

MIKES
METROLOGIA



*Tyhjiön mittauksia koskeva kysely
Yhteenvedo tuloksista*

Markku Rantanen
Sari Semenoja

Helsinki 2004

Markku Rantanen
Sari Semenoja

Tyhjiön mittauksia koskeva kysely. Yhteenveto tuloksista.

1. KYSELYN TARKOITUS

Mittatekniikan keskus (MIKES) järjesti kesällä 2004 tyhjiön mittauksia koskevan kyselyn. Tarkoituksena oli selvittää ne vaatimukset, joita suomalaiset käyttäjät ja prosessit asettavat tyhjiön mittaamiselle ja mittausten jäljitettävyydelle, ja kartoittaa tyhjiöalueen mitanormaaleihin liittyviä kehitystarpeita.

Kyselyn järjestäminen oli osa tyhjiön mittaustekniikkaa koskevaa kehityshanketta, jonka vetäjä on Sveriges Provnings och Forskningsinstitut (SP) ja jossa MIKES on mukana. Hanketta rahoittaa myös NORDTEST.

Tyhjiön mittausten ohella kyselyssä käsiteltiin myös kahta muuta edelliseen liittyvää aihepiiriä: pieniä kaasuvirtauksia ja vuodonetsintää.

2. KYSELYLOMAKE

Kyselyssä käytetty lomake ja sen saatekirje ovat liitteenä 1. Lomakkeen kysymykset on laadittu SP:llä, joka toteutti vastaavan kyselyn Ruotsissa aikaisemmin keväällä 2004. SP:n järjestämään kyselyyn saatiin vastauksia myös Norjasta ja Tanskasta.

3. LOMAKKEEN JAKELU

Kyselylomake pyrittiin lähettämään tyhjiötekniikan käyttäjille mahdollisimman kattavasti. Suomen Tyhjiöseura antoi käyttöön jäsenrekisterinsä, samoin käyttöön saatiin erään tyhjiölaitteiden maahantuojan (SV-Vacuumservice Oy) asiakasrekisteri. Myös MIKESin omaa asiakasrekisteriä käytettiin hyväksi, ja kyselystä tiedotettiin MIKESin verkkosivuilla (www.mikes.fi). Kaikkiaan lähetettiin yli 200 kyselylomaketta. Jakelulistoissa oli ymmärrettävästi myös päällekkäisyyksiä.

4. VASTAAJIEN TOIMIALAT JA SOVELLUKSET

Vastauksia saatiin valitettavan vähän, vain 14. Vastaajat ryhmiteltiin karkeasti kahteen ryhmään. Tutkimusta ja kehitystä edustavia vastaajia oli 5, ja tuotantoa ja/tai huoltoa edustavia 9.

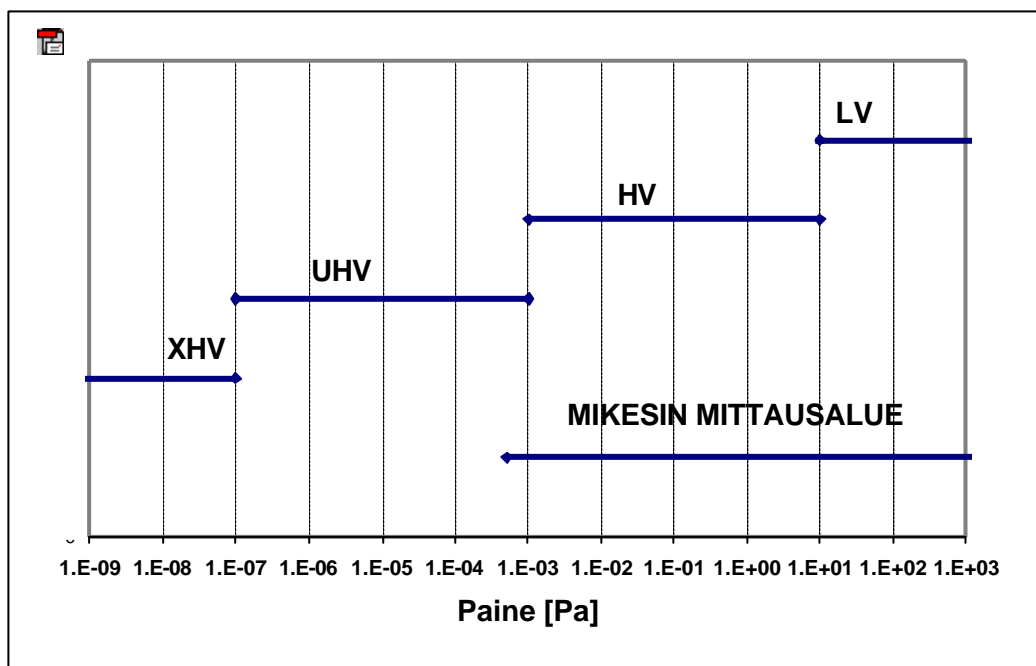
Kaikki vastaajat eivät maininneet käyttämäänsä tyhjiötekniikan sovellusta, mutta mm. seuraavat mainittiin:

