \quad 1\text{mbar}=100\text{pa}, \quad 1\text{Mpa}=1\text{N/mm}^2$$

<sup>23</sup> Flange

<sup>24</sup> outgassing

## فشار باقی مانده

پایین ترین فشاری که پس از گذشت ۲۴ ساعت از شروع تخلیه محفظه‌ی کالیبراسیون قابل دسترسی است. توجه: فشار باقی مانده در شرایط پخت محفظه‌ی کالیبراسیون به چیزهای دیگری وابسته است.

## فشار پایه

فشار پایه، فشار محفظه کالیبراسیون است، قبل از اینکه گاز به داخل محفظه‌ی کالیبراسیون جهت کالیبره کردن وارد بشود، یا خیلی بعدتر از اینکه شیر ورودی گاز برای مدتی بسته شده باشد. توجه: فشار پایه می تواند از فشار باقی مانده بالاتر باشد اما نمی تواند پایین تر باشد.

## ۲- علائم و جملات مخفف

D - شعاع استوانه (میلی بار)

e - خطای خواندن

P - فشار نهایی خلأ (پاسکال یا میلی بار)

$P_0$  - فشار پایه (پاسکال یا میلی بار)

$P_{cal}$  - فشار کالیبراسیون

$P_{ind}$  - فشار نمایشی

$P_{res}$  - فشار باقی مانده

$Q_{out}$  - آهنگ گازدهی بر حسب پاسکال در لیتر بر ثانیه یا میلی بار در لیتر بر ثانیه یا پاسکال در متر مکعب بر ثانیه

$q_{v,eff}$  - آهنگ جریان حجمی مؤثر پمپ: لیتر مؤثر بر ثانیه یا متر مکعب بر ثانیه، آهنگ جریان حجمی ورودی به پمپ

S - حساسیت (ضریب) پاسکال به توان (-۱)

u - عدم قطعیت استاندارد

U - عدم قطعیت بسط یافته

CF - ضریب تصحیح

UUC - تحت کالیبراسیون

## ۳- اصل کلی:

خلأسنجی که باید کالیبره شود، مشابه خلأسنج مرجع به محفظه‌ی کالیبراسیون وصل می شود. کالیبراسیون خلأسنج بوسیله‌ی مقایسه مستقیم با یک خلأسنج مرجع، به این صورت انجام می شود که فلنچ ورودی به UUC و فلنچ خلأسنج مرجع را باز می گذارند تا به یک چگالی و سرعت مشابه از مولکول های گاز برسند. توزیع مشابه سرعت و چگالی این مولکول ها به معنای فشار مشابه در دو موقعیت است نه در جهت معکوس. بنابراین انواع زیادی از خلأسنج های خلأ هستند که فشار را اندازه نمی گیرند - به جای آن برای

مثال، چگالی گاز یا آهنگ برخورد مولکول‌های گاز به دیواره - این دو مورد اشاره شده دقیق‌تر از این است فقط گفته شود فشار در دو دهانه ورودی برابر است.

چگالی گاز در محفظه می‌تواند تغییر کند و اعداد خوانده شده‌ی uuc با فشار نمایشی توسط خلأسنج مرجع مقایسه می‌شود.

از این اصل، نیازها برای طراحی یک واحد کالیبراسیون، استنباط می‌شود.

#### ۴- نیازهای طراحی

##### طراحی محفظه‌ی کالیبراسیون

محفظه باید طوری طراحی شود که پایداری زمانی و مکانی توزیع گاز در حجم مورد اندازه‌گیری، تامین گردد. در کل، جنس محفظه‌ی کالیبراسیون باید طوری باشد که فشار باقیمانده  $p_{res}$  اندازه‌گیری شده توسط سرعت مؤثر تخلیه  $q_{V,eff}$ ، آهنگ جریان حجمی مؤثر پمپ و آهنگ گازدهی در محفظه‌ی کالیبراسیون و فاکتور عدم نشتی برای انجام کالیبراسیون به اندازه‌ی کافی کوچک باشد مطابق معادله:

$$p \gg \frac{Q_{out}}{q_{V,eff}} p_{res}$$

به طور دقیق محفظه کالیبراسیون باید مطابق دستور ذیل طراحی شده و عمل نماید. اگر چه از مراحل a) تا e) زمانی که حداقل فشاری که باید در داخل محفظه‌ی خلأ تشخیص داده شود بزرگتر از ۱۰۰ پاسکال باشد، ممکن است صرف نظر شود و فقط فشار استاتیک نشان داده شود. مستقل از فشار حداقل، از مراحل a) تا b) ممکن است زمانی که فشار استاتیک نمایش داده می‌شود، صرف نظر شود.

a) محفظه‌ی کالیبراسیون باید حجم حداقل ۲۰ برابر حجم کل خلأسنج‌ها و لوله‌ها و اتصالات همراه محفظه و خلأسنج‌ها باشد.

b) شکل محفظه کالیبراسیون باید استوانه‌ای باشد که حداقل در یک محورش متقارن است (شکل ۳-۴ ملاحظه شود). یک کره ایده‌آل است، اما دو برآمدگی متقارن، هر کدام بخشی از کره که به هم یا استوانه‌ها متصل شده‌اند به طور مساوی ممکن است. جایی که یک استوانه استفاده می‌شود طول کلی آن باید یک و یا دو برابر قطر آن باشد و انتهای برآمده پیشنهاد شده است.

c) مرکز سطح مقطع خروجی پمپ و ورودی گاز باید در راستای محور استوانه‌ای محفظه‌ی واسنجی باشد. ورودی گاز ممکن است بین خروجی پمپ و سیستم پمپ قرار گرفته باشد. در این مورد هیچ نیازی نیست که ورودی گاز در راستای محور تقارن باشد.

d) همه‌ی دهانه‌های ورودی با تنبوشه‌هایشان که به آنها uuc و خلأسنج مرجع وصل می‌شود باید در نقشه‌ی معمول، با محور تقارن استوانه‌ای انتخاب شده برای خروجی پمپ باشند موازی.



جایی که یک استوانه استفاده می‌شود، پیشنهاد می‌شود که نقشه‌ی استوایی، استوانه را به دو بخش با طول مساوی جدا می‌کند. جایی که یک استوانه با طولی برابر  $1/5$  قطر استفاده می‌شود (مناسب اندازه‌گیری‌های سرعت پمپ)، خلأسنج‌ها در یک سوم طول (یک دوم قطر) بالاتر از دهانه پایینی قرار می‌گیرند.

(e) اختلاف دما بین نقاط دلخواه در طول محفظه خلأ باید کمتر از ۱ کلوین باشد. از نقاط نزدیک‌تر از ۵ سانتی‌متر به دهانه‌ی ورودی هد خلأسنج گرم شده، ممکن است صرف نظر شود.

(f) میانگین فضای دمای محفظه‌ی کالیبراسیون باید  $(23+3)$  یا  $(23-3)$  باشد و در طول کالیبراسیون میانگین دما نباید بیشتر از ۱ کلوین تغییر بکند.

اگر شرایط طراحی (a) تا (e) محقق نشود، تصحیح ممکن برای چگالی مولکولی و توزیع سرعت نامساوی در دهانه ورودی خلأسنج مرجع و UUC باید اندازه‌گیری شده و عدم قطعیت جمله‌ی تصحیحی باید تخمین زده شود.

#### ۵- آزمون خلأسنج‌ها

۱. به منظور کمینه کردن توزیع نامتعادل مولکولی (فشار) حاصل از جذب و پمپ (تخلیه) خلأسنج‌ها و گازدهی و غیره، اتصالات لوله‌ای محفظه‌ی کالیبراسیون و خلأسنج‌ها باید به اندازه ممکن کوتاه باشد. باید ابعادی حداقل برابر ناحیه باز فلنچ ورودی خلأسنج داشته باشد. در موردی که UUC یا خلأسنج مرجع یک فشار حرارتی خاص به محفظه‌ی کالیبراسیون تحمیل می‌کند، طول لوله ممکن است زیاد شود تا هدایت حرارتی را کاهش بدهد.

۲. باید مراقبت لازم برای اطمینان از اینکه عملکرد هر یک از خلأسنج‌های مرجع و UUC هیچ اثر تداخلی روی نتایج خوانده شده توسط دیگری نداشته باشند، انجام شود. یک کنترل روی مرتبه‌ی عدم قطعیت فشار پایه، قابل قبول است.

توجه: تداخل متقابل می‌تواند با مشاهده‌ی اعداد خوانده شده در حالتی که خلأسنج دیگر روشن است یا خاموش چک شود.

۳. هیچ جریان قابل توجه هوای گرم یا سرد نباید روی فشار سنج مرجع یا UUC وجود داشته باشد.

#### خلأ و سیستم ورود گاز

۱. فشار پایه در محفظه‌ی کالیبراسیون باید کمتر از ۰.۱ پایین‌ترین فشار تشخیص داده شده برای کالیبراسیون، که توسط خلأسنج مرجع تعیین شده است، باشد. پمپ خلأ و اتصالاتش به محفظه‌ی خلأ باید از نظر سایز هماهنگ شوند. کمترین عدم قطعیت ناشی از اثر فشار پایه، قابل دسترسی و محاسبه است. به شرطی که مقدار فشار پایه زیر حد تفکیک UUC یا خلأسنج مرجع باشد. پیشنهاد می‌شود که فشار پایه پایین‌تر از حد تفکیک خلأسنج تحت کالیبراسیون یا خلأسنج مرجع، برقرار شود، اگر حد تفکیک آن بزرگتر یا مساوی ۱ میلی پاسکال است.

توجه: جایی که فشار باقی مانده‌ی کم و فشار پایه در محفظه‌ی کالیبراسیون مورد نیاز است، ضروری است که برای سرعت بخشیدن به حرکت گازهای جذب شده یا بخارات از دیواره، محفظه حرارت داده شود.

۲. استفاده از یک سیستم تخلیه با حداکثر ظرفیت که به طور پیوسته گاز را به اتمسفر تخلیه کند، توصیه می‌شود. اگر هیچ پمپی با حداکثر ظرفیت مورد استفاده قرار نگرفته باشد باید مراقبت شود که سرعت مؤثر تخلیه در طول فرآیند کالیبراسیون پایدار باقی بماند.

۳. از هرگونه بازگشت روغن به سیستم خلأ باید جلوگیری شود.

۴. فشار پایه و فشار باقی‌مانده باید با استفاده از یک خلأسنج اضافی (یدکی) نمایش داده شود.

۵. ورودی گاز می‌تواند به یکی از این دو صورت باشد: ورود گاز به لوله بین محفظه‌ی خلأ و سیستم پمپ و یا به طور جداگانه روی محور تقارن محفظه‌ی خلأ باشد. اگر حالت اخیر انتخاب شود ورودی باید طوری طراحی شود که هر مولکول گاز که می‌آید قبل از ورود به خلأسنج حداقل یک برخورد با دیواره‌ی محفظه یا بافل داشته باشد.

توجه: یک شیر کاهش دهنده سرعت مؤثر تخلیه می‌تواند به کاهش مصرف گاز کمک کند. یک افزایش مشابه از فشار باقی‌مانده باید به عنوان سبک سنگین کردن در نظر گرفته شود.

### گاز کالیبراسیون

برای گاز کالیبراسیون نیتروژن با خلوص ۹۹.۹ درصد یا بهتر توصیه می‌شود. سایر گازها با خلوص مشابه و حتی مخلوط گازها به شرطی که خوب تعریف شده باشند ممکن است در کالیبراسیون استفاده بشود. در فشار زیر ۱۰۰ پاسکال گازها نباید به طور قابل ملاحظه‌ای به سطح برخورد بکنند (جذب). بخارات نباید تحت شرایط محفظه‌ی خلأ جمع بشوند.

### دماسنج‌ها و شرایط محدود

باید دماسنج‌هایی با عدم قطعیت کلی ( $k=2$ ) برابر یا کوچکتر از ۰.۵ کلوین مورد استفاده قرار بگیرند. دمای محفظه‌ی کالیبراسیون باید با ترمومترهایی که در تماس حرارتی خوبی با محفظه هستند اندازه‌گیری شود. محدوده‌ی دمای دور UUC و خلأسنج مرجع باید بوسیله‌ی دماسنج‌هایی که در مکان‌های مناسب قرار داده شده و از تشعشع محافظت می‌شوند، تعیین شوند.

