

РОССТАНДАРТ
Федеральное государственное унитарное предприятие
ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИИ ИМЕНИ Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА
(ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

На правах рукописи

КУВАНДЫКОВ Рустам Эгамбердыевич

**РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ ОТЕЧЕСТВЕННОГО
ТРАНСПОРТИРУЕМОГО ЭТАЛОННОГО ВАКУУММЕТРА ДЛЯ
ПРОВЕДЕНИЯ СЛИЧЕНИЙ, ПОВЕРКИ, КАЛИБРОВКИ СРЕДСТВ
ИЗМЕРЕНИЙ НИЗКОГО АБСОЛЮТНОГО ДАВЛЕНИЯ**

Специальность – 2.2.4. «Приборы и методы измерения (по видам измерений)»

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание учёной степени
кандидата технических наук

Санкт-Петербург – 2023

Работа выполнена в Федеральном государственном унитарном предприятии «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»

Научный руководитель: **Чернышенко Александр Александрович**, кандидат технических наук, руководитель лаборатории вакуумных измерений федерального государственного унитарного предприятия Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева, 190005, Санкт-Петербург, пр. Московский, 19.

Официальные оппоненты: **Федоров Алексей Владимирович**, доктор технических наук, доцент факультета систем управления и робототехники ФГАОУВО "Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики";

Ухов Андрей Александрович, доктор технических наук, профессор кафедры электронных приборов и устройств Санкт-Петербургского государственного электротехнического университета «ЛЭТИ» им. В.И. Ульянова.

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное учреждение Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии, 119361, Москва, ул. Озерная, д. 46.

Защита диссертации состоится «1» июня 2023 г. в 11:00 часов на заседании диссертационного совета 32.1.001.01 во ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» по адресу: 190005, Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» и на сайте <https://www.vniim.ru/dissert.html>

Автореферат разослан «___» _____ 2023 г.

Отзывы на автореферат в 2-х экземплярах, заверенные печатью учреждения, просим направить по адресу: 190005, Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19, ученому секретарю диссертационного совета 32.1.001.01 Чекирде Константину Владимировичу.

Учёный секретарь
диссертационного совета 32.1.001.01
кандидат технических наук

_____ К.В. Чекирда

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования. Актуальность разработки и исследования отечественного эталонного вакуумметра обусловлена тем, что эксплуатационные, функциональные, технические, метрологические характеристики выпускаемых в настоящее время отечественных и иностранных вакуумметров в полной мере не удовлетворяют потребностям метрологического обеспечения в области низкого абсолютного давления (вакуума). Следует отметить тот факт, что в настоящее время в РФ не выпускаются транспортируемые компактные вакуумметры, имеющие необходимые диапазоны и погрешности измерений, которые можно было бы использовать в качестве эталонов сравнения при проведении межлабораторных и международных сличений с целью установления эквивалентности государственных первичных эталонов, возглавляющих различные государственные поверочные схемы в области абсолютных давлений и вакуума, а также аттестации рабочих эталонов в рамках этих поверочных схем. К ним относятся, в том числе: государственный специальный эталон и государственная поверочная схема для средств измерений абсолютного давления газа в диапазоне $1 \cdot 10^{-8} - 1 \cdot 10^3$ Па в соответствии с ГОСТ 8.107–81 и Государственная поверочная схема для средств измерения абсолютного давления газа в диапазоне $1 \cdot 10^{-1} - 1 \cdot 10^7$ Па, утвержденная приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 06.12.2019 г. № 2900, реализованные в государственных первичных эталонах ГЭТ 49-2016 и ГЭТ 101-2011. До последнего времени задача обеспечения транспортируемыми эталонами сравнения в области измерений низкого абсолютного давления решалась при помощи вакуумметров иностранного производства различных типов. Однако введенные со стороны некоторых государств санкционные ограничения (решение Евросоюза № 2014/512/CFSP13 и регламент № 833/2014 от 31.07.2014 г.) и ограничения на ввоз со стороны РФ (Постановление Правительства РФ от 21.12.2019 г. № 1746) существенно уменьшили возможность приобретения необходимых эталонов сравнения для области измерений низкого абсолютного давления газа, а также ограничили возможности развития системы метрологического обеспечения в области измерений низкого абсолютного давления газа.

Необходимо отметить крайнюю важность этой области измерений для ряда отечественных отраслей промышленности и науки. Особенно значимы измерения низкого абсолютного давления газа в металлургии, электронной, авиационной, атомной, космической промышленности и других высокотехнологичных отраслях, относящихся к приоритетным направлениям развития науки, утвержденных Указом Президента РФ № 899 от 07.07.2011 г. «Об утверждении приоритетных направлений развития науки, технологий и техники в РФ и перечня критических технологий РФ». В настоящее время на фоне увеличения количества средств измерений низкого абсолютного давления газа в промышленности РФ, наблюдается и рост потребности в эталонных

вакуумметрах, применяемых для их поверки, калибровки и межлабораторных испытаний.