- hiukkaskiihdytin, ionilähteet, tutkimuslaitteet
- laserjäähdytys- ja atomioptiikkakokeet
- LPCDV
- magneettien sintraus vakuumi-induktiouunissa
- optisten kuitujen valmistus
- plasmaetsaus
- pumppujen ja järjestelmien huolto
- yksittäiskiteenkasvatus

5. TYHJIÖTASOT

Kyselylomakkeessa sovellusten tyhjiötasoista käytettiin seuraavaa karkeaa luokittelua:

- | | | | |
|-------|------------------------------------|---|--|
| - LV | Low Vacuum, karkea/välityhjiö | >10 Pa, | (> ~0,1 torr) |
| - HV | High Vacuum, suurtyhjiö | 10 Pa ... 10 ⁻³ Pa | (~0,1 torr ... 10 ⁻⁵ torr) |
| - UHV | Ultra High Vacuum, hyvä suurtyhjiö | 10 ⁻³ Pa ... 10 ⁻⁷ Pa | (~10 ⁻⁵ torr ... 10 ⁻⁹ torr) |
| - XHV | Extra High Vacuum, ultratyhjiö | <10 ⁻⁷ Pa | (< ~10 ⁻⁹ torr) |



Kuva 1. Kyselyssä käytetty tyhjiötasojen luokittelu

Kuva 1. havainnollistaa luokittelua ja MIKESin nykyisin tarjoamien tyhjiökaliibrointipalvelujen aluetta.

Tyhjiötason suhteen vastaajien sovellukset jakautuivat seuraavasti:

- LV	Low Vacuum, karkea/välityhjiö	8
- HV	High Vacuum, suurtyhjiö	11
- UHV	Ultra High Vacuum, hyvä suurtyhjiö	5
- XHV	Extra High Vacuum, ultratyhjiö	3

Joillakin vastaajilla on useampia sovelluksia eri tyhjiötasoilla. Tutkimustoiminnan sovellukset painottuvat odotetusti UHV- ja XHV-alueille.

6. ATMOSFÄÄRI

Vastausten mukaan yleisimmin käytetty sovelluksen atmosfääri on typpi/ilma, jonka kaikki vastaajat kahta lukuun ottamatta mainitsivat. Muita esiin tulleita kaasuja ovat mm. argon, helium, neon ja vety.

Typen käyttäminen mittalaitteiden kalibrointikaasuna sopii ainakin kohtuullisesti lähes kaikille. Muita kaasuja vastaavat muunnoskertoimet ovat ilmeisesti kohtuullisen hyvin tunnettuja. MIKESin kalibroinneissa tyhjiöalueella käytetään typpeä väliaineena.