محدوده‌ی دما باید  $(23 \pm 3)$  باشد و نباید در طول کالیبراسیون بیشتر از یک ۱ کلوین تغییر کند. اگر تغییر بیشتر از ۱ کلوین غیر قابل اجتناب است باید مراقبت ویژه انجام بگیرد از همین رو اثرات عدم قطعیت ناشی از سوق دما باید به درستی محاسبه شوند.

هم چنین شرایط محدود ذکر شده در بند ۲ بخش ۵-۳ باید در نظر گرفته شود. به علاوه جریان محدود هوا و تشعشع حرارتی در اتاق کالیبراسیون باید مطابق شرایط دمای بند (e) بخش ۵-۵-۱ برآورده شوند.

### خلأسنج مرجع

خلأسنج مرجع باید کالیبره باشد (نمونه‌ی عادی) براساس استاندارد اولیه یا بین‌المللی خلأ یا یک وسیله اندازه‌گیری مطلق باشد (نمونه کمیاب) براساس واحدهای SI و واحدهایی که عدم قطعیت‌ها قابل محاسبه باشد در نمونه اول، خلأسنج مرجع باید یک گواهی نامه براساس استاندارد ISO/IEC 17025:2005,5.10، داشته باشد.

این استاندارد توصیه می‌کند خلأسنج مرجع حد تفکیک کمتر یا برابر و عدم قطعیت کمتر یا برابر خلأسنج تحت کالیبراسیون داشته باشد، که هر دوتای آن‌ها باید براساس یک استاندارد اولیه کالیبره شده باشند. خلأسنج مرجع باید بر اساس این استاندارد بین‌المللی و برای نوع خاصی از گاز که در کالیبراسیون استفاده خواهد شد، کالیبره شود.

## ۶- کالیبراسیون

### فرآیند عملیات

۱- هنگام استفاده از خلأسنج دقیقاً از دستورالعمل سازنده پیروی کنید. بدون استفاده از سایر روش‌ها (برای مثال توسط مشتری) پیروی کنید. اگر در استفاده اخیر برای یک ست معمول به کار رفته شده است، برای خواندن فشار همان ست معمول را تکرار کنید. همیشه خلأسنج مرجع را بر حسب دستورالعمل سازنده و اطلاعات داده شده در گواهی نامه‌ی کالیبراسیون استفاده کنید.

۲- بعد از نصب کامل خلأسنج تحت خلأ و خلأسنج مرجع زمانی که همه‌ی سیستم کالیبراسیون آماده شد، محفظه‌ی کالیبراسیون را تخلیه کنید. یک سیستم پخت برای رسیدن به دمای پایه ضروری است با لوازم مذکور در ۳-۵-۵

۳- خلأسنج‌ها باید زمانی روشن بشوند که فشار محفظه کالیبراسیون به شرایط عمل خلأسنج مورد نظر نزدیک شده باشد (بعد از پخت و در طول فاز سرد شدن). اجازه بدهید خلأسنج‌ها و تجهیزات جانبی آن‌ها گرم شده و به حالت پایدار برسند. زمان ثابت شدن به نوع خلأسنج و عدم قطعیت‌ها بستگی دارد. انواع خاصی از خلأسنج‌ها در فشارهای خاصی احتیاج به degassing دارند، که باید در طول این دوره‌ی ثابت کردن انجام بگیرد.

اگر هد خلأسنج‌ها با یک شیر ایزولاسیون تحت خلأ نگهداری می‌شود، این شیر فقط باید زمانی باز شود که فشار محفظه‌ی کالیبراسیون به زیر مقدار فشار مورد نظر در هد خلأسنج یا همه‌ی مقیاس خلأسنج رسیده باشد.

۴- تخلیه را کامل کنید تا زمانی که فشار پایه مطابق ۱-۳-۵-۵ بدست بیاید قبل از شروع کالیبراسیون فشار پایه و تمام صفرهای خوانده شده‌ی خلأسنج‌ها را ثبت کنید. این ثبت کردن می‌تواند مطلق باشد در مورد کالیبراسیون که در مراحل کاهشی انجام می‌شوند. (به همین علت) کالیبراسیون باید در یک فشار بالا انجام گیرد. اگر کالیبراسیون همچنان در مراحل کاهشی انجام گیرد توجه داشته باشید که فشار پایه و عدم قطعیت آن باید یک نقش مهم ایفا کنند.

فشار پایه  $p_0$  را در شرایط مشابه سیستم خلأ در طول کالیبراسیون اندازه بگیرید. شیرهای مربوط به خلأ سنج تحت کالیبراسیون و خلأ سنج مرجع در زیر قسمت باز هستند.

۵- سیستم کالیبراسیون فشار اول، هر دو مدل استاتیک یا تعادل پایدار، را طبق دستور برقرار کنید.

### (a) روش استاتیک

استاتیک به این معنی است که شیر مربوط به پمپ بسته است و تا رسیدن به فشار مورد نیاز (برای نقاط فشار هدف) گاز به محفظه ی کالیبراسیون وارد می شود.

(۱) یک بار دیگر فشار پایه را ثبت کنید بعد از بستن شیر سیستم پمپ و قبل از ورود گاز اگر با ثبت مطابق ۵-۶-۱ متفاوت است.

(۲) اگر بالا رفتن فشار در نتیجه ی out gassing و آزاد کردن محفظه کالیبراسیون به اندازه ی ۱۰ برابر پایین ترین فشار کالیبراسیون ۵ دقیقه بعد از بستن شیر باشد، از روش تعادل پایدار استفاده شود.

(۳) مقدار فشار هدف باید با رنج خاصی به مقدار مورد نظر مشتری برسد. اگر هیچ رنج خاصی تعیین نشده باشد مقدار فشار تشخیص داده شده باید درون محدوده ی  $\pm 5\%$  مقدار توافقی فشار هدف باشد.

### (b) روش تعادل پایدار

در این حالت شیر سیستم پمپ به طور کامل باز یا تا قسمتی بسته می ماند. گاز وارد محفظه ی کالیبراسیون می شود تا زمانی که به مقدار مطلوب برسد.

(۱) مقدار هدف فشار باید با یک رنج خاص به مقدار مورد نظر مشتری برسد. اگر هیچ رنج خاصی تعیین نشده باشد مقدار فشار تشخیص داده شده باید درون محدوده ی  $\pm 5\%$  مقدار توافقی فشار هدف باشد.

(۲) فشار تعیین شده توسط خلأ سنج ها باید در طول زمان ثابت شود، بنابراین نباید در ۲.۵ دقیقه بیشتر از ۰.۵ درصد تغییر بکند.

(۳) قبل از ورود گاز، زمانی که شیر سیستم پمپ تا قسمتی بسته است، یک بار دیگر فشار پایه را ثبت کنید، البته اگر با ثبت مطابق بند ۴ بخش ۵-۶-۱ متفاوت است.

در هر دو روش (a) و (b) ثبت اعداد خلأ سنج مرجع و uuc باید در زمان های تصادفی یا در حد امکان در فاصله های زمانی نزدیک به یکدیگر باشد.

۶- اطلاعات زیر باید قبل از کالیبراسیون و در طول آن ثبت شوند:

- مشخصات خلأ سنج مرجع و uuc، شامل نوع خلأ سنج شماره سریال و ساخت هد خلأ سنج و تجهیزات جانبی آن
- تاریخ کالیبراسیون
- دمای محفظه ی کالیبراسیون

- گاز کالیبراسیون
- فشار پایه
- جزئیات تنظیمات خلأسنج، شامل تنظیمات تجهیزات جانبی
- جزئیات مرتبط با نصب خلأسنجها (نوسان هد خلأسنج، موقعیت در محفظه‌ی کالیبراسیون بخصوص، نوع لوله‌های استفاده شده برای هد خلأسنج، نوع فلنج و غیره)
- جدول نتایج شامل اعداد خوانده شده‌ی خلأسنج مرجع uuc
- اگر فقط هد خلأسنج کالیبره شده است، باید این اطمینان داده شود که همه‌ی چیدمان‌ها و شرایط ثبت می‌شوند به طوری که کاربر خلأسنج قادر باشد، اندازه‌گیری‌ها را به طور مشابه طول کالیبراسیون انجام دهد.
- ۷- بعد از تکمیل اندازه‌گیری‌ها در فشار هدف نهایی، سیستم را برای چک کردن عدم وجود نشتی و جذب قابل توجه، آلودگی دیواره‌ها یا نقص در سیستم پمپ و غیره در طول کالیبراسیون، تخلیه کنید. سیستم نیاز دارد در ۱۰ دقیقه به فشار پایه‌ی هدف نهایی برسد، اگر این از سرعت پمپینگ و حجم کلی محفظه قابل انتظار باشد. اگر به دور از انتظار، سیستم زمان بیشتر از ۱۰ دقیقه نیاز پیدا کرد، سیستم کالیبراسیون باید بازسازی و نوسازی شود (به عنوان نمونه تست نشتی، تست پمپ، تمیز کاری، پخت) کالیبراسیون تکرار شود.

#### ۸- ارزیابی اندازه‌گیری‌ها

- موارد ذیل باید برای هر لیست فشار کالیبراسیون بدست آید:
- فشار کالیبراسیون، همان خوانده شده‌های خلأسنج مرجع که مطابق گواهی کالیبراسیون و سایر تصحیحات ضروری برای شرایط طول کالیبراسیون تصحیح شده‌اند.
  - خوانده شده‌های uuc (مقدار متوسط اندازه‌گیری‌های تکراری) تصحیح شده بوسیله ثبت صفرها
  - کمیتی که باید با کالیبراسیون تعیین شود (اشتباه در خواندن، فاکتور تصحیح، فاکتور حساسیت، و غیره)
  - عدم قطعیت اندازه‌گیری در زمان کمیت تعیین شده
- بعضی مواقع یک اندازه‌گیری به عنوان یک میانگین روی یک بازه‌ی بزرگتر فشار می‌تواند تعیین شود، مانند ضریب تطبیق مؤثر یک خلأسنج اسپینینگ روتور، خلأسنج یونیزاسیون یا حساسیت خلأسنج یونیزاسیون.

#### i. عدم قطعیت اندازه‌گیری

- عدم قطعیت استاندارد،  $u$ ، یک کمیت معین شده با کالیبراسیون است، به عنوان مثال: اشتباه در خواندن، فاکتور تصحیح، ضریب حساسیت باید مطابق ISO/IEC GUIDE 98-3 محاسبه شوند. موارد مشترک ذیل می‌تواند در عدم قطعیت‌ها مهم باشد.
- (a) عدم قطعیت فشار ناشی از بی‌دقتی در اندازه‌گیری و جابجایی در طول زمان.

توجه: برای روش استاتیک، جابجایی در زمان می تواند از افزایش فشار بعد از بستن شیر پمپ تخمین زده شود. برای روش تعادل پایدار، جابجایی در زمان با مشاهده‌ی فشار پایه قبل از ورود گاز در طول ۳۰ دقیقه در مکان مشابه شیر پمپ همانطور که در طول نقطه‌ی کالیبراسیون اول بود.

(b) عدم قطعیت ناشی از توزیع نامساوی چگالی و سرعت مولکول‌های گاز در فلنچ ورودی UUC و خلأسنج مرجع. اگر ضوابط طراحی رعایت شده باشد، ممکن است عدم قطعیت مرتبط با این اثرات  $u=0.3\%$  تخمین زده شود، برای فشارهای  $p_{cal}$  زیر ۱۰۰ پاسکال و  $u=0.1\%$  برای فشارهای  $p_{cal}$  بزرگتر یا مساوی ۱۰۰ پاسکال، حتی زمانی که ضوابط ۵-۵-۱ رعایت نشده باشد.

توجه: این عدم قطعیت شامل چگالی و توزیع سرعت نامساوی مولکول‌های گاز و ناشی از علل متعدد است: شرایط خاص جریان بوسیله‌ی جریان گاز رقیق شده در طول سیستم خلأ - شامل اثر شیر نیم بسته‌ی پمپ (و بنابراین عدم تقارن استوانه‌ای با محور محفظه)، جابجایی و گرادیان دما در طول زمان، جذب، پس‌دهی، Outgassing، سرعت تخلیه‌ی خلأسنج‌ها و نشتی‌های کوچک. برای پنج نمونه اخیر از این اثرات فرض می‌شود که جدیدترین تکنولوژی را دارند: به این معنی که همه‌ی اجزا مطابق سطحی که برای فشار پایه لازم است تمیز و پخت شده‌اند، سرعت تخلیه خلأسنج کمتر از ۰.۰۱ برابر سرعت مؤثر تخلیه،  $Seff$ ، در محفظه و تست نشتی انجام شده است. اگر آزمایشگاه اثرات اشاره شده در بالا (به عنوان نمونه مقایسه اندازه‌گیری‌ها در ورودی‌های مختلف بوسیله‌ی تغییر خلأسنج‌ها، اندازه‌گیری دمای مخصوص و توده‌ی دمای زود گذر) را به دقت ارزیابی کند، عدم قطعیت‌های کوچک‌تر هم قابل محاسبه است.