Необходимость развития отечественного приборостроения, в том числе в области измерений низкого абсолютного давления, подчёркивают такие документы как: национальный проект «Наука» в рамках Указа Президента РФ от 7 мая 2018 года № 204 «О национальных целях и стратегических задачах развития РФ на период до 2024 года» и Распоряжение Правительства РФ от 17 января 2020 г. № 20-р «О Стратегии развития электронной промышленности РФ на период до 2030 г.».

Степень разработанности темы исследования. Важно отметить, что Разработке эталонных средств измерений в области низкого абсолютного давления газа посвящены многочисленные труды отечественных и зарубежных учёных. Этим вопросам уделялось большое внимание сотрудниками института метрологии им. Д.И. Менделеева Рыжовым В.А., Казаковым В.А., Израйловым Е.К., Горобеем В.Н., которые в разные годы разрабатывали эталонные вакуумметрические установки, включающие эталонные вакуумметры, основанные на деформационных и других методах измерений низкого абсолютного давления газа. Большой вклад в развитие эталонной базы РФ на основе жидкостного метода измерений давления газа внесли Садковская И.В. и Эйхвальд А.И. Существенное внимание вопросам разработки отечественных вакуумметров посвящены работы профессора Политехнического университета Санкт-Петербурга Розанова Л.Н., а также профессора Ульяновского государственного университета Стучебникова В.М. Интересными работами, направленными на разработку средств измерений низких абсолютных давлений с применением новых способов измерений и технологий изготовления, являются работы таких иностранных авторов, как Steffen Kurth, Karla Hiller, которые предложили использовать первичные измерительные преобразователи изготовленные по технологии микросистемной техники (МЭМС). Все эти работы привели к существенным улучшениям метрологических и эксплуатационных характеристик средств измерений низких абсолютных давлений газа. Однако, в трудах указанных учёных нет исследований, посвященных разработке эталонных вакуумметров, предназначенных для проведения межлабораторных и международных сличений с целью установления эквивалентности государственных первичных эталонов, с точки зрения обеспечения транспортируемости, а также автоматизации процессов сличений и калибровок.

В рамках работы были сформулированы цель и задачи исследования.

Целью диссертационной работы является повышение эффективности метрологического обеспечения в области измерений низкого абсолютного давления газа, в том числе метрологических и технических характеристик эталонных вакуумметров, за счёт совершенствования метода измерения давления газа, развития приборной базы, разработки и автоматизации процедур поверки, калибровки и сличений вакуумметров.

Задачи исследования. Для достижения поставленной цели был сформулирован и решался ряд задач, направленных на разработку и исследование эталонного вакуумметра для проведения сличений, поверки, калибровки средств измерений низкого абсолютного давления, с техническими и метрологическими характеристиками, не уступающими уровню аналогичных эталонных вакуумметров, а также разработку программно-аппаратного комплекса для автоматизации процедур поверки и сличений вакуумметров:

- провести анализ существующих эталонных вакуумметров, основанных на различных методах измерения низкого абсолютного давления газа. Определить целевые метрологические и технические характеристики разрабатываемого эталонного вакуумметра, обеспечивающие метрологическую прослеживаемость результатов измерения приборов к государственным первичным эталонам согласно государственным поверочным схемам в области измерений низкого абсолютного давления;

- выбрать и обосновать физико-математическую модель нового способа измерения абсолютного давления газа для совершенствования деформационного метода измерения давления газа, исключая влияние на результат измерения значения остаточного давления в сравнительной камере и температурных эффектов при термостатировании первичного измерительного преобразователя деформационного вакуумметра, с обеспечением требований государственных поверочных схем в области измерений низкого абсолютного давления, при уменьшении массогабаритных характеристик вакуумметра, увеличении стойкости к внешним механическим воздействиям;

- разработать научно-методические и технологические принципы изготовления первичных измерительных преобразователей, основанных на новом способе измерения давления, изготовить экспериментальный образец транспортируемого эталонного вакуумметра;

- исследовать метрологические характеристики разработанного и изготовленного эталонного вакуумметра, включая составляющие неопределённости результата измерений;

- разработать научно-методические и технологические принципы построения, алгоритмы программно-аппаратного комплекса, включающего разработанный эталонный вакуумметр, повышающего эффективность процедур поверки и калибровки вакуумметров путём автоматизации данных процедур.