7. VAATIMUKSET MITTAUSTEN JÄLJITETTÄVYYDELLE JA EPÄVARMUDELLE

Standardi SFS 3700 (Metrologia. Perus- ja yleistermien sanasto) määrittelee jäljitettävyyden näin:

Jäljitettävyys = mittaustuloksen tai mittanormaanin yhteys ilmoitettuihin referensseihin, yleensä kansallisiin tai kansainvälisiin mittanormaaleihin, sellaisen vertailuketjun välityksellä, jossa on ilmoitettu kaikkien vertailujen epävarmuudet.

Mittauksen epävarmuus ja jäljitettävyys kytkeytyvät näin ollen läheisesti yhteen. Vain muutama tuotanto- ja huoltotoimintaa edustava vastaaja esitti selkeitä vaatimuksia jäljitettävyydelle. Tuotestandardit esimerkiksi lääketieteellisille laitteille määrittelevät usein suoraan jäljitettävyyden- ja epävarmuusvaatimukset mittauksille.

Mittauksilta vaadittava epävarmuus luonnollisesti riippuu sovelluksesta. Seuraavassa vastauslomakkeista poimittuja esimerkkejä:

- ei määritelty
- yleensä kertaluku riittää
- +/- 10%
- +/- 2%
- ei kommenttia, nykyiset laitteet OK
- +/-10 mTorr, useimmiten toistettava paine riittää
- +/- 15 – 20%
- < 1mTorr

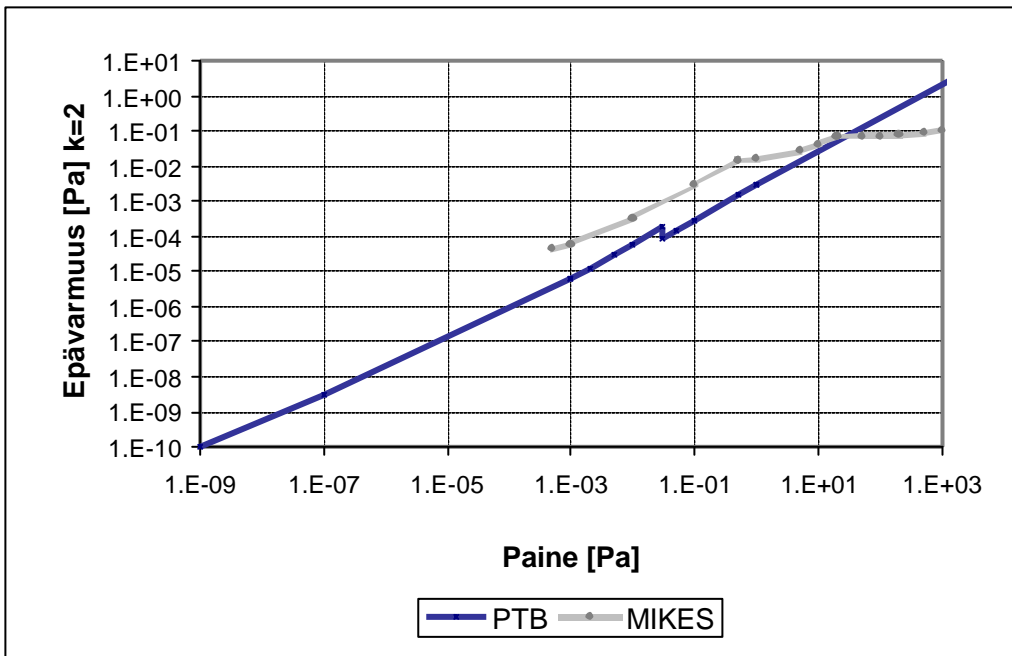
- +/-10% alueella 10^{-2} mbar
- +/- 10%
- +/-50% kun paine alle 0,5 mbar
- vaihtelee
- riippuu sovellutuksesta
- puoli dekadia alueella alle 10^{-10} torr

Prosessin ohjauksen kannalta ei aina haittaa, vaikka mittari ei näyttäisikään absoluuttisesti oikeaa arvoa. Ongelmia tulee vasta sitten, kun mittari ryömii tai vikaantuu. Virheelliset näyttämät voivat johtaa tarpeettoman pitkiin pumppausaikoihin, vaikka varsinaisia ongelmia ei esiintyisikään.