(c) عدم قطعیت کالیبراسیون فشار ناشی از سوق یا تطوّر در زمان.

توجه: این عدم قطعیت می‌تواند با مشاهده‌ی اعداد خوانده شده توسط خلأسنج مرجع در زمانی که معمولاً برای اندازه‌گیری‌ها در فشار هدف داده شده لازم است، تخمین زده شود.

(d) عدم قطعیت اندازه‌گیری خلأسنج مرجع. علاوه بر مقدار عدم قطعیت داده شده در گواهی کالیبراسیون، موارد زیر نیز می‌تواند در عدم قطعیت سهم داشته باشند. مورد ناپایداری خلأسنج، پراکندگی حد تفکیک آن، پراکندگی مقادیر نشان داده شده، بی‌دقتی اندازه‌گیری  $offset$ ،  $offset\ drift$ ، اثر شرایط محدود، دماهای متفاوت محفظه‌ی کالیبراسیون هنگام استفاده به عنوان استاندارد مرجع و زمانی که کالیبره شده است، جابجایی دما و القای متقابل خلأسنج‌ها.

(e) عدم قطعیت اعداد خوانده شده UUC دارای پراکندگی حد تفکیک، پراکندگی مقادیر نشان داده شده،

بی‌دقتی اندازه‌گیری  $offset\ drift$ ،  $offset\ drift$  دما در طول کالیبراسیون و القای متقابل خلأسنج‌ها.

(f) عدم قطعیت شامل (owing) ناخالصی‌ها در گاز واسنجی

(g) تکرار پذیری اندازه‌گیری‌ها

این یک تمرین رایج برای state در گواهی واسنجی که در آن  $U=Ku$  و  $k=2$  یک توزیع عادی این برابر ۹۵ درصد مدت اطمینان است.

### ۹- گواهی نامه واسنجی:

- گواهی نامه واسنجی باید مطابق ISO 17025 صادر شود. علاوه بر آن به طور خاص برای واسنجی خلأسنج- های خلأ مطابق این استاندارد بین المللی موارد زیر بایستی در گواهی نامه ذکر شود.
- مشخصات خلأسنج مرجع و UUC شامل نوع خلأسنج، شماره و شماره سریال و شماره ساخت برای هد خلأسنج ها و تجهیزات جانبی آن ها.
- محدوده دما شامل تغییرات و عدم قطعیت در طول واسنجی.
- دمای محفظه ی واسنجی شامل تغییرات و عدم قطعیت آن در طول واسنجی.
- گاز واسنجی.
- فشار پایه
- جزئیات تنظیمات خلأسنج شامل تنظیمات تجهیزات جانبی.
- جزئیات مرتبط با نصب خلأسنج ها (نوسان هد خلأسنج، موقعیت محفظه ی واسنجی و نوع لوله های استفاده شده برای هد خلأسنج نوع فلنچ ها و...)
- جزئیات مرتبط با شرایط محیطی (فشار اتمسفر و رطوبت و...)
- مدل ریاضی تعیین کمیتی که بوسیله ی واسنجی تعیین می شود.
- اگر یک کمیت با واسنجی تعیین نشود، اطلاعات داده شده در جدول ۱ باید از ثبت اندازه گیری برای هر کمیت فشار بدست بیاید.
- توصیه می شود که معادله ای آماده شود که بوسیله ی آن بتوان با استفاده از خروجی خلأسنج و اطلاعات داده شده در گواهی نامه، فشار صحیح را محاسبه کرد.

جدول - مثال جدول نتایج برای گواهی واسنجی

$p_{cal}$	$p_{ind}$	S یا CF یا e	$U(k=2)$
فشار واسنجی به عنوان میانگین خوانده های خلأسنج مرجع مطابق گواهی واسنجی و مطابق سایر تصحیحات ضروری برای شرایط طول واسنجی	خوانده های نمایش داده شده UUC (نهایتاً میانگین مقادیر اندازه گیری های تکراری) تصحیح شده	کمیتی که باید با واسنجی تعیین شود (به عنوان مثال اشتباه خواندن e، ضریب تصحیح cf ضرایب حساسیت بر حسب ولت/پاسکال	عدم قطعیت (نسبی یا مطلق) بسط یافته ی کمیت در ستون قبلی در زمان واسنجی تعیین شده مطابق ۷.۳
برای ساده سازی بین مشتری و آزمایشگاه واسنجی فقط یک مقدار عدم قطعیت در کل رنج داده می شود. این مقدار باید بزرگترین مقدار در بازه عدم قطعیت فشار است.			

### ۱۰- مشکلات عملی

### B.1 تنظیمات صفر

بعضی از انواع خلأسنج‌ها یک تنظیم صفر دارند. عدد این خلأسنج‌ها باید مطابق دستورالعمل سازنده، زمانی که محفظه واسنجی در فشار پایه است در صفر تنظیم شود. اگر فشار پایه بالای حد تفکیک UUC یا خلأسنج مرجع باشد، این موضوع باید در نظر گرفته شود. در انتهای واسنجی، زمانی که سایر تنظیمات (رنج، بهره و...) تغییر می‌کند، باید تنظیم صفر دوباره چک شود. توجه: زمانی که رنج واسنجی بیشتر از یک دهه را پوشش می‌دهد ضرورت چک کردن دوباره‌ی تنظیم صفر، زمانی که دهه در طول واسنجی تغییر می‌کند. بعضی از انواع خلأسنج‌ها یک تنظیم اتمسفر هم دارند زمانی که محفظه یا هد خلأسنج در فشار اتمسفر قرار دارد مطابق با دستورالعمل‌های سازنده خلأسنج باید تنظیم شود.

### B.2 خلوص گاز واسنجی

خلوص گاز در محفظه‌ی واسنجی می‌تواند با استفاده از آنالیزور گاز باقیمانده چک شود، این موضوع باید در طول واسنجی بررسی شود.

### B.3 نقاط فشار هدف

در کل نقاط فشار هدف مورد توافق مشتری و آزمایشگاه واسنجی است. اگر هیچ چیز مشخص نشده باشد، حداقل ۳ نقطه‌ی هدف برای UUC در نظر گرفته می‌شود. معمولاً ۳ نقطه‌ی هدف در هر دهه با فاصله یکسان خواندن در مقیاس لگاریتمی اندازه‌گیری می‌شوند.

### B.4 اندازه‌گیری‌های تکراری

در کل اندازه‌گیری‌های تکراری یک موازنه (توافق) بین دقت و هزینه‌های کالیبراسیون است و بنابراین موضوع توافق بین مشتری و آزمایشگاه کالیبراسیون است. یک اندازه‌گیری به تنهایی می‌تواند به عنوان یک اندازه‌گیری تکراری در نظر گرفته شود، زمانی که سیستم کالیبراسیون بین دو اندازه‌گیری تکی به فشار پایه برمی‌گردد. اگر فقط یک اندازه‌گیری انجام بشود، آزمایشگاه کالیبراسیون به یک پروسه‌ی تخمین زدن تکرار پذیری نتیجه‌ی کالیبراسیون نیاز دارد. برای مثال انجام تکرار چندین کالیبراسیون از نوع مشابه برای خلأسنج‌های UUC، تخمین زدن یک عدم قطعیت استاندارد از پراکندگی نتایج این اندازه‌گیری‌ها و بکارگیری این عدم قطعیت استاندارد برای محاسبه‌ی عدم قطعیت کل برای نتیجه یک اندازه‌گیری تکی، ممکن است.

### B.5 رسیدن به فشار پایه‌ی پایین

برای بدست آوردن یک فشار باقیمانده‌ی پایین در محفظه‌ی کالیبراسیون، ضروری است که ابتدا محفظه پخت داده شود.



پیشنهاد می شود که برای خالی کردن محفظه تا فشار اتمسفر از نیتروژن خشک استفاده شود. زمانی که محفظه ی خلأ مورد استفاده نیست باید تحت خلأ نگهداری شود.

#### B.6 آلودگی

یک هد خلأسنج آلوده تجهیزات خلأ را آلوده خواهد کرد. پاک کردن و خشک کردن دقیق هد خلأسنج قبل از نصب سیستم توصیه می شود.

اگر پاک کردن انجام شده مشتری باید از قبل مطلع شود. چون ممکن است ثابت کالیبراسیون با این پروسه تغییر بکند.

بعضی از انواع خلأسنجها، سطح گرم دارند. در یک سیستم کثیف سطح گرم می تواند اکسید بشود یا بخار روغن به شکل یک پوسته ی سخت تجزیه شود. این پوسته خواص ذاتی خلأسنج را تغییر می دهد و ممکن است کالیبراسیون را مشکل کند.

#### B.7 اثر دما

برای در نظر گرفتن اثرات دمای خلأسنجها به دستور العمل سازنده، کتب مرجع یا منبع [ 6 ] در فهرست کتب مراجعه کنید.

#### B.8 اثرات لرزشی

بعضی از خلأسنج های خلأ ممکن است به لرزش حساس باشند. دستورالعمل کارخانه ی سازنده را ببینید، که شرایط با سیستم خلأ مطابقت داشته باشد. اجزای کاهش دهنده لرزش مابین پمپ های لرزشی و محفظه ی کالیبراسیون می تواند به طور قابل توجهی به کاهش دامنه ی لرزشها کمک نماید.

#### B.9 بررسی خلأسنج و تداخل های متقابل

خلأسنج های فشار پایین با دقت بالا (جایی که حد بالای اندازه گیری زیر فشار اتمسفر است). می توانند مقداری واسنجی شان را تغییر دهند. اگر اجازه داشته باشند فشارشان تا فشار اتمسفر بالا برود. این خلأسنجها باید با یک isolation valve جفت شوند، زمانی که فشار خلأسنج به حد بالایی رسید شیر بسته باشد.

هنگام نصب خلأسنج های خلأ با آهنربای دائمی قوی (مثل هد خلأسنج های کاتد سرد (نوع پنینگ)) باید مراقبت لازم انجام شود تا از هرگونه اندرکنش مغناطیسی با سایر خلأسنجها جلوگیری شود. (به خصوص یک خلأسنج یونیزاسیون یا یک خلأسنج کاتد سرد دیگر).

در مورد خلأسنج های یونیزاسیون از ایجاد یک مسیر مستقیم از ذرات باردار از یک خلأسنج به خلأسنج دیگر باید جلوگیری شود.

#### B.10 خلأسنج های مرجع



استفاده از حداقل دو خلأسنج مرجع مستقل به منظور آشکارسازی هر سوء عملکرد خلأسنج‌های مرجع با مقایسه نتایج اندازه‌گیری‌هایشان توصیه می‌شود. اگر نتایج آنها همراه عدم قطعیت‌هایشان با اندازه‌گیری سازگار نباشند، خلأسنج‌های مرجع باید کالیبره شوند. هد خلأسنج‌های استفاده شده که تجهیزات جانبی مشابه استفاده می‌کنند کاملاً مستقل نیستند. استفاده از خلأسنج با رنج‌های اندازه‌گیری overlapping و مقایسه نتایج اندازه‌گیری می‌تواند کافی باشد.

#### Recalibration cycle B.11

به عنوان راهنمایی خلأسنج‌های مرجع استفاده شده در سیستم‌های خلأ تمیز باید هر دوازده ماه یک بار تمیز شوند. تحت شرایط سخت‌تر دوره واسنجی باید به شش ماه کاهش یابد یا حتی دوره‌ی کوتاه‌تر. وقتی اطلاعات کافی در یک مورد پایدار در دسترس است. دوره واسنجی برای خلأسنج مرجع با دقت بالا به طور دائمی در حال پمپ شدن به سیستم واسنجی نگه داشته شود که می‌تواند به دو سال افزایش یابد. برای اطلاعات بیشتر در مورد انتخاب بهینه دوره میانی واسنجی‌ها ISO 10012-1 را ببینید.