Область исследования. Диссертационная работа посвящена научным и техническим исследованиям и разработкам в области измерений низкого абсолютного давления газа, в частности эталонным вакуумметрам. Область исследования соответствует паспорту специальности 2.2.4. – «Приборы и методы измерения (по видам измерений)», а именно, следующих пунктов: «п.1. Создание новых научных, технических и нормативно-технических решений, обеспечивающих повышение качества продукции, связанных с измерениями механических величин, времени и частоты, тепловых величин, электрических и магнитных величин, аналитических и структурно-аналитических величин (состава, свойств и структуры веществ и материалов). п.2. Совершенствование

научно-технических, технико-экономических и других видов метрологического обеспечения измерений для повышения эффективности производства современных изделий, качество которых зависит от точности, диапазонности, воспроизводимости измерений величин, перечисленных в п.1, а также их сохраняемости на заданном промежутке времени. п.3. Совершенствование научно-технических, технико-экономических, оперативных (временных) показателей метрологического обеспечения соответствующих систем и производств. п.5. Разработка или совершенствование существующих методов и способов обеспечения единства измерений в области измерений, относящихся к п.1».

Научная новизна результатов диссертационной работы заключается в том, что:

- предложен, реализован и исследован деформационно-частотный способ измерения низкого абсолютного давления газа, исключая влияние на результат измерения значения остаточного давления в сравнительной камере и температурных эффектов при термостатировании первичного измерительного преобразователя деформационного вакуумметра, с обеспечением требований государственных поверочных схем в области измерений низкого абсолютного давления, при уменьшении массогабаритных характеристик вакуумметра и увеличении стойкости к внешним механическим воздействиям;

- предложена и обоснована физико-математическая модель первичного измерительного преобразователя для осуществления деформационно-частотного способа измерения низкого абсолютного давления газа, разработанная с учётом анализа изотермических, адиабатических газовых процессов и колебательного процесса, позволяющая определить расчётный коэффициент преобразования;

- разработаны научно-методические принципы и технологические решения для изготовления конструкции первичного измерительного преобразователя вакуумметра, реализующие деформационно-частотный способ измерения низкого абсолютного давления газа, включая алгоритм расчёта параметров конструкции;

- разработаны и обоснованы научно-методические принципы технических решений программно-аппаратного комплекса, включающего эталонный вакуумметр, повышающих эффективность процедур поверки и калибровки вакуумметров, путём автоматизации данных процедур.

Теоретическая и практическая значимость работы состоит в том, что:

- разработаны методика расчёта параметров первичного измерительного преобразователя и оригинальная конструкция транспортируемого эталонного вакуумметра, основанного на новом способе измерения низкого абсолютного давления газа, что позволило улучшить технические характеристики: уменьшены габаритные размеры более чем в 1,5 раза и масса более чем в 8 раз, снижено энергопотребление и стоимость изготовления более, чем в 2 раза, время выхода на режим измерения сокращено почти в 2 раза по сравнению с существующими эталонными вакуумметрами;

- изготовлен и исследован экспериментальный образец транспортируемого эталонного вакуумметра, основанного на новом способе измерения низкого абсолютного давления газа с улучшенными метрологическими характеристиками: уменьшена неопределенность измерений в 1,5 раза по сравнению с аналогичными эталонными вакуумметрами, исключён ряд поправок, характерных для современных эталонных деформационных вакуумметров, а также получено значение относительной погрешности измерений, которая меньше в 2–3 раза погрешностей рабочих эталонов второго разряда согласно государственных поверочных схем для средств измерений низкого абсолютного давления газа;

- разработан, изготовлен, исследован и внедрён на предприятиях АО «Гирооптика» и ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» программно-аппаратный комплекс, включающий эталонный вакуумметр, позволивший автоматизировать и сократить более чем в 1,5 раза общее время процедуры поверки и калибровки средств измерений низкого абсолютного давления газа, получен сертификат соответствия программного обеспечения «Калибровка вакуумметров 2310 – 2020».

Методология и методы диссертационного исследования. При решении задач исследования были применены: теоретический анализ метрологического обеспечения в области измерений низкого абсолютного давления газа, синтез при разработке нового способа измерений низкого абсолютного давления газа и устройства для его осуществления, аналитический метод при построении физической и математической модели устройства для осуществления нового способа измерения давления газа, экспериментальные методы при исследовании метрологических характеристик изготовленного эталонного вакуумметра, включая методы статистической обработки результатов измерений.