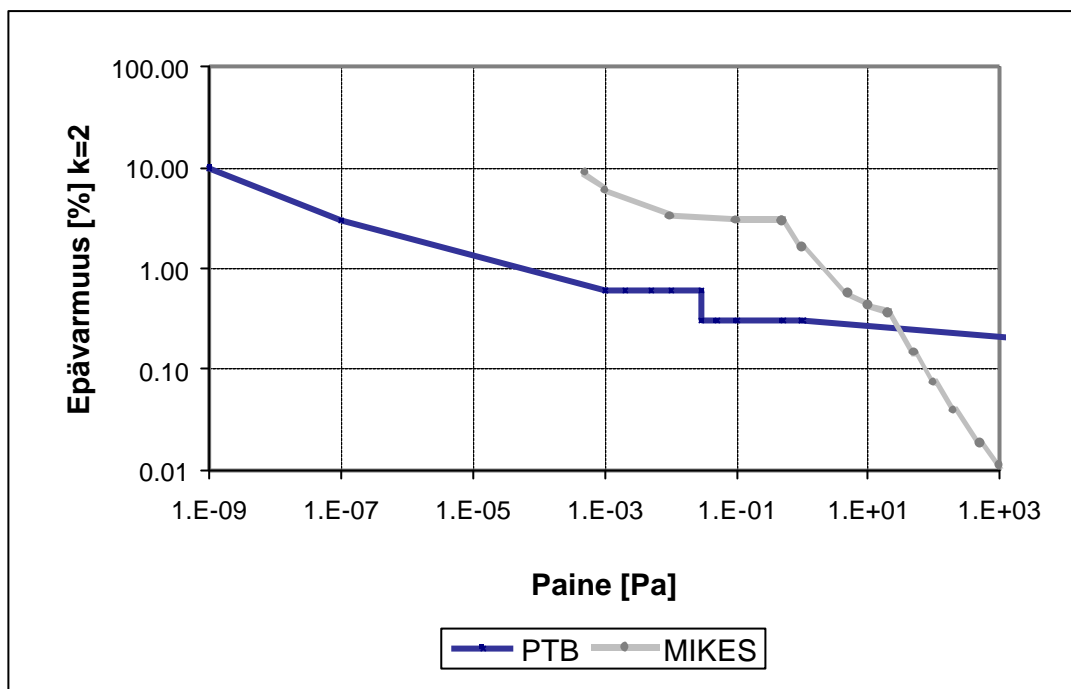
Vertailukohtaksi edellä listatulle epävarmuusvaatimuksille on kuvassa 2 esitetty MIKESin ja PTB:n (Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Saksa) parhaat mittauskyyvyt absoluuttiarvoina. Kuvassa 3 nähdään samat asiat suhteellisena epävarmuutena.

MIKES pääsee alueella 30 Pa – 1000 Pa pienempiin epävarmuuksiin kuin PTB:n tyhjiötekniikan laboratorio Berliinissä. MIKES hankki 2001 ensimmäisenä kansallisena mittanormaallaboratoriona FPG-tyyppisen mäntämanometrin, jonka on kehittänyt DH Instruments Inc. Tämä laite laajentaa painevaakatyypisten mittalaitteiden painealuetta perinteisten tyhjiöalueen mittanormaalien suuntaan.

PTB:n ohella Euroopan johtavia tyhjiöalueen mittanormaallaboratorioita ovat NPL (National Physical Laboratory) Englannissa ja IMGC (Istituto di Metrologia "G. Colonnetti") Italiassa.