## ۶. پیوست ۲: تعیین عدم قطعیت بر اساس استاندارد ISO TS3567

Archive of SID

## ۱- محدوده

این استاندارد بین‌المللی راهبردهایی را برای تعیین کردن و گزارش دادن عدم قطعیت اندازه‌گیری‌هایی که در حین کالیبراسیون یک خلأسنج (با روش مقایسه مستقیم با یک سنج مرجع مطابق با استاندارد ISO/TS 3567) انجام می‌شود، را ارائه می‌دهد.

این استاندارد بین‌المللی روش‌هایی را برای گزارش‌دهی یکسان از عدم قطعیت‌ها در مجوز خلأسنج شرح می‌دهد. عدم قطعیت‌های گزارش شده بر اساس رهیافت ارائه شده در این استاندارد از این نظر قابل انتقال هستند که عدم قطعیت‌هایی که برای یک نتیجه بدست می‌آید می‌تواند به عنوان یک بخش از ارزیابی عدم قطعیت دیگر اندازه‌گیری‌هایی که نتیجه اول در آنها استفاده می‌شود، مورد استفاده قرارگیرد.

این استاندارد دو مدل اندازه‌گیری را که برای پوشش دادن بیشتر موارد عملی کافی هستند، تعریف می‌کند با این حال این امکان وجود دارد که مدل‌های داده شده نتوانند برای خلأسنج‌های توسعه داده شده جدید بکار روند

عدم قطعیت نهایی که در گواهی نهایی گزارش می‌شود از تمام عدم قطعیت‌های مربوط به کمیت‌های وارد شده و یا کمیت‌های مؤثر بدست می‌آید. همچنین کمیت‌های اصلی که نتیجه کالیبراسیون خلأ را تحت تأثیر قرار می‌دهد توصیف شده‌اند. به هر حال لیست کامل کمیت‌های احتمالی که می‌تواند روی نتیجه نهایی تأثیر داشته باشد خارج از هدف این استاندارد است.

توجه: این انتظار وجود دارد که مشخصات فنی آتی به کالیبراسیون نوع خاصی از خلأسنج‌ها بپردازد.

## ۲- مراجع اصلی

مراجع زیر برای استفاده از این سند لازم می‌باشد. برای مراجع تاریخ‌دار فقط ویرایش ذکر شده و برای مراجع بدون تاریخ آخرین ویرایش مرجع ذکر شده (شامل تمام اصلاحات) کاربرد دارد.

أ) کالیبراسیون خلأسنج به روش مستقیم با یک سنج مرجع

ISO/TS 3567, *Vacuum gauges — Calibration by direct comparison with a reference gauge*

ب) عدم قطعیت اندازه‌گیری

ISO/IEC Guide 98-3, *Uncertainty of measurement — Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM: 1995)*

ت) مجموعه لغات بین‌المللی ابعاد و واحدها - مفاهیم و اصطلاحات اصلی و عمومی

## ISO/IEC Guide 99: 2007, *International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM)*

### a. اصطلاحات و تعاریف

در راستای اهداف این سند اصطلاحات و تعاریف داده شده در ISO/TS 3567 ، ISO/ICE Guide 98- ، ISO/ICE Guide 99 و 3 و نیز عبارات زیر کاربرد دارند.

#### i. خوانده تصحیح شده

مقادیری که بعد از خواندن سنج ناشی می شود و برای خطاهای سیستماتیک تصحیح شده اند. مثال: برای نتایجی که در مجوز کالیبراسیون مربوط به استاندارد مرجع داده شده اند.

#### ii. عدم پایداری برای مدت طولانی

تغییرات احتمالی مقدار کالیبره شده بعد از یک دوره زمانی طولانی مثال: تغییراتی که در اثر حمل و نقل تجهیزات به وجود می آید. توجه: عدم پایداری برای مدت طولانی با تکرارپذیری ذکر شده در ISO/IEC Guide 2007,3.7 متفاوت است.

#### iii. مدل

(عدم قطعیت اندازه گیری) مدل ریاضی ذکر شده در ISO/IEC Guide 98-3

#### iv. نقطه شروع

(دستگاه های اندازه گیری) خطای صفر خطای اندازه گیری داده ها در جایی که مقدار کمیت معین اندازه گیری شده صفر است. توجه: مطابقت داده شده با ISO/IEC Guide 2007,4.28 مثال: خواندن در جایی که هیچ فشاری وجود ندارد (مطلق یا مشتق شده) یا فشاری که بسیار پایین تر از محدوده دقت بکار برده شده در خلأ سنج است.

#### v. انحراف نقطه شروع

تفاوت احتمالی مقدار در نقطه شروع (۴-۳-۶) بین زمانی که نقطه شروع (۴-۳-۶) اندازه گیری می شود و زمانی که فشار اندازه گیری می شود.

#### vi. استاندارد مرجع، سنج مرجع

استاندارد عموماً دارای بالاترین کیفیت ابعادی قابل دسترس در مکان یا در آرایش داده شده آن چیزی که اندازه‌گیری از آن استخراج می‌شود، می‌باشد.

توجه: تطبیق داده شده از ISO/IEC 2007 6.6

مثال: سنجه یا استاندارد که قابلیت ردیابی به واحدهای SI را در دستگاه های کالیبراسیون داشته باشد - مطابق با ISO/TS 3567

### vii. فشار کالیبراسیون

(خلأسنج) فشار اندازه‌گیری شده از خواندن تصحیح شده (۶-۳-۱) مربوط به استاندارد مرجع (۶-۳-۶) و بعد از تمام تصحیح‌های لازم در مورد ورودی سنجه به دستگاه تحت کالیبراسیون  
مثال: تصحیح‌های لازم ممکن است مربوط به تفاوت معلوم بین ورودی سنجه‌ها باشد.

### b. نشانه‌ها و اختصارها

	دستگاه تحت کالیبراسیون (خلأسنج)	UUC
کمیت مربوط	خطای خواندن	$e$
۱	فاکتور پوشش برای گسترش عدم قطعیت استاندارد، $u$	$k$
پاسکال	فشار نشان داده شده توسط دستگاه تحت واسنجی که برای انحراف معلوم تصحیح شده است.	$p_{UUC}$
پاسکال	فشار نشان داده شده توسط دستگاه تحت واسنجی که برای انحراف معلوم تصحیح نشده است.	$p_{ind,UUC}$
پاسکال	فشار نشان داده شده توسط سنجه مرجع یا استاندارد مرجع که برای انحراف شناخته شده تصحیح شده است.	$p_{std}$
پاسکال	فشار نشان داده شده توسط سنجه مرجع یا استاندارد مرجع که برای انحراف شناخته شده تصحیح نشده است.	$p_{ind,std}$
کمیت مربوط	کمیت تعیین شده توسط واسنجی در مدل خارج قسمت	$r_{UUC}$
کمیت مربوط	کمیتی که برای استاندارد مرجع تعیین شده است	$r_{std}$
کمیت مربوط	حساسیت خروجی مربوط به خلأسنج	$S$
کمیت مربوط	عدم قطعیت استاندارد	$u$
کمیت مربوط	عدم قطعیت گسترش یافته	$U$

کمیت مربوط	نشان مربوط به دستگاه تحت واسنجی	$x_{UUC}$
کمیت مربوط	نشان مربوط به استاندارد مرجع	$x_{std}$
کمیت مربوط	(اغلب نامعلوم) کمیت‌ها و تصحیح‌های ورودی به سنجه	$x_i$
کمیت مربوط	(اغلب نامعلوم) کمیت‌ها و تصحیح‌های مربوط به روش یا شرایط واسنجی	$X_i$
پاسکال	خطای خواندن در واحد مطلق	$\Delta p$
پاسکال	انحراف در واحد فشار (اغلب نامعلوم)	$\delta p_i$
کمیت مربوط	انحراف در $X$ (غلب نامعلوم)	$\delta x_i$
۱	ضریب تطبیق مربوط به سنجه‌های اسپین روتور	$\sigma_{eff}$

c. مفهوم و مدل اصلی

i. کلیات

واسنجی یک خلأسنج که مطابق با ISO/TS 3567 انجام می‌شود خواندن تصحیح شده یک خلأسنج مرجع مقدار کمیتی را می‌دهد که قابل ردیابی به دستگاه SI است. تمام خلأسنج‌ها باید بر اساس فشار کالیبره شوند و این بدین معنی است که کاربر خلأسنج کالیبره شده بر اساس ISO/TS 3567 و این استاندارد یک استناد صریح در مورد کمیت خروجی مربوط به سنجه، به واحد فشار در SI (پاسکال) بدست می‌آورد.

مقدار فشار بدست آمده از خواندن تصحیح شده در خروجی استاندارد مرجع می‌تواند برای تعیین فشار در مدخل ورودی تمام دستگاه تحت واسنجی، که از آن به عنوان مقدار فشار واسنجی ذکر می‌شود، مورد استفاده قرار گیرد. اغلب خواندن تصحیح شده استاندارد مرجع مشابه با مقدار فشار واسنجی است و برای تمام ورودی‌های سنجه معتبر است.

مقدار فشار واسنجی می‌تواند برای تعیین خطای خواندن  $\Delta p$  مربوط به دستگاه تحت واسنجی مورد استفاده قرار گیرد. در این مورد مدل مجموع توصیف لازم را برای اندازه‌گیری بدست می‌دهد.

همچنین مقدار فشار واسنجی می‌تواند برای تعیین فاکتور تصحیح، ضریب حساسیت، ضریب تطبیق مؤثر یا ثابت سنجه مورد استفاده قرار گیرد. که در مورد اخیر مدل خارج قسمت توصیف کامل اندازه‌گیری را بدست می‌دهد.

در هر دو مدل می‌توان فرض کرد که مقدارهای ورودی تصحیح نشده اند.

ii. مدل مجموع

در مدل مجموع تفاوت بین خواندن دستگاه تحت واسنجی ،  $p_{ind}$ ، و فشار واسنجی درست قابل ردیابی به دستگاه SI به عنوان مقدار  $\Delta p$  اندازه گیری شده در نظر گرفته می شود. فشار واسنجی به وسیله مقدار فشار استاندارد  $p_{std}$  و احتمالاً با جمله تصحیح  $\delta p_i$  ناشی از روش واسنجی با در نظر گرفتن آثار شناخته شده مانند تصحیح ارتفاع، تراوش گرمایی به بیرون و نایکنواختی فشار بدست می آید. شکل کلی مدل مجموع به صورت زیر است.

$$\Delta p = p_{UUC} - (p_{std} + \delta p_m) \quad (1)$$

جمله اول مربوط به دستگاه تحت واسنجی و جمله دوم مربوط به استاندارد مرجع و جمله سوم مربوط به روش کالیبراسیون است. مجموع دو جمله آخر مقدار فشار واسنجی را به ما می دهد و تمام جمله های باید در دستگاه SI باشد.

هر کدام از این جملات دوباره براساس یک معادله مدل دیگر بیان می شود که تمام تصحیح های لازم ناشی از نقطه های شروع، تصحیحات دما، انحراف مربوط به نشانه مقدار SI در تطابق با جواز کالیبراسیون را انجام می دهد.

### iii. مدل خارج قسمت

در مدل خارج قسمت نسبت عدد خوانده شده برای دستگاه تحت واسنجی ( $x_{UUC}$ ) و مقدار فشار استاندارد،  $p_{std}$ ، به عنوان  $r_{UUC}$  در نظر گرفته می شود. معادله کلی آن بصورت زیر است.

$$r_{UUC} = \frac{x_{UUC}}{p_{std}} \prod_i X_i \quad (2)$$

که صورت کسر مربوط به دستگاه تحت واسنجی و مخرج کسر مربوط به استاندارد است و ضرایب مربوط به روش کالیبراسیون و شرایط می باشد. جمله آخر می تواند توسط خلأ سنجی که تحت مطالعه است، تعریف شود. (مانند گسیل جریان در کاتد های داغ). این امکان وجود دارد که  $x_{ind}$  در هر واحدی مانند فشار، ولتاژ یا جریان بیان شود. مقدار  $X_i$  می تواند بر حسب یک واحد با معنای فیزیکی بیان شود یا اینکه بدون بعد باشد.

هر کدام از این فاکتورها بر اساس معادله مدل دیگر بیان می شود که تمام تصحیحات لازم برای نقطه شروع، تصحیح دما، انحراف نشانه ها از مقدار SI مربوط به مجوز کالیبراسیون و... را انجام می دهد.