Положения, выносимые на защиту:

1. Преобразование абсолютного давления газа в значение собственной частоты автоколебаний объёма измерительной камеры первичного измерительного преобразователя вакуумметра позволило исключить влияние на результат измерения остаточного давления в сравнительной камере, а также температурных эффектов при термостатировании первичного измерительного преобразователя деформационного вакуумметра, уменьшить допускаемую погрешность измерений в 1,5 и более раз по сравнению с серийно выпускаемыми средствами измерений, обеспечить требования государственных поверочных схем в области измерений низкого абсолютного давления, при уменьшении массогабаритных характеристик вакуумметра и увеличении стойкости к внешним механическим воздействиям;

2. Применение разработанного деформационно-частотного первичного измерительного преобразователя в составе эталонного вакуумметра обеспечило его метрологические характеристики, превышающие соответствующие характеристики существующих аналогов:

- диапазон измерений 10 – 10000 Па;
- допускаемую относительную погрешность измерений $\pm 2 \%$;
- относительную расширенную неопределённость результата измерения абсолютного давления газа $U_{0,95} = 1,2 \%$.

Личный вклад автора. Все выносимые на защиту результаты и положения диссертационной работы получены соискателем лично, либо при его непосредственном участии. Автором проведён обзор и анализ метрологических характеристик рабочих эталонов государственных поверочных схем в области измерений низкого абсолютного давления газа, а также характеристик существующих эталонных вакуумметров по методам измерения. Обоснованы направления разработки отечественного транспортируемого эталонного вакуумметра, определены целевые характеристики эталонного вакуумметра. Автор исследовал новый способ измерения низкого абсолютного давления газа, заключающийся в измерении собственной частоты автоколебаний пластины-осциллятора, установленной на упругом механическом подвесе, пропорциональной давлению исследуемого газа, заполняющего заданные зазоры между ней и двумя другими плоскопараллельными пластинами, обеспечивающий исключение погрешностей от величины остаточного давления в сравнительной камере и от эффекта температурной транспирации, характерных для современных эталонных деформационных вакуумметров, что позволило улучшить метрологические характеристики, уменьшить неопределённость измерений в 1,5 раза по сравнению с некоторыми существующими эталонными вакуумметрами, построил модель устройства для осуществления нового способа измерения давления газа, вывел уравнение измерений, получил патент на группу изобретений (способ и устройство) под № RU 2749644 C1 «Способ измерения низкого абсолютного давления газа и устройство для его осуществления». Автор разработал методику расчёта параметров конструкции первичного

измерительного преобразователя, реализующего новый способ измерения низкого абсолютного давления газа. Автор выполнил разработку состава эталонного вакуумметра, включающего измерительный блок, с функцией автоматического регулирования давления газа в измерительной установке. Автор выполнил исследования метрологических характеристик изготовленного эталонного вакуумметра, для экспериментальных работ применялось поверенное и калиброванное оборудование из состава первичного эталона, валидированные методики калибровки и поверки вакуумметров. Экспериментально и с помощью метода наименьших квадратов определено значение градуировочного коэффициента экспериментального образца разработанного эталонного вакуумметра; раскрыты значимые факторы, влияющие на результаты измерений разработанного эталонного вакуумметра.

Степень достоверности полученных результатов. Достоверность научных результатов, полученных в диссертационной работе, подтверждается корректностью применения математических методов моделирования, анализа и современных методов обработки экспериментальных данных, использованием самых современных средств измерений, а также положительными результатами измерений, обсуждением основных полученных результатов исследований на научно-практических конференциях, семинарах и симпозиумах, публикацией их в ведущих рецензируемых изданиях. При исследовании метрологических характеристик экспериментального образца разработанного эталонного вакуумметра применялось поверенное и калиброванное оборудование, валидированные методики калибровки и поверки вакуумметров.

Апробация работы. Основные положения диссертационной работы и отдельные её результаты докладывались и обсуждались на:

- конференциях с международным участием «Вакуумная техника и технологии», Санкт-Петербург, 2017 – 2021 гг.;
- научно-технической конференции «Вакуумная наука и техника», Республика Крым, сентябрь 2019 г.;
- семинарах НИО 231 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

Публикации, структура и объём работы. Основные положения диссертационной работы представлены в 10 печатных работах, из них 1 без соавторов, 3 статьи опубликованы в ведущих научных журналах, рекомендованных ВАК, из них 1 без соавторов, получен патент на группу изобретений (способ и устройство) под № RU 2749644 С1 «Способ измерения низкого абсолютного давления газа и устройство для его осуществления».

Диссертационная работа состоит из введения, трех глав, заключения, списка источников и приложения. Общий объём работы составляет 170 страниц машинописного текста, включая 64 рисунка, 10 таблиц и списка источников из 49 наименований. В диссертационной работе изложены и обобщены результаты работы, выполненной в период с 2016 по 2022 гг.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обосновывается актуальность темы диссертации, формулируются цели и ставятся задачи исследования. Излагаются основные положения, выносимые на защиту, освещается теоретическая и практическая значимость работы, её апробация.

Первая глава «Обзор и анализ рабочих эталонов государственных поверочных схем в области измерений низкого абсолютного давления газа» состоит из трех параграфов, в которых проведён обзор и анализ метрологических и технических характеристик рабочих эталонов государственных поверочных схем в области измерений низкого абсолютного давления газа по методам измерения.