Kuva 2. MIKESin ja PTB:n paras mittauskyyvyt tyhjiöalueen kalibroinneissa (absoluuttinen epävarmuus)



Kuva 3. MIKESin ja PTB:n paras mittauskyky tyhjiöalueen kalibroinneissa (suhteellinen epävarmuus)

Kansallisten mittanormaalilaboratorioiden MRA-sopimuksen (Mutual Recognition Arrangement) mukaisesti vastavuoroisesti tunnustetut parhaat mittauskyvyt löytyvät nettiosoitteesta www.bipm.org (The BIPM key comparison database, Appendix C). MIKESin nykyinen tilanne ei vielä 9.9.2004 ollut ehtinyt sinne. Myös kalibrointilaboratorion paras mittauskyky tyhjiöalueen mittauksissa riippuu voimakkaasti painetasosta.

8. TULEVAISUUDEN NÄKYMÄT

Mitään dramaattisia muutoksia tyhjiömittauksissa ei vastaajilla ole tulossa kymmenen vuoden tähtäyksellä. Valtaosalla vastaajista ei ollut tiedossa mitään muutoksia.

Vain yhdellä vastaajalla on tiedossa muutos syvemmän tyhjiön suuntaan (LV ? HV). Uusia sovelluksia on tiedossa kahdella vastaajalla. Yhdellä on tarkoitus saada tyypin lisäksi käyttöön muitakin kaasuatmosfäärejä. Kolme vastaajaa pyrkii pienempään epävarmuuteen ja yksi arvelee joutuvansa parantamaan mittausten jäljitettävyyttä.

Yksi vastaaja toivoo mahdollisuutta pirani- ja penning- antureiden vertaamiseen.

9. VUODONETSINTÄ

Yli puolet vastaajista pitää vuodonetsintää ongelma-alueena. Nimettyjä ongelmia olivat seuraavat:

- ei hyvää menetelmää LV-alueella
- ison vakuumiunin hitsausseamat

- jos vuoto on suuri, ei voida käyttää He-testeriä, taustamelun takia "suhina" ei kuulu
- etsauskaasut voivat päästä huoneilmaan
- vetykaasu vääristää termoresistiivisten antureiden toimintaa

Kahden vastaajan mukaan vuodonetsinnässä käytetään ulkopuolista alihankkijaa.

Kalibroituja vuoto normaaleja ilmoittaa käyttävänsä neljä vastaajaa. Parille vastaajalle kalibroidut vuoto normaalit tuntuvat olevan kokonaan uusi asia.

Vuodonetsintä ja vuoto normaalien käyttö on otettu tähän kyselyyn mukaan siksi, että vuoto normaalien uudelleenkalibrointi on teknisenä suorituksena lähellä tyhjiöalueen mittausta.

10. PIENET KAASUVIRTAUKSET

Seitsemän vastaajaa ilmoittaa tyhjiömittausten ohella tekevänsä myös pienten kaasuvirtauksien mittauksia. Yleisimmin mainitut kaasut ovat typpi, happi ja argon. Niiden lisäksi vastauksissa mainitaan toistakymmentä muuta kaasua.

MIKES on viime vuosien aikana rakentanut laitteistoa pienten kaasuvirtausten mittauksiin. Laitteisto on kuvattu mm. Automaatioväylä-lehden artikkelissa [2] ja MIKESin nettisivuilla (www.mikes.fi > Metrologia > Tutkimusryhmät-MIKES > Lämpötilaryhmä > Virtaus).

Vuonna 2005 MIKES pystyy tarjoamaan kansallisen mittanormaalitason kalibrointipalveluja alueella 20 ml/min ... 30 l/min.