مثال هایی از  $r_{UUC}$  به صورت زیر است:

$$\begin{aligned} \text{أ) } f_c^{-1} & \text{ معکوس ضریب تصحیح بدون بعد که در آن } x_{UUC} = p_{UUC} \text{ و } X_i = 1 \\ \text{ب) } S & \text{ حساسیت خروجی آنالوگ مربوط به سنجه های خازنی دیافراگمی، } V_{UUC} \text{، که} \end{aligned}$$



$$x_{UUC} = V_{UUC} \text{ در آن}$$

(ت)  $S$  حساسیت مربوط به خروجی آنالوگ سنجه‌های رسانای گرمایی،  $V_{UUC}$ ، که در آن

$$x_{UUC} = V_{UUC}$$

(ث)  $\sigma_{eff}$  ثابت تطبیق مؤثر سنجه‌های اسپین روتور که در آن  $x_{UUC} = p_{UUC}$  که در این زمان  $\sigma_{eff} = 1$  به کنترول کننده وارد می‌شود.

(ج)  $S$  حساسیت سنجه‌های Bayard – Alpert با کاتد داغ که  $x_{UUC} = I_{UUC}$  جریان یون‌های مثبت جمع کننده است و  $X_i = 1/I_e$  که  $I_e$  جریان گسیلی است.

#### iv. ترکیب دو مدل

ممکن است بعضی از کمیت‌های ورودی در هر مدل با هر یک از دو مدل بدست آورده شود. در ابتدا برای مثال  $p_{std}$  که عدم قطعیت آن می‌تواند به وسیله معادله خارج قسمت بطور بسیار خوبی بدست آید از این روش بدست می‌آید:

$$p_{std} = \frac{x_{std}}{r_{std}} \quad (3)$$

ازینرو، این نتیجه می‌تواند در معادله (۱) استفاده شود. به هر حال چنانچه  $r_{std}$  داده شده در مجوز، از معادله (۲) استفاده کند (برای مثال در حساسیت خروجی آنالوگ) تعویض  $r_{UUC}$  با  $r_{std}$  اجتناب ناپذیر است. به هر حال توصیه نمی‌شود که دو مدل مجموع و خارج قسمت در یک معادله ترکیب گردد. این کار باید به افراد با تجربه واگذار شود زیرا ممکن است که ضرایب حساسیت پیچیده‌ای به وجود بیاید که بنا به دلایل واضح در این استاندارد پوشش داده نمی‌شود. خطای نسبی خواندن  $e$  به هر حال یک نمونه عمومی است که ترکیب دو مدل بصورت ساده امکانپذیر است.

خطای خواندن  $e$  می‌تواند بطورت ریاضی بصورت زیر بیان شود.

$$e = \frac{p_{UUC} - (p_{std} + \delta p_m)}{(p_{std} + \delta p_m)} = \frac{p_{UUC}}{p_{std} + \delta p_m} - 1 \quad (4 \text{ الف})$$

و یا اگر  $\delta p = 0$  باشد

$$e = \frac{p_{UUC} - p_{std}}{p_{std}} = \frac{p_{UUC}}{p_{std}} - 1 \quad (4 \text{ ب})$$

بند ۴ را برای معرفی  $p_{UUC}$  و  $p_{std}$  و  $\delta p_m$  ببینید. عدم قطعیت  $e$  در بند ۸ آمده است.

#### d. محاسبه عدم قطعیت در مدل مجموع

i. عدم قطعیت نهایی - مدل مجموع

عدم قطعیت کلی در مدل مجموع بصورت زیر بدست می آید.

$$u(\Delta p) = \sqrt{u(p_{UUC})^2 + u(p_{std})^2 + u(\delta p_m)^2} \quad (5)$$

که در آن

$u(p_{UUC})$  استاندارد عدم قطعیت نشانه تصحیح یافته مربوط به خلأ سنج تحت کالیبراسیون می باشد.

$u(p_{std})$  عدم قطعیت استاندارد مربوط به مقدار فشار استاندارد می باشد.

$u(\delta p_m)$  عدم قطعیت استاندارد مربوط به انحراف ناشی از روش کالیبراسیون می باشد.

ii. سهم عدم قطعیت ناشی از استاندارد مرجع

اندازه گیری فشار استاندارد  $p_{std}$  با معادله زیر بدست می آید.

$$p_{std} = p_{ind, std} - p_{offs, std} + \delta p_{drft, std} + \delta p_{cal, std} + \delta p_{t, std} + \delta p_{T, std} + \delta p_{els, std} \quad (6)$$

که در آن

$p_{ind, std}$  نشان استاندارد مرجع می باشد.

$p_{offs, std}$  نقطه شروع (انحراف صفر) استاندارد مرجع می باشد.

$\delta p_{drft, std}$  انحراف از مقدار شروع ناشی از رانش می باشد. (در بیشتر موارد  $\delta p_{drft, std} = 0$ )

$\delta p_{cal, std}$  تصحیح در تطابق با مجوز کالیبراسیون می باشد.

$\delta p_{t, std}$  انحراف ناشی از عدم پایداری برای مدت طولانی (در بیشتر موارد  $\delta p_{t, std} = 0$ )

$\delta p_{T, std}$  انحراف ناشی از دمای آزمایشگاه کالیبراسیون

$\delta p_{els, std}$  انحراف ناشی از سایر تأثیرات مانند تمیز نبودن ابزار (در بیشتر موارد  $\delta p_{els, std} = 0$ )

تمام کمیت های معادله (6) به سنج استاندارد مرجع نسبت داده می شود.

توجه: اگر نقطه شروع در ابزار خودش روی صفر تنظیم شده یا استنباط شود  $p_{offs, std} = 0$  است

عدم قطعیت استاندارد مربوط به فشار استاندارد  $u(p_{std})$  با معادله زیر بدست می آید.

$$u(p_{std}) = \sqrt{u(p_{ind, std})^2 + u(p_{offs, std})^2 + u(\delta p_{drft, std})^2 + u(\delta p_{cal, std})^2 + u(\delta p_{t, std})^2 + u(\delta p_{T, std})^2 + u(\delta p_{els, std})^2} \quad (7)$$

که در آن

$u(p_{ind, std})$  عدم قطعیت ناشی از پراکندگی مقادیر اندازه‌گیری شده شامل پراکندگی ناشی از دیجیتال کردن، پراکندگی دقت و ...

$u(\delta p_{offs, std})$  عدم قطعیت در مقدار نقطه شروع هنگام اندازه‌گیری نقطه شروع (بدون تکرارپذیری نقطه شروع که با  $u(p_{drft, std})$  پوشش داده می‌شود).

$u(\delta p_{drft, std})$  عدم قطعیت مقدار نقطه شروع در زمان کالیبراسیون ناشی از انحراف (drift) نقطه شروع یا دیگر وابستگی‌های سیستمی می‌باشد مانند وابستگی به فرکانس در سنج‌های استپین روتوری

$u(\delta p_{cal, std})$  عدم قطعیت استاندارد منطبق با مجوز واسنجی

$u(\delta p_{t, std})$  مؤلفه عدم قطعیتی که برای عدم پایداری طولانی مدت پذیرفته می‌شود.

$u(\delta p_{T, std})$  مؤلفه عدم قطعیت ناشی از تأثیر دما در شرایط آزمایشگاه واسنجی

$u(\delta p_{els, std})$  عدم قطعیت ناشی از شرایط خاص در آزمایشگاه واسنجی مانند تفاوت در وضعیت قرار گرفتن ابزارهای درونی دستگاه.

برای  $p_{ind, std}$  که از مشاهده‌های تکرار شده بدست نیامده است،  $u(p_{ind, std})$  از قضاوت خاص مبتنی بر تمام اطلاعات در دسترس برای تمام تغییرپذیرهای ممکن استنباط می‌شود. (شامل مؤلفه عدم قطعیت ناشی از دیجیتال کردن، تکرار پذیری و....)

برای دمای کالیبراسیون متفاوت با آنچه در مجوز کالیبراسیون نشان داده شده است اگر مقدار  $u(\delta p_{T, std})$  قابل توجه باشد، باید در نظر گرفته شود.

### iii. سهم عدم قطعیت ناشی از دستگاه تحت واسنجی

اندازه‌گیری فشار دستگاه تحت واسنجی با معادله زیر محاسبه می‌شود.

$$p_{UUC} = p_{ind, UUC} - p_{offs, UUC} + \delta p_{drft, UUC} + \delta p_{els, UUC} \quad (8)$$

که در آن

$$\begin{aligned}
 & p_{ind,UUC} \quad \text{نشان دستگاه تحت واسنجی} \\
 & p_{offs,UUC} \quad \text{نقطه شروع (نقطه انحراف صفر)} \\
 & \delta p_{drft,UUC} \quad \text{انحراف drift پراکندگی نقطه شروع (در بیشتر موارد } \delta p_{drft,UUC} = 0 \text{)} \\
 & \delta p_{els,UUC} \quad \text{انحراف ناشی از دیگر عوامل مؤثر مانند عدم تمیزی (در بیشتر موارد } \delta p_{els,UUC} = 0 \text{)}
 \end{aligned}$$

عدم قطعیت استاندارد در اندازه‌گیری فشار با دستگاه تحت واسنجی به صورت زیر بدست می‌آید.

$$\begin{aligned}
 & u(p_{UUC}) \\
 & = \sqrt{u(p_{ind,UUC})^2 + u(p_{offs,UUC})^2 + u(p_{drft,UUC})^2 + u(p_{els,UUC})^2} \quad (9)
 \end{aligned}$$

که در آن

$u(p_{ind,UUC})$  انحراف ناشی شده از پراکندگی dispersion مقدار اندازه‌گیری شده در دستگاه تحت

کالیبراسیون شامل پراکندگی ناشی از دیجیتال کردن، پراش دقت اندازه‌گیری و...

$u(p_{offs,UUC})$  عدم قطعیت نقطه شروع در دستگاه تحت کالیبراسیون هنگام اندازه‌گیری نقطه شروع

(بدون امکان تکرار پذیری که با کمیت‌هایی که در زیر می‌آیند پوشش داده می‌شود)

$u(p_{drft,UUC})$  عدم قطعیت مقدار نقطه شروع در دستگاه تحت کالیبراسیون ناشی از پخش شدگی drift

نقطه شروع یا دیگر وابستگی‌های سیستمی مانند وابستگی به سرعت در سنج‌های

اسپین روتوری

$u(p_{els,UUC})$  دیگر مؤلفه‌های عدم قطعیت که از موارد کالیبراسیون ناشی می‌شود مانند تأثیر دما

برای  $p_{ind,UUC}$  که از مشاهده‌های تکرار شده بدست نیامده است  $u(p_{ind,UUC})$  از قضاوت خاص مبتنی

بر تمام اطلاعات در دسترس برای تمام تغییرپذیرهای ممکن استنباط می‌شود. (شامل مؤلفه عدم قطعیت

ناشی از دیجیتال کردن، تکرار پذیری و...)

اگر وابستگی‌ها یا مقادیر ذکر شده در فوق معلوم نباشد یا توسط آزمایشگاه کالیبراسیون قابل اندازه‌گیری

نباشد، یا دفترچه مشخصات سازندگان آن در دسترس نباشد، حداقل دو اندازه‌گیری تکرار شده در روزهای

مختلف را اندازه بگیرید. بنابراین مؤلفه عدم قطعیت مربوط به مقادیر موارد کالیبراسیون  $u(p_{ind,UUC})$  از

رابطه زیر بدست می‌آید.

$$u(p_{ind,UUC}) = u(p_{rep,UUC}) \quad (10)$$

که در آن  $u(p_{rep,UUC})$  تکرار پذیری (انحراف استاندارد) مربوط به حداقل سه مقدار اندازه گیری شده که در یک نقطه فشار یا در یک بازه بسیار بزرگ تعیین شده‌اند.

#### iv. سهم عدم قطعیت ناشی از روش واسنجی یا شرایط واسنجی

مجموع انحراف های فشار  $\delta p_m$  که به وسیله روش واسنجی ایجاد می شود، با روش زیر محاسبه می گردد:

$$\delta p_m = \delta p_{T,m} + \delta p_{cf,m} + \delta p_{t,m} \quad (11)$$

که در آن

$\delta p_{T,m}$  انحراف فشار ناشی از اختلاف دما در ناحیه اتصال دهانه‌ها را نشان می دهد.