Проведённый анализ современного состояния метрологического обеспечения в области измерений низкого абсолютного давления газа и метрологических характеристик современных вакуумметров, показал необходимость совершенствования эталонной базы в данной области, а также подтвердил актуальность разработки конкурентноспособных отечественных вакуумметров.

Область пересечения государственных поверочных схем в области абсолютных давлений и вакуума находится в диапазоне $1 \cdot 10^{-1} - 1 \cdot 10^3$ Па, а допускаемая относительная погрешность рабочих эталонов первого разряда составляет 2 и более %, поэтому при разработке эталонного вакуумметра были установлены целевые значения верхнего предела измерений равное $1 \cdot 10^3$ Па и допускаемая относительная погрешность измерений не более 2 %.

Проведённый обзор и сравнительный анализ метрологических и технических характеристик рабочих эталонов по методам измерения, включал в себя рассмотрение ограничений к их использованию, с целью определения оптимального метода измерений низкого абсолютного давления газа. В таблице 1 показаны диапазоны и значения относительных погрешностей существующих эталонных вакуумметров.

Таблица 1 – Метрологические характеристики существующих эталонных вакуумметров

Давление, Па Метод измерения	-4 10	-3 10	-2 10	-1 10	0 10	1 10	2 10	3 10
Деформационный					< 2 %			
Жидкостный					< 2 %			
Тепловой					> 5 %			
Ионизационный					> 5 %			
Вязкостный					< 2 %			

Как показал проведённый обзор и анализ характеристик, недостатков, существующих эталонных вакуумметров, целевым метрологическим характеристикам удовлетворяют деформационный и жидкостный методы, а по

техническим характеристикам, таким как масса и габаритные размеры - деформационный метод. Важно отметить, что международные ключевые сличения в области измерений низких абсолютных давлений газа, такие как: ССМ.Р.К15 в диапазоне $1 \cdot 10^{-4}$ – 1 Па, EURAMET.M.P.K4.2010 в диапазоне $1 - 1,5 \cdot 10^4$ Па, ССМ.Р.К4 в диапазоне $1 - 1 \cdot 10^3$ Па, проводились также с использованием деформационных эталонных вакуумметров.

Известно, что линейность показаний преобразователей давления, основанных на деформационном методе, сохраняется в пределах двух-трёх порядков, поэтому выбрано целевое значение для нижнего предела измерений равным $1 \cdot 10^1$ Па.

Отметим некоторые из недостатков деформационных вакуумметров (мембранно-ёмкостных, компрессионных). Например, в случае компрессионного вакуумметра ВК-1, в котором изменение (деформация) величины объёма компрессионной камеры согласно уравнению состояния идеального газа приводит к изменению давления газа (адиабатический или изотермический процесс), то есть возникает упругая сила, которая действует на измерительную мембрану, конструкция первичного измерительного преобразователя компрессионного (как и для случая мембранно-ёмкостного) вакуумметра сложна и содержит две герметичные камеры, а также несколько клапанов, что усложняет технологические требования к изготовлению.

Таким образом, в результате работы, проведенной в первой главе установлены целевые метрологические характеристики: диапазон измерений $1 \cdot 10^1 - 1 \cdot 10^3$ Па, относительная погрешность измерений не более 2 %, в качестве требуемого метода при разработке эталонного вакуумметра по совокупности метрологических и технических характеристик выбран деформационный метод измерений низкого абсолютного давления газа.

Материалы первой главы опубликованы в работах [9, 10].

Вторая глава «Разработка эталонного вакуумметра» состоит из четырёх параграфов, в которых исследован оригинальный способ измерений низкого абсолютного давления газа, выполнено построение модели устройства для осуществления нового способа, получено уравнение измерений, разработана методика расчёта параметров конструкции устройства для осуществления нового способа измерения давлений газа, проведён расчёт параметров конструкции первичного измерительного преобразователя эталонного вакуумметра; разработан измерительный блок с функцией автоматического регулирования давления газа в вакуумметрической установке.

Для устранения недостатков присущих вакуумметрам, основанным на деформационном методе измерений низкого абсолютного давления газа, был предложен новый способ измерений давления газа, состоящий в преобразовании упругих свойств газа, а именно, вместо преобразования смещения измерительной мембраны, было предложено измерять собственную частоту колебаний объёма газа, пропорциональную коэффициенту упругости (отношению упругой силы к величине деформации объёма газа). Для осуществления предложенного нового способа измерений низкого абсолютного

давления газа было разработано устройство в виде конструкции первичного измерительного преобразователя вакуумметра, который является механической колебательной системой – «пружинным» маятником в режиме автоколебаний (рисунок 1б), и представляет собой три плоские параллельные пластины (две жёстко закреплённые и одна подвижная пластина-осциллятор между ними), расположенные с зазорами, заполненными газом (рисунок 1а).