11. PÄÄTELMÄT

MIKESin kalibrointipalvelut tyhjiömittareille LV- ja HV-alueilla ovat vähintään tyydyttävällä tasolla, mutta UHV- ja XHV-alueilla ei tällä hetkellä pystytä tarjoamaan jäljitettäviä kalibrointeja. Saaduista vastauksista voidaan päätellä, että polttavaa tarvetta näiden alueiden kalibrointivalmiuksien luomiseen ei olekaan. Kyselyn alhainen vastausprosentti viittaa samaan suuntaan. MIKESille on tullut viimeisten viiden vuoden aikana vain pari UHV-alueen kalibrointeja koskevaa tiedustelua, XHV-alueella ei yhtään.

Kuitenkin laatujärjestelmien soveltaminen yhä uusille alueille ja yleinen tekninen kehitys epäilemättä lisäävät tulevaisuudessa kalibrointipalvelujen kysyntää myös UHV- ja XHV-alueella ja edellyttävät pienempiä epävarmuuksia. Primääritason mittanormaalilaitteisto UHV- ja XHV-alueille on kallis, ja sen ylläpito vaatii merkittävän työpanoksen. Kalibrointipalvelujen saatavuudesta pystytään ilmeisesti taloudellisimmin huolehtimaan alemman tason normaalien ja pohjoismaisen tai eurooppalaisen yhteistyön avulla.

12. VIITTEET

[1] SFS 3700 Metrologia. Perus- ja yleistermien sanasto.

[2] S. Sillanpää, M. Heinonen: Kalibrointilaitteisto pienille kaasuvirtausmittareille. Auto-
maatiöväylä 5/2003, 26 – 27.



Kysely tyhjiön mittauksista

MIKES (Mittatekniikan keskus) on mukana tyhjiön mittaustekniikkaa koskevassa kehityshankkeessa, jonka vetäjä on SP (Sveriges Provnings och Forskningsinstitut). Hanketta rahoittaa myös NORDTEST. Tyhjiön mittauksiin liittyy paljon sellaisia ongelmia, joita muilla painealueilla ei esiinny. Tämä heijastuu mm. mittausten epävarmuuksissa, jotka ovat moninkertaisia tavanomaisen paineen mittausten epävarmuuksiin verrattuna.

Taustaa

Tyhjiötä käytetään prosesseissa mm. puhtaiden ja hallittujen olosuhteiden luomiseksi. Tyhjiötekniikan sovellutusalue on laaja, mutta painetason hallitseminen on keskeinen tekijä kaikissa sovelluksissa. Yleinen suunta on kohti parempia tyhjiöitä (matalampaa painetta). Samalla mittauksen ongelmat korostuvat.

Tyhjiöalue voidaan jakaa paineen mukaan esim. seuraavasti: LV (Low Vacuum, karkea/välityhjiö), HV (High Vacuum, suurtyhjiö), UHV (Ultra High Vacuum, hyvä suurtyhjiö), XHV (Extra High Vacuum, ultratyhjiö). Nimitykset eivät ole kaikin osin vakiintuneita, eivätkä seuraavan sivun kysymysosassa käytetyt rajat ole alueille ainoita oikeita.

MIKES ja SP pystyvät molemmat nykyisin kansallisina mittanormaallilaboratorioina tarjoamaan tyhjiöalueen kalibrointeja LV- ja HV-alueilla paineeseen $5 \cdot 10^{-4}$ Pa ($= 5 \cdot 10^{-6}$ mbar) saakka, ja kalibroinnit tehdään typpikaasua käyttäen. Tutkimustoiminnassa ja teollisuuden prosesseissa esiintyy kuitenkin paljon pienempiäkin paineita, jopa 10^{-10} Pa, ja myös muita kuin typpi-atmosfääriä käytetään usein.

Tarkoitus

Hankkeen tarkoituksena on selvittää ne vaatimukset, joita pohjoismaiset käyttäjät ja prosessit asettavat tyhjiön mittaamiselle ja mittausten jäljitettävyydelle, ja koota ja välittää aihealuetta koskevaa tietoa. Hankkeen tärkeimmät osatehtävät ovat

- teollisuuden ja tutkimustoiminnan tarpeiden kartoitus
- sopivien kalibrointimenetelmien valinta kartoituksen tulosten perusteella
- laitteiston suunnittelu ja toteutus.