$\delta p_{cf,m}$  انحراف فشار در اتصال فلنج ناشی از اختلاف ارتفاع، تراوش، نشت، شرایط شار و سرعت پمپ را

نشان می دهد مانند موارد سنج‌های با کاتد یونی سرد

$\delta p_{t,m}$  انحراف ناشی از روش اندازه گیری را نشان می دهد. مانند تغییرات فشار کالیبراسیون در طول زمان

هنگامی که استاندارد و موارد کالیبراسیون در یک زمان خوانده نمی شود.

عدم قطعیت استاندارد روش کالیبراسیون  $u(\delta p_m)$  با روش زیر داده می شود:

$$u(\delta p_m) = \sqrt{u(\delta p_{T,m})^2 + u(\delta p_{cf,m})^2 + u(\delta p_{t,m})^2} \quad (12)$$

که در آن

$u(\delta p_{T,m})$  مؤلفه عدم قطعیت در انحراف فشار در محل اتصال فلنج ناشی از اختلاف دما

$u(\delta p_{cf,m})$  مؤلفه عدم قطعیت در انحراف فشار در محل اتصال فلنج ناشی از تراوش، نشت، شرایط

شارش و سرعت پمپ

$u(\delta p_{t,m})$  مؤلفه عدم قطعیت در انحراف ناشی از روش اندازه گیری

#### v. فاکتور پوشش

عدم قطعیت گسترش یافته  $U(\Delta p)$  با روش زیر داده می شود:

$$U(\Delta p) = ku(\Delta p) \quad (13)$$

که در آن

$k$  فاکتور پوشش

$u(\Delta p)$  عدم قطعیت استاندارد

فاکتور پوشش براساس سطح اعتماد لازم برای درخواست کالیبراسیون انتخاب می‌شود. بطور کلی  $k$  در محدوده ۲ (سطح اعتماد ۰.۹۵) تا ۳ (سطح اعتماد ۰.۹۹) قرار دارد. اگر هیچ کدام (بین مشتری و آزمایشگاه کالیبراسیون) ذکر نشده باشد مقدار  $k = 2$  انتخاب می‌شود.

### e. محاسبه عدم قطعیت در روش خارج قسمت

#### i. عدم قطعیت کل - مدل خارج قسمت

عدم قطعیت کل در مدل خارج قسمت براساس عدم قطعیت نسبی  $\frac{u(r_{UUC})}{r_{UUC}}$  به بهترین وجه بیان شده است و به صورت زیر داده می‌شود:

$$\frac{u(r_{UUC})}{r_{UUC}} = \sqrt{\left(\frac{u(x_{UUC})}{x_{UUC}}\right)^2 + \left(\frac{u(p_{std})}{p_{std}}\right)^2 + \sum_i \left(\frac{u(X_i)}{X_i}\right)^2} \quad (14)$$

که در آن

$x_{UUC}$  مقدار خروجی خلأ سنج تحت کالیبراسیون می‌باشد.

$p_{std}$  مقدار فشار استاندارد می‌باشد.

$X_i$  مقادیر فاکتور تصحیح ناشی از روش کالیبراسیون و شرایط می‌باشد.

#### ii. سهم عدم قطعیت ناشی از استاندارد مرجع

اندازه‌گیری فشار استاندارد  $p_{std}$  در روش مجموع و عدم قطعیت مرتبط با آن در بند ۶-۶-۲ توصیف شد. اگر معادله (۳) بکار برده شود، بدست می‌آید:

$$\frac{u(p_{std})}{p_{std}} = \sqrt{\left(\frac{u(x_{std})}{x_{std}}\right)^2 + \left(\frac{u(r_{std})}{r_{std}}\right)^2} \quad (15)$$

که در آن

$x_{std}$  نشان تصحیح شده مربوط به استاندارد مرجع (فشار، ولتاژ، جریان، و ...)

$r_{std}$  کمیت برای استاندارد مرجع که با رابطه (۲) تعریف شد

اندازه‌گیری نشان  $x_{std}$  مربوط به استاندارد مرجع با روش زیر داده می‌شود.

$$x_{std} = x_{ind,std} - x_{offs,std} + \delta x_{drft,std} + \delta x_{T,std} + \delta x_{els,std} \quad (16)$$

که در آن

$x_{ind, std}$  نشان استاندارد مرجع (فشار ، ولتاژ، جریان، و...)

$x_{offs, std}$  نقطه شروع استاندارد مرجع

$\delta x_{drft, std}$  انحراف نقطه شروع (در بسیاری موارد  $= 0$ )

$\delta x_{T, std}$  انحراف ناشی از دما در آزمایشگاه کالیبراسیون

$\delta x_{els, std}$  انحراف ناشی از دیگر عوامل مانند تصحیح برای نشان (در بیشتر موارد  $= 0$ )

تمام کمیت‌های معادلات (۱۵) و (۱۶) به سنج استاندارد مرجع مربوط می‌شوند.

بنابراین عدم قطعیت استاندارد مربوط به اندازه‌گیری نشان استاندارد مرجع  $u(x_{std})$  با رابطه زیر داده می‌شود.

$$u(x_{std}) = \sqrt{u(x_{ind, std})^2 + u(x_{offs, std})^2 + u(\delta x_{drft, std})^2 + u(\delta x_{T, std})^2 + u(\delta x_{els, std})^2} \quad (17)$$

که در آن

$u(x_{ind, std})$  عدم قطعیت نشأت گرفته از پراش dispersion مقادیر اندازه‌گیری شده مربوط به استاندارد مرجع شامل پراش ناشی از دیجیتالی کردن یا پخش شدگی کیفیت و ... می‌باشد.

$u(x_{offs, std})$  عدم قطعیت مربوط به مقدار نقطه شروع اولیه برای استاندارد مرجع در هنگام اندازه‌گیری نقطه شروع (بدون تکرار پذیری نقطه شروع)

$u(\delta x_{drft, std})$  عدم قطعیت مربوط به مقدار نقطه شروع اولیه برای استاندارد مرجع ناشی از انحراف drift به دیگر وابستگی‌های سیستمی مانند وابستگی به سرعت در سنج‌های اسپین روتور

$u(\delta x_{T, std})$  مؤلفه عدم قطعیت ناشی از تأثیر دما تحت شرایط آزمایشگاه کالیبراسیون

$u(\delta x_{els, std})$  دیگر مؤلفه‌های عدم قطعیت که از بندهای کالیبراسیون ناشی می‌شود مانند تأثیر دما

مقدار استاندارد مرجع  $r_{std}$  از مقدار  $r_{cer, std}$  محاسبه می‌شود که در مجوز کالیبراسیون همراه با مقدار مجاز انحراف طولانی مدت  $r_{cer, std}$   $\delta r_{t, std}$  داده می‌شود.

$$r_{std} = r_{cer, std} (1 + \delta r_{t, std}) \quad (18)$$

معمولاً  $\delta r_{t, std} = 0$  ولی  $u(\delta r_{t, std}) \neq 0$  می‌باشد.

عدم قطعیت نسبی  $\frac{u(r_{std})}{r_{std}}$  به صورت زیر داده می‌شود.

$$\frac{u(r_{\text{std}})}{r_{\text{std}}} = \sqrt{\left(\frac{u(r_{\text{cert, std}})}{r_{\text{cert, std}}}\right)^2 + \left(\frac{u(\delta r_{t, \text{std}})}{r_{\text{cert, std}}}\right)^2} \quad (19)$$

iii. سهم عدم قطعیت ناشی از دستگاه تحت کالیبراسیون

اندازه نشان  $x_{\text{UUC}}$  مربوط به دستگاه تحت کالیبراسیون با رابطه زیر داده می‌شود.

$$x_{\text{UUC}} = x_{\text{ind, UUC}} - x_{\text{offs, UUC}} + \delta x_{\text{drft, UUC}} + \delta x_{\text{els, UUC}} \quad (20)$$

که در آن

$x_{\text{ind, UUC}}$  نشان دستگاه تحت کالیبراسیون می‌باشد.

$x_{\text{offs, UUC}}$  نقطه شروع می‌باشد.

$\delta x_{\text{drft, UUC}}$  انحراف نقطه شروع (در بیشتر موارد  $\delta x_{\text{drft, UUC}} = 0$ )

$\delta x_{\text{els, UUC}}$  نشان دهنده انحراف ناشی از دیگر تأثیرات مانند تصحیح در نشان می‌باشد (در بیشتر موارد

$$(\delta x_{\text{els, std}} = 0)$$

تمام کمیت‌های معادله (۲۰) مربوط به دستگاه تحت کالیبراسیون است.

عدم قطعیت استاندارد مربوط به اندازه‌گیری فشار در دستگاه تحت کالیبراسیون  $u(x_{\text{UUC}})$  به صورت زیر داده می‌شود.

$$u(x_{\text{UUC}}) = \sqrt{u(x_{\text{ind, UUC}})^2 - u(x_{\text{offs, UUC}})^2 + u(\delta x_{\text{drft, UUC}})^2 + u(\delta x_{\text{els, UUC}})^2} \quad (21)$$

که در آن

$u(x_{\text{ind, UUC}})$  عدم قطعیت ناشی از پراکندگی مقادیر اندازه‌گیری شده دستگاه تحت کالیبراسیون

شامل پراکندگی ناشی از دیجیتال کردن، پخش شدگی دقت و...

$u(x_{\text{offs, UUC}})$  عدم قطعیت نقطه شروع در دستگاه تحت کالیبراسیون در هنگام اندازه‌گیری نقطه

شروع (بدون تکرار پذیری نقطه شروع)

$u(\delta x_{\text{drft, UUC}})$  عدم قطعیت مقدار نقطه شروع در دستگاه تحت کالیبراسیون ناشی از انحراف نقطه

شروع یا دیگر وابستگی‌های سیستمی مانند وابستگی به سرعت در مورد سنج‌های

استپین روتوری

$u(\delta x_{\text{els, UUC}})$  نشان دهنده مؤلفه‌های دیگر عدم قطعیت که می‌تواند ناشی از موارد کالیبراسیون باشد

مانند تأثیرات دما

برای مقدار اندازه‌گیری شده‌ای که از مشاهده‌های تکراری بدست نیامده است عدم قطعیت توسط قضاوت

خاص مبتنی بر تمام اطلاعات در دسترس در تغییر پذیری ممکن استنباط می‌شود. (شامل مؤلفه عدم

قطعیت ناشی از دیجیتال کردن، تکرار پذیری و...). اگر مقادیر و وابستگی‌های ذکر شده در فوق معلوم نیست



یا توسط آزمایشگاه کالیبراسیون نمی توان آنها را استنباط کرد یا دفترچه مشخصات سازنده در دسترس نیست حداقل دو اندازه گیری تکرارپذیر را در دو روز مختلف بدست آورید. مؤلفه عدم قطعیت از رابطه زیر بدست می آید:

$$u(x_{ind,UUC}) = u(x_{rep,UUC}) \quad (22)$$

که در آن  $u(x_{rep,UUC})$  تکرارپذیری (انحراف استاندارد) مربوط به مقادیر اندازه گیری برای یک نقطه فشار است.

#### iv. سهم عدم قطعیت ناشی از روش کالیبراسیون یا شرایط کالیبراسیون

۱-۴-۷-۶ جمله  $X_i$  ناشی از روش کالیبراسیون (نسبت فشار بین فلنچها) و یا ناشی از شرایط کالیبراسیون (گسیل جریان از سنج های یونی) است که مقدار اخیر می تواند توسط سازنده داده شود (اغلب مقادیر اسمی) یا در زمان کالیبراسیون اندازه گیری شود. باید توجه شود که بین عدم قطعیت های  $X_i$  برای موارد مختلف فرق گذاشته شود. ۲-۴-۷-۶ عامل تصحیح  $X_i$  مربوط به  $r$  ناشی شده توسط روش کالیبراسیون می تواند از عامل های زیر بدست آید.

(ا) تفاوت دما در فلنچ متصل

(ب) تفاوت فشار در فلنچ متصل ناشی از اختلاف ارتفاع، تراوش، نشت، شرایط شار، سرعت پمپ می باشد مانند سنج یونی کاتد سرد

(ت) تغییر فشار کالیبراسیون در طول زمان هنگامی که کالیبراسیون و استاندارد سازی در یک زمان انجام نمی شوند.