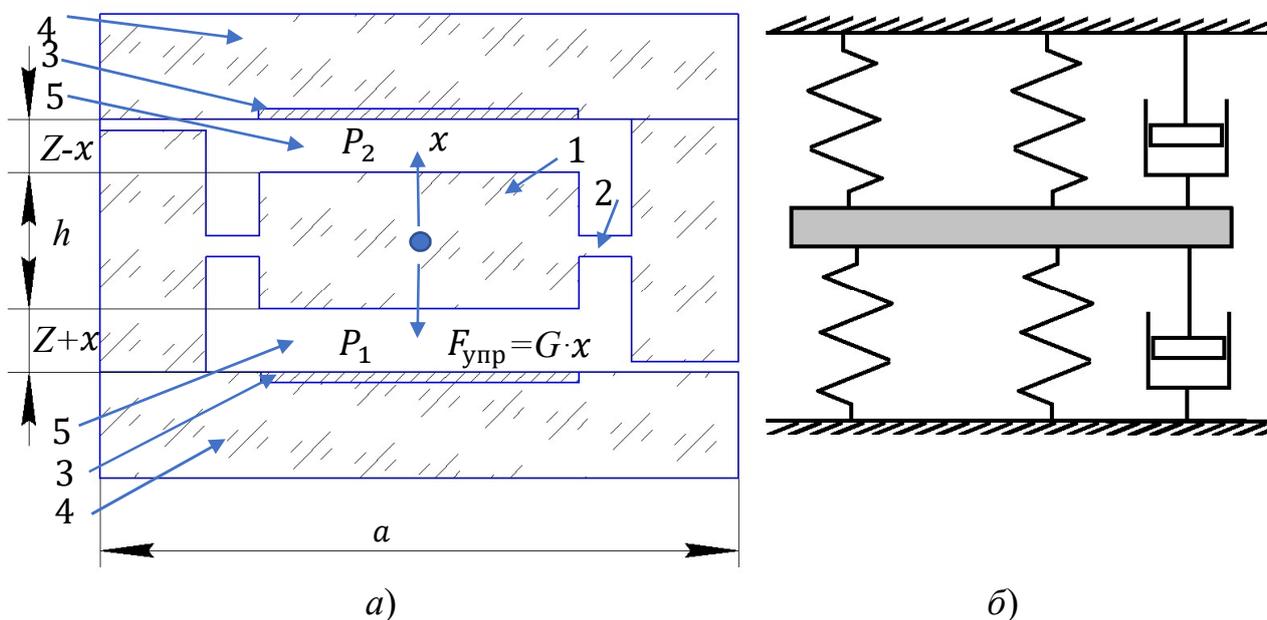


Рисунок 1 – Устройство для осуществления нового способа измерения абсолютного давления газа: *a* – поперечный разрез, где, проводящая подвижная пластина-осциллятор - 1, упругие подвесы пластины-осциллятора с коэффициентом упругости равным G_m . - 2, электроды - 3, пластины из диэлектрического материала - 4, измерительные газовые зазоры - 5; *б* - эквивалентная схема «пружинного» маятника

Анализ физической модели устройства для осуществления нового способа измерения абсолютного давления газа проводился при следующих допущениях: газ считается идеальным, амплитуда колебаний x пластины-осциллятора, в виде параллелепипеда со сторонами a, a и толщиной h , относительно мала (на два порядка меньше величины газового зазора Z), давление в газовых зазорах подчиняется закону Бойля-Мариотта для изотермического процесса.

При осевом смещении x пластины-осциллятора, вызванном электростатической силой при подаче электрического напряжения на неё и один из электродов, происходит деформация объёмов газа в измерительных газовых зазорах, возникает упругая сила с эквивалентным коэффициентом упругости:

$$G = \frac{(P_1 - P_2) \cdot S}{x} = \frac{P \cdot S}{Z}, \quad (1)$$

где $S = a^2$ – площадь пластины-осциллятора;

P – измеряемое давление газа;

$P_1 = P \cdot \frac{Z}{Z+x}$, $P_2 = P \cdot \frac{Z}{Z-x}$ – давление в газовых зазорах согласно закону Бойля–Мариотта для изотермического процесса.

При пониженном давлении газа добротность данной колебательной системы достаточно большая чтобы колебания были гармоническими, а не релаксационными. При гармонических автоколебаниях пластины-осциллятора массой m , смещение пластины-осциллятора $x(t) = A \cdot \sin(2\pi f t)$, где t – время, A – амплитуда колебаний пластины-осциллятора, f – частота колебаний, будет подчиняться уравнению гармонического осциллятора с одной степенью свободы:

$$\frac{d^2 x(t)}{dt^2} + (2\pi f)^2 \cdot x(t) = 0,$$

где $f = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{G+G_M}{m}}$ – собственная частота колебаний пластины-осциллятора, пропорциональная коэффициенту упругости измерительных газовых зазоров, а, следовательно, и давлению газа.