Samalla käsitellään myös kahta muuta edelliseen usein liittyvää aihepiiriä: pieniä kaasuvirtauksia ja vuodonetsintää. Vastaukset käsitellään luottamuksellisina. Tulokset esitetään pääasiassa yhteenvetoina, ja sanalliset vastaukset sellaisessa muodossa että niitä ei voi yhdistää yksittäiseen vastaajaan. Kaikki vastanneet saavat yhteenvedon tuloksista.

Yhteyshenkilöt

Koko hankkeen vastuhenkilö:

Fredrik Arrhén
SP Sveriges Provnings och
Forskningsinstitut
Box 857, SE-501 15 Borås

Lomakkeen palautus
15.8.04 mennessä:
osoitteella

Kiitokset etukäteen!

Yhteyshenkilöt MIKESissä:

Markku Rantanen, markku.rantanen@mikes.fi
Puh. (09) 616 7463

Sari Semenoja, sari.semenoja@mikes.fi
Puh. (09) 616 7448

Mittatekniikan keskus

Markku Rantanen
PL 239
00181 HELSINKI
Fax: (09) 616 7467

Tiedot vastaajasta

Nimi:	
Toimi/työtehtävä:	
Yritys/laitos:	
Osasto:	
Katuosoite:	
Postitoimipaikka:	
Puhelin:	
Sähköpostiosoite:	

Tyhjiömittaukset tänään

Sovellus:

Tyhjiötaso/tasot: [] LV (>10 Pa, $\sim 0,1$ torr) [] HV (10 Pa $> 10^3$ Pa, $0,1$ torr $> 10^5$ torr)
[] UHV (10^{-3} Pa $> 10^{-7}$ Pa, 10^{-5} torr $> 10^{-9}$ torr) [] XHV ($< 10^{-7}$ Pa, $< 10^{-9}$ torr)

Atmosfääri: [] Typpi / Ilma [] Muu, mikä?

Sopiiko tyyppi mittalaitteiden kalibrointikaasuksi?

Millaiset ovat vaatimukset mittausten jäljitettävyydelle?

Millaista epävarmuutta/tarkkuutta mittauksilta vaaditaan?

Tulevaisuuden näkymät (~10 vuoden tähtäys)

Sovellus:

Tyhjiötaso/tasot: [] LV (>10 Pa, $\sim 0,1$ torr) [] HV (10 Pa $> 10^3$ Pa, $0,1$ torr $> 10^5$ torr)
[] UHV (10^{-3} Pa $> 10^{-7}$ Pa, 10^{-5} torr $> 10^{-9}$ torr) [] XHV ($< 10^{-7}$ Pa, $< 10^{-9}$ torr)

Atmosfääri: [] Typpi / Ilma [] Muu, mikä?

Sopiiko tyyppi mittalaitteiden kalibrointikaasuksi?

Millaiset ovat vaatimukset mittausten jäljitettävyydelle?

Millaista epävarmuutta/tarkkuutta mittauksilta vaaditaan?

Vuodonetsintä

Onko vuodonetsintä ongelma-alue? [] On [] Ei

Jos on, niin millä tavalla?

Käytättekö kalibroituja vuotoonnormaaleja (esim. vuodonetsintälaitteiden kalibrointiin)?

Pienet kaasuvirtaukset ($< \sim 1000$ standardilitraa /min)

Mittaatteko kaasun massa- tai tilavuusvirtaa: [] Kyllä [] Ei

Jos kyllä, niin mitä kaasuja ja minkä suuruusluokan virtauksia?

Onko viiden vuoden tähtäyksellä odotettavissa lisää tämän alueen mittaustarpeita?.

Kommentteja, mielipiteitä



- PL 239, Lönnrotinkatu 37, 00181 HELSINKI
- Puh. 09 616 761 • Fax 09 616 7467
- www.mikes.fi