۳-۴-۷-۶ اگر  $X_i$  برای شرایط اندازه گیری از سازنده گرفته شود (مانند مقادیر اسمی گسیل جریان) عدم قطعیت  $u(X_i)$  باید به خوبی داده شود یا اگر در دسترس نیست باید توسط قضاوت خاص مبتنی بر تمام اطلاعات در دسترس در مورد تغییرپذیرهای ممکن بدست آید.

عدم قطعیت  $X_i$  ناشی از شرایط کالیبراسیون  $u(X_i)$  هنگام اندازه گیری عموماً با رابطه زیر داده می شود.

$$u(X_i) = \sqrt{u(X_{i,ind})^2 + u(X_{i,cal})^2 + u(X_{i,offs})^2 + u(X_{i,drft})^2 + u(X_{i,els})^2} \quad (23)$$

که در آن

$u(X_{i,ind})$  عدم قطعیت ناشی از پراکندگی dispersion مقادیر اندازه گیری شده برای  $X_i$  شامل پراکندگی ناشی از دیجیتالی کردن، پخش شدگی دقت و... مثلاً در مورد گسیل جریان،

انحراف استاندارد جریان می باشد.

$u(X_{i,cal})$  عدم قطعیت  $X_i$  ناشی از مجوز کالیبراسیون و دیگر فاکتورها مانند عدم ثبات برای مدت

طولانی در ابزاری که  $X_i$  را اندازه می گیرد.

$u(X_{i,offs})$  عدم قطعیت نقطه شروع مربوط به  $X_i$  در هنگام اندازه گیری نقطه شروع (بدون تکرار پذیری

نقطه شروع) مثلاً بایاس مربوط به اندازه گیر جریان در جریان های گسیلی

$u(X_{i,drft})$  عدم قطعیت در مقدار نقطه شروع مربوط به  $X_i$  ناشی از انحراف نقطه شروع یا دیگر وابستگی

های سیستماتیک مانند انحراف کنترل جریان گسیلی

$u(X_{i,els})$  نشان دهنده مؤلفه های دیگر عدم قطعیت، مانند تأثیرات دما

توجه: اگر  $X_i = Q^{-1}$  (مثلاً گسیل جریان سنج یونی،  $Q = I_e$ ) عدم قطعیت نسبی توسط رابطه زیر داده می شود.

$$\frac{u(X_i)}{X_i} = \frac{u(Q^{-1})}{Q^{-1}} = \frac{u(Q)}{Q}$$

که جمله آخر به سادگی بدست می آید.

#### v. فاکتور پوشش

عدم قطعیت گسترش یافته  $U(r)$  با روش زیر داده می شود

$$U(r) = ku(r) \quad (24)$$

که در آن

$k$  فاکتور پوشش

$u(r)$  عدم قطعیت استاندارد

فاکتور پوشش براساس سطح اعتماد لازم برای درخواست کالیبراسیون انتخاب می شود. بطور کلی  $k$  در

محدوده ۲ (سطح اعتماد ۹۵٪) تا ۳ (سطح اعتماد ۹۹٪) قرار دارد.

اگر هیچ کدام (بین مشتری و آزمایشگاه کالیبراسیون) ذکر نشده باشد مقدار  $k = 2$  انتخاب می شود.

#### f. ترکیب مدل های جمع و خارج قسمت برای خطای خواندن

خطای خواندن  $e$  که با معادله (۴ الف) تعریف می شود، برای بدست آوردن عدم قطعیت  $u(e)$  مطابق با

ISO/IEC Guide 98-3 مناسب می باشند.

$$u(e) = \frac{p_{UUC}}{p_{std} + \delta p_m} \sqrt{\left(\frac{u(p_{UUC})}{p_{UUC}}\right)^2 + \left(\frac{u(p_{std})}{p_{std} + \delta p_m}\right)^2 + \left(\frac{u(\delta p_m)}{p_{std} + \delta p_m}\right)^2} \quad (25)$$

که مقادیر  $u(p_{std})$ ،  $u(p_{UUC})$  و  $u(\delta p_m)$  با معادلات قسمت‌های ۶-۶-۲ تا ۶-۶-۴ بدست می‌آیند. اگر  $p_{std}$  از معادله (۳) بدست آمده باشد،  $u(p_{std})$  با معادله (۱۵) داده بدست خواهد آمد.

اگر  $\delta p_m = 0$  (معادله ۴ب) اما اگر  $u(\delta p_m) \neq 0$  بدست می‌آید:

$$u(e) = \frac{p_{UUC}}{p_{std}} \sqrt{\left(\frac{u(p_{UUC})}{p_{UUC}}\right)^2 + \left(\frac{u(p_{std})}{p_{std}}\right)^2 + \left(\frac{u(\delta p_m)}{p_{std}}\right)^2} \quad (26)$$

اگر  $\delta p_m = 0$  (معادله ۴ب) و  $u(\delta p_m) = 0$  بدست می‌آید:

$$u(e) = \frac{p_{UUC}}{p_{std}} \sqrt{\left(\frac{u(p_{UUC})}{p_{UUC}}\right)^2 + \left(\frac{u(p_{std})}{p_{std}}\right)^2} \quad (27)$$

اگر  $0,95 < p_{UUC}/p_{std} < 1,05$  باشد به دلیل اینکه مقادیر عدم قطعیت با دو رقم داده می‌شوند توصیه می‌شود  $p_{UUC}/p_{std} \approx 1$  در نظر گرفته شود.

توجه: عدم قطعیت  $u(e)$  مانند خود  $e$  یک مقدار نسبت به  $p_{std}$  (و نه  $p_{UUC}$ ) به عنوان مقدار مرجع است.

g. گزارش عدم قطعیت

i. بودجه بندی عدم قطعیت

در اسناد مربوط به بیمه‌های کیفیت استفاده از جدول‌هایی مختصر برای ارائه واضح عدم قطعیت که برای خواننده ذی‌نفع قابل دسترس است توصیه می‌شود. این جدول خلاصه بودجه بندی عدم قطعیت نامیده می‌شود.

در مدل مجموع، بودجه بندی عدم قطعیت شامل سطرها و ستون‌هایی مانند جدول ۱ باید باشد.

جدول ۶-۱: جدول خلاصه برای مدل مجموع

شاخص نسبی %	سهم در عدم قطعیت استاندارد	ضریب حساسیت	توزیع احتمال	عدم قطعیت	
				برآورد استاندارد	کمیت
$\frac{[u(p_{UUC})/u(\Delta p)]^2}{\times 100}$	$u(p_{UUC})$	۱	الف---	$u(p_{UUC})$	مقدار $p_{UUC}$

$[u(p_{std})/u(\Delta p)]^2 \times 100$	$u(p_{std})$	۱	الف---	$u(p_{std})$	مقدار	$p_{std}$
$[u(\delta p_m)/u(\Delta p)]^2 \times 100$	$u(\delta p_m)$	۱	الف---	$u(\delta p_m)$	مقدار	$\delta p_m$
100%	$u(\Delta p)$	-----	-----	----	مقدار	$\Delta p$

توجه: معادله (۵) را ببینید  
الف : توزیع احتمال به موارد خاص تعریف شده در ISO\IEC Guide 98-3 وابسته است (موارد بارز آن معمولی، مربعی و مثلثی می باشد)

بطوریکه مقدمه‌ای شامل سطرهایی در مورد جملات مختلف در معادلات (۶)، (۸) و (۱۱) توصیه می شود.

در مدل خارج قسمت بودجه بندی عدم قطعیت باید شامل سطرها وستونهایی مانند جدول ۲ باشد.

جدول ۶-۲: جدول خلاصه مربوط به مدل خارج قسمت

شاخص نسبی %	عدم قطعیت استاندارد نسبی	توزیع احتمال	عدم قطعیت استاندارد	مقدار برآورد	کمیت
$\{[u(x_{UUC})/x_{UUC}]/[u(r_{UUC})/r_{UUC}]\}^2 \times 100$	$u(x_{UUC})/x_{UUC}$	الف---	$u(x_{UUC})$	مقدار	$x_{UUC}$
$\{[u(p_{std})/p_{std}]/[u(r_{UUC})/r_{UUC}]\}^2 \times 100$	$u(p_{std})/p_{std}$	الف---	$u(p_{std})$	مقدار	$p_{std}$
$\{[u(X_1)/X_1]/[u(r_{UUC})/r_{UUC}]\}^2 \times 100$	$u(X_1)/X_1$	الف---	$u(X_1)$	مقدار	$X_1$
$\{[u(X_2)/X_2]/[u(r_{UUC})/r_{UUC}]\}^2 \times 100$	$u(X_2)/X_2$	الف---	$u(X_2)$	مقدار	$X_2$
		الف---		مقدار	....
$\{[u(X_n)/X_n]/[u(r_{UUC})/r_{UUC}]\}^2 \times 100$	$u(X_n)/X_n$	الف---	$u(X_n)$	مقدار	$X_n$
100%	$u(r_{UUC})/r_{UUC}$	-----	$u(r_{UUC})$	مقدار	$r_{UUC}$

توجه: معادله (۱۴) را ببینید  
الف : توزیع احتمال به موارد خاص تعریف شده در ISO\IEC Guide 98-3 وابسته است (موارد بارز آن معمولی، مربعی و مثلثی می باشد)

بطوریکه مقدمه‌ای شامل سطرهایی در مورد جملات مختلف در معادلات (۱۵)، (۱۶) و (۲۰) توصیه می شود.

برای تعدادی از مقادیر (که تمام محدوده فشارها و سنجه‌هایی که به وسیله آزمایشگاه کالیبراسیون آزمایش می شوند) را تحت پوشش قرار می دهند، باید جداولی به صورت مستندات کیفی ارائه شود.

## ii. مجوز کالیبراسیون

در مجوز کالیبراسیون مدل اندازه‌گیری یا معنای واضحی از آنچه که اندازه گرفته شده است را بیان کنید. دلیل این امر آن است که فاکتورهای تصحیح و حساسیت به سادگی می توانند با معکوس خود و خطاهای خواندن با مقادیر منفی خود، اشتباه گرفته شوند.

هر مقدار کالیبره شده‌ای از  $\Delta p$ ،  $r$  و  $e$  باید با عدم قطعیت گسترش یافته مربوطه که در ISO/TS 3567 توصیف شده است همراه باشد. در مواردی که  $y$  اندازه‌گیری شده  $(\Delta p, r, e)$  و عدم قطعیت آن بطور واضح به فشار وابسته نیستند، آن را بصورت یک میانگین روی یک بازه بزرگتر از فشار بیان کنید. یک عدم قطعیت ساده از این کمیت (مثلا  $[y \pm U(y)]$ ) کافی است.

مطمئن شوید که این مقدار ساده  $U(y)$  پراکندگی نتایج  $y_i$  را در بازه مورد نظر در خود داشته باشد. و این به این معنی است که برای  $k = 2$ ،  $95\%$  مقدار اندازه گرفته شده  $y_i$  باید در  $U$  قرار داشته باشد.

اگر برای سادگی بین مشتری و آزمایشگاه کالیبراسیون توافق شود که فقط یک مقدار عدم قطعیت از بین نقاط مختلف اندازه‌گیری شده در محدوده مورد نظر انتخاب شود این مقدار باید بزرگترین مقدار عدم قطعیت در آن محدوده باشد.

به علاوه به شدت توصیه می‌شود که استفاده کننده از مجوز با معادله ای که وی می‌تواند مقدار درست فشار را از خروجی سنجه و اطلاعات داده شده در مجوز محاسبه کند آشنا باشد.

مقدار عددی مربوط به عدم قطعیت اندازه‌گیری باید حداکثر به دو صورت معنادار داده شود. مقدار عددی عدم قطعیت نتایج در نهایت باید به کوچکترین صورت معنادار در مقدار عدم قطعیت گسترش یافته مربوط به نتایج اندازه‌گیری بیان شود.



۷. پیوست ۳: نکات ایمنی در هنگام کار با مایع جیوه

Archive of SID

## مقدمه:

جیوه تنها فلزی است که در دمای اتاق مایع است و به راحتی تبخیر شده و پخش بخارات آن در محیط به عنوان مهم ترین خطر محسوب می گردد. جیوه دارای فشار بخار  $0,00185$  میلی متر در  $25$  درجه سانتیگراد بوده و بنابراین می تواند به غلظت اشباع شده در هوا به میزان  $20$  میلی گرم در هر مترمکعب آن یا  $2,4$  ppm برسد.