Преобразуя формулу 1 относительно давления газа получим уравнение измерений:

$$P = K \cdot (f^2 - f_M^2), \quad (2)$$

где $K = 2\pi^2 \rho h Z$ – коэффициент преобразования; ρ – плотность материала пластины-осциллятора; f_M – значение собственной частоты колебаний пластины-осциллятора при $P \approx 0$.

Таким образом, новый способ измерения низкого абсолютного давления газа заключается в преобразовании величины измеряемого давления газа в значение собственной частоты автоколебаний системы, образованной пластиной-осциллятором и газом, заполняющим измерительные газовые зазоры.

Путём анализа факторов, влияющих на коэффициент преобразования вакуумметра, выдвинуты требования к параметрам первичного измерительного преобразователя. Показано, что для минимизации перетекания газа из/в газовые зазоры при колебаниях пластины-осциллятора её линейный размер a должен быть на два порядка больше толщины газового зазора Z : $a > 200 \cdot Z$. Также, показано, что при относительной разнице $\gamma_Z = \left(1 - \frac{Z_1}{Z_2}\right) \cdot 100\%$ не превышающей $\gamma_Z < \pm 10\%$, значение коэффициента преобразования K не изменяется более чем на 0,25 %.

На основании целевых метрологических характеристик разрабатываемого эталонного вакуумметра, полученных в первой главе и результатов исследований, выполненных во второй главе, были рассчитаны значения параметров первичного измерительного преобразователя разрабатываемого эталонного вакуумметра, приведённые в таблице 2.

Таблица 2 – Параметры конструкции первичного измерительного преобразователя

Параметр	Обозначение	Значение, мкм
Толщина пластины-осциллятора	h	75
Длина и ширина пластины-осциллятора	a	900
Толщины газовых зазоров № 1, № 2	$Z = Z_1 = Z_2$	3

С учётом полученных значений параметров конструкции первичного измерительного преобразователя, для его изготовления, выбрана технология микросистемной техники, которая обладает следующими преимуществами: групповая технология; высокая повторяемость параметров преобразователей; малая цена за одну единицу; отработанная технология, доступная в РФ; миниатюрность.

Был разработан состав эталонного вакуумметра, соответствующий требованиям ГОСТ «Средства измерений давления» в виде структурной схемы, изображенной на рисунке 2.