حالت بخار جیوه نسبت به مایع آن اثرات سمی بیشتری داشته و به عنوان سم در بدن عمل کرده و باعث ازکار افتادن سیستم های آنزیمی، صدمه و ازکار افتادن کلیه ها، سیستم عصبی و شش ها می شود. همچنین باعث خستگی مفرط، کاهش وزن، لرزش، تغییر در رفتارهای شخصی، آلزایمر و در مسمومیت های شدید منجر به مرگ می گردد.

با وجود این مسائل و واقف بودن به خطرات ناشی از آن ها، جیوه همچنان در بخش های مختلف حتی در کشورهای توسعه یافته مصرف می گردد. یکی از موارد عمده مصرف جیوه در آزمایشگاه ها است که شامل مواد و ترکیبات جیوه و همچنین تجهیزات و دستگاه های آزمایشگاهی است که در آنها به نوعی، جیوه کاربرد دارد. البته با کنترل و آموزش مناسب می توان جیوه را در آزمایشگاه استفاده کرد. در هر صورت مصرف جیوه و ترکیبات آن هر جا که امکان پذیر است باید محدود گردد. جیوه در شرایط ذیل می تواند به وضعیت خطرناک برسد:

۱. جیوه پس از ریختن و پاشیده شدن در محیط، قابل تمیز کردن فوری نیست، زیرا به ذرات ریزتر با حداکثر سطح تماس می رسد و سرعت تبخیر آن نیز زیاد است. در بسیاری از موارد سرعت تبخیر جیوه بیشتر از سرعت تهویه اتاق است.
۲. سرعت تبخیر جیوه وابسته به درجه حرارت است. در شرایطی که درجه حرارت نسبتاً بالاست حتماً باید شرایط تهویه مناسب ایجاد شود. به عنوان مثال گاهی ترمومتر کوره های آزمایشگاهی بر اثر حرارت خارج از تحمل ترمومتر می شکنند و منجر به پخش جیوه درون آن در آزمایشگاه می گردد.
۳. جیوه اغلب به فاضلاب راه پیدا می کند و ممکن است کارگران تاسیسات، که در حال تعمیر لوله ها هستند با چکه کردن فاضلاب حاوی جیوه در محل بست های لوله کشی ها آلوده شوند.
۴. تخلیه جیوه در چاهک آزمایشگاه به همراه فاضلاب در نهایت به چاه های جذب و یا سفره های آب زیرزمینی می رسد و یا در صورت تخلیه به شبکه جمع آوری فاضلاب، عملیات تصفیه فاضلاب را در سیستم تصفیه خانه با مشکل مواجه می کند.

## نحوه کار با جیوه:

### • کار با جیوه در آزمایشگاه:

هر جایی که جیوه به کار می‌رود احتمال ریختن جیوه وجود دارد. جیوه پس از ریختن به ذرات ریزتری تبدیل شده و در تمام سطح آزمایشگاه پخش می‌شود. ذرات درشت نیز به سرعت به هزاران ذرات کوچکتر تبدیل شده و همه جا را آلوده می‌نمایند. لذا لازم است در صورت کار با جیوه به موارد زیر توجه شود:

▪ ترجیحاً یک شیمی‌دان حرفه‌ای با جیوه کار کند؛ گرچه تا آنجا که ممکن است می‌بایست مصرف جیوه کاهش یا به طور کلی حذف گردد. مثلاً به جای استفاده از دماسنج‌ها و بابلرهای جیوه‌ای از نوع روغنی (bubbler) یا الکلی آن‌ها استفاده شود (بابلرهای جیوه‌ای در واقع فشار اتمسفر داخل یک سیستم واکنش شیمیایی را تنظیم می‌کنند به طوریکه اگر فشار داخل سیستم بالاتر از فشار هوای آزمایشگاه باشد از ورود هوا به داخل سیستم جلوگیری کرده و هوای اضافی را نیز از طریق جیوه یا روغن از سیستم خارج می‌کند).

▪ هرگز از دماسنج‌های جیوه‌ای در کوره آزمایشگاهی استفاده نشود. در صورتی که دماسنج در کوره بشکند نه تنها سلامت افراد به خطر می‌افتد بلکه آزمایشگاه نیز باید برای روزها جهت پاک‌سازی تعطیل شود. همچنین کوره به عنوان یک پسماند خطرناک آلوده محسوب و شرایط دفع مناسب را می‌طلبد که هم زمان‌بر و هم هزینه‌بر است.

▪ هرگز جیوه اضافی را نباید در آزمایشگاه نگه‌داری نمود. بسیاری از عملیات خنثی‌سازی و پاک‌سازی در زمان‌های اضطراری، مثل آتش‌سوزی‌ها و حوادث غیر مترقبه در آزمایشگاه‌ها، مربوط به جمع‌آوری و پاک‌سازی جیوه‌های اضافی نگه‌داشته شده، بوده است.

▪ جیوه‌های ریخته شده را باید سریعاً پاک و در زمان کار با جیوه، باید از یک سینی شیشه‌ای، پلاستیکی و یا استیل استفاده نمود. استفاده از سینی، مانع پخش جیوه در محیط و یا بر روی میز و کف آزمایشگاه می‌گردد.

▪ در محل‌هایی که احتمال تماس مستقیم یا غیر مستقیم گرما با جیوه می‌باشد نباید کار و فعالیت نمود.

▪ لازم است از استنشاق بخار جیوه پرهیز کرده و در زمان کار از دستکش مناسب استفاده شود.  
▪ پسماند جیوه را باید در یک ظرف مخصوص پسماند خطرناک نگهداری و نباید آن را با پسماندهای آلی و یا معدنی یکجا جمع نمود.

- هرگز نباید پسماند جیوه را در ظرف‌شویی آزمایشگاه خالی کرد.
- در هنگام کار با جیوه، زیور آلات فلزی که احتمال تماس آنها با جیوه می‌رود، نباید استفاده شود.
- اقدام مؤثر و سریع در هنگام ریزش و پاشیدن جیوه، ضروری است.
- از واکنش دادن جیوه با گوگرد در محیطی با درجه حرارت بالا خودداری شود.



- جیوه با آلومینیم، آمونیاک، مس، آلیاژ مس، اتیلن اکسید، هالوژن‌ها، آهن، نیترات‌ها، سولفور، اسید سولفوریک، اکسیژن، استیلن، لیتیم، روبیدیم، سدیم کرباید، سرب، نیترومتان، اسید پروکسی فورمیک، کلسیم، دی اکسید کلرین، اکسیدهای فلزی بروموپروپین، آلکین‌ها و تتراکربونیل نیکل ناسازگار است.
- جیوه می‌بایست در یک کمد در بسته در آزمایشگاه نگهداری شود تا به راحتی در دسترس قرار نداشته باشد و علائم و توضیحات هشدار دهنده بر درب کمد یا قفسه نوشته شود.
- جیوه را در جایی نگذارید که در مسیر برخورد یک مراجعه کننده باشد.

### • بازیافت جیوه در آزمایشگاه :

جیوه سطحی براق و درخشان دارد اما بعد از گذشت زمان، بر روی سطح جیوه مصرفی در دیگ‌های بخار یا پمپ فشار، یک لایه لجن سیاه یا خاکستری تشکیل می‌گردد. بنابراین زمانی که نیاز به تمیز کردن این وسایل می‌باشد به راحتی می‌توان به جای دور ریختن جیوه مجدداً آن را بازیافت و استفاده کرد. با این کار هم پسماند جیوه کمتری تولید خواهد شد و هم هزینه برای تهیه جیوه جدید کاهش می‌یابد. بهترین روش پاکسازی روش تقطیر است که البته جوشاندن جیوه و جمع کردن بخارات تقطیر شده خوشایند نیست. خوشبختانه دو روش آسانتر و کم خطرتر با قابلیت کاربرد بالا وجود دارد . ابتدا یک سینی دو جداره از جنس استیل یا پلاستیک تهیه و در زیر هود قراردادده شود و از یکی از روش‌های زیر برای بازیابی جیوه استفاده گردد:

۱. روش استفاده از سرنگ: با استفاده از یک سرنگ ۱۰ میلی‌لیتر، سوزن آن را در زیر سطح جیوه آلوده چسبانده و جیوه تمیز زیر سطح را با سرنگ بکشید. پس از پر شدن سرنگ آن را به صورت عمودی گرفته و در یک ظرف تمیز تخلیه کنید. مراقب باشید که جیوه از سرنگ چکه نکند.
۲. روش استفاده از کاغذ صافی: یک کاغذ صافی را به صورت قیف در آورده، آن را بر روی یک قیف شیشه‌ای یا پلاستیکی که بر روی ظرف مخصوص جمع کردن جیوه تمیز است گذاشته و در ته آن یک سوراخ کوچک ایجاد کنید. تا آنجا که ممکن است ته قیف به سطح ظرف نزدیک باشد تا جیوه به اطراف نریزد. پس از ریختن جیوه آلوده روی کاغذ صافی، لجن سیاهی بر روی کاغذ صافی باقی می‌ماند و جیوه تمیز از قیف خارج می‌گردد. بسته به میزان آلودگی جیوه، ممکن است نیاز به چند بار تعویض صافی باشد. مناسب بودن این روش‌ها به دلیل کمتر بودن چگالی لجن و نامحلول بودن آن در جیوه است. اگر جیوه با فلز دیگری مثل سدیم آمیخته شود، به روش‌های ساده فیزیکی قابل جداسازی نبوده و نیاز است که جداسازی با روش‌های شیمیائی انجام گیرد. اگر فلز آمیخته شده با جیوه، به آسانی با روش شیمیائی جدا نشود، لازم است که با استفاده از روش‌های مناسب دفع پسماند، امحاء گردد. روش تقطیر نیز، روش مناسبی برای جداسازی جیوه در موارد لزوم است. مقادیر کم جیوه باقی مانده بر بدنه ظروف، با شستشو توسط اسید نیتریک رقیق پاک خواهد شد. دقت شود که این محلول در فاضلاب تخلیه نگردد. این محلول اسید نیتریک



حاوی جیوه، می‌بایست در یک ظرف مخصوص به عنوان پسماند جیوه نگهداری و با روش مناسب دفع گردد.

Archive of SID

Archive of SID



## **Abstract**

For the first time, a Pirani calibration vacuum gauge system has been designed and fabricated to calibrate all kinds of vacuum gauges which operate in the medium vacuum range. In this project, after doing the required studies and exploring the key parameters, the conceptual design was performed. Also, in order to evaluate the practical performance of the system, a distinct experimental setup was designed and manufactured and several tests was conducted to investigate the key controlling parameters role more precisely.

## **Target:**

Measuring and having certainty on measurement systems calibration has been always a major concerns of scientist, engineers, and technical experts. The aim of calibration is to set up an effective framework to control the precision of the quantitative parameters of test systems, measurement devices and all equipment which their performance impact on the quality of the process.

This framework is determined in according to the approved references and international standards. Usually, the uncertainty in the device performance increases over the time and with repeatedly usage. Therefore, a new calibration process must be performed periodically and so having a calibration system is essential.

Vacuum technology is considered as a sanctioned technology on which measurement and calibration have a vital roles. But from this aspect, our country is in a deep constraint. By setting up this system, the possibility of calibrating the equipment and systems used in researches will be provided. Also, there will be the option to present services in this field to universities, research, industrial and commercial centers in the national and international scene.

This project can have a considerable positive effect on the quality certification of the researches in the field of vacuum technology. By considering the fact that there is no similar lab, on one side, and the importance of having vacuum equipment calibrated in different process including atomic, space, nanotechnology and laser, on the other side, it can be concluded that this project has a great value for the country.

## **Methodology:**

In this project, at first, library studies about the mid-range vacuum gauge calibration was performed and all of the calibration systems related to medium vacuum was investigated. The prototype system was designed and the necessary material, equipment and devices was provided. Based on the



obtained results, the proper calibration system for the desired range was chosen, designed and fabricated.

### **Results:**

In this project, a calibrating system for mid-range Pirani vacuum gauges was designed and fabricated.

**Keywords:** Calibration, Macleod vacuum gauge, medium-range vacuum

Archive of SID



**Final report (Title)**

**Design and fabricate pirani vacuum gauges  
calibration system**

**Code:2284-20**

**Name of Research Institute:**

**Research Department:**

**Vacuum Research Group**

**Principal Investigator:**

**Ali Asghar Zavarian**

**Date:** January 2017



Archive of SID