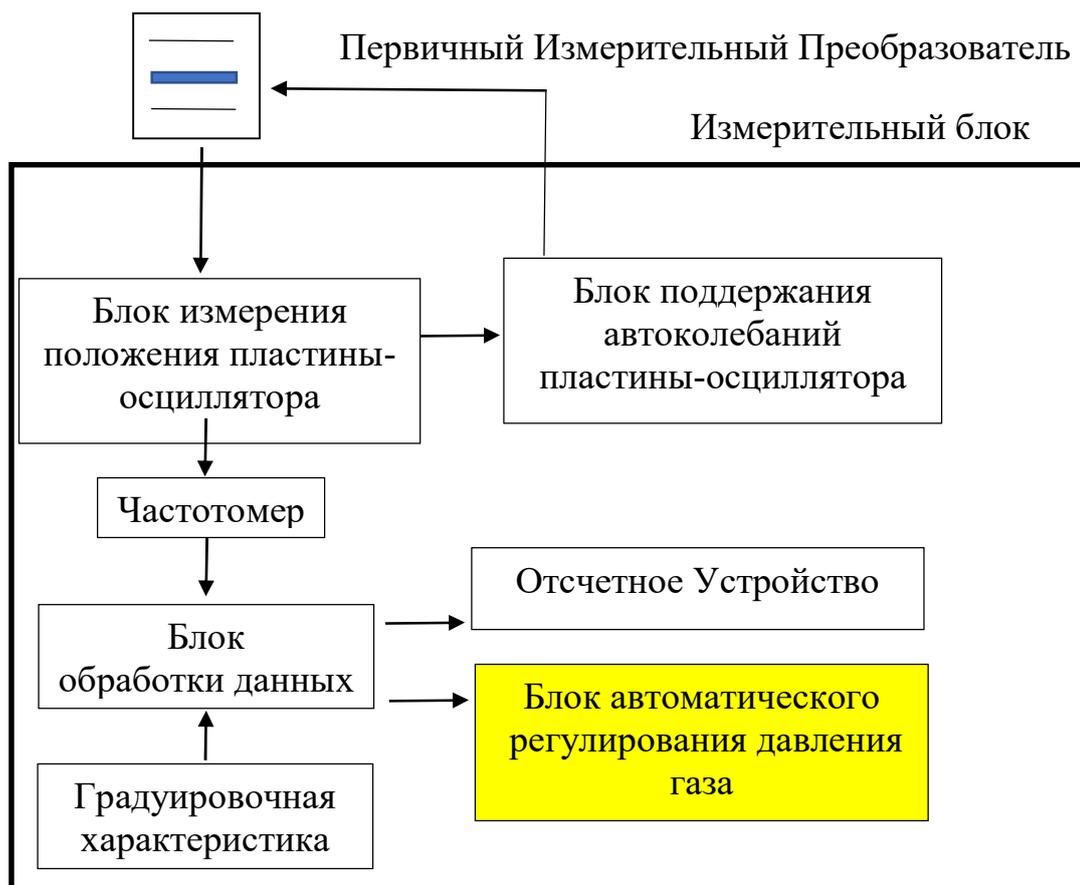


Рисунок 2 – Структурная схема эталонного вакуумметра

Эталонный вакуумметр состоит из первичного измерительного преобразователя и измерительного блока, включающего: блок измерения положения пластины-осциллятора, частотомер, блок поддержания автоколебаний пластины-осциллятора, блок отображения данных, блок автоматического регулирования давления газа, отсутствующий в существующих эталонных вакуумметрах, и других блоков.

Для измерения частоты колебаний пластины-осциллятора и поддержания её автоколебаний необходимо иметь возможность определять её положение в каждый момент времени. Так как положение пластины-осциллятора влияет на величину электрической ёмкости пары «пластины-осциллятора – электрод», то для определения её текущего положения был использован ёмкостной метод.

Особое внимание при разработке эталонного вакуумметра было уделено блоку автоматического регулирования давления газа, который позволяет реализовать алгоритм автоматической установки поверяемых точек давления газа в вакуумметрической установке согласно МИ 140–89 «Рекомендация. ГСИ. Вакуумметры. Методика поверки», СК-03-231-005-Т «Методика калибровки средств измерения единицы давления для области абсолютных давлений $1 \cdot 10^{-8}$ - $1 \cdot 10^5$ Па (вакуумметры)» и другим методикам. Алгоритм для управления процессом калибровки с автоматической установкой поверяемых точек давления газа реализован в виде программного обеспечения в составе измерительного блока эталонного вакуумметра и персонального компьютера. Внешний вид окна управления процессом автоматической калибровки на отсчётном устройстве эталонного вакуумметра показан на рисунке 4а, окна протоколирования результатов измерений на персональном компьютере показан на рисунке 4б.

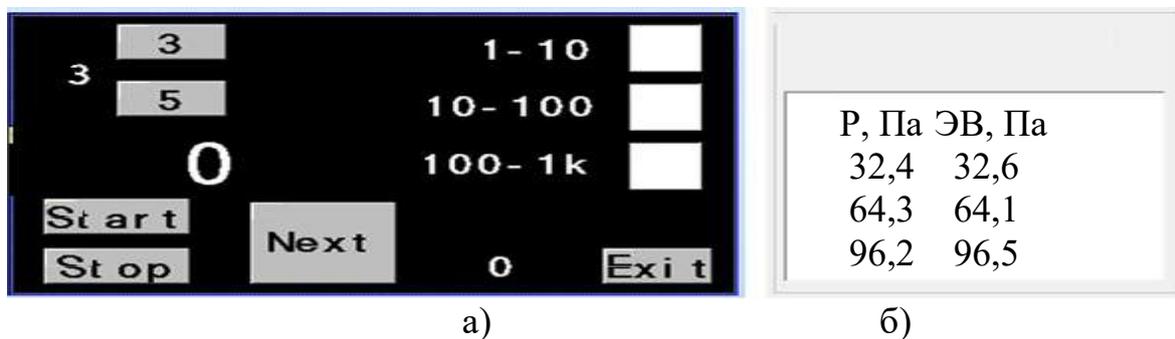


Рисунок 4 – Окна управления: а – процессом автоматической калибровки; б – протоколирования результатов измерений

Программное обеспечение позволяет выбрать требуемые декады давления, количество поверяемых точек, осуществить протоколирование результатов измерений, в результате требуемое для калибровки вакуумметров время уменьшено более чем в два раза, что позволило повысить производительность труда поверителя, рационализировать процесс калибровки и поверки.

В результате работы, проделанной во второй главе, предложен оригинальный способ измерения низкого абсолютного давления газа, выполнено построение модели устройства для его осуществления, получено уравнение измерений, разработана методика расчёта параметров конструкции устройства для осуществления нового способа измерения давлений газа, проведено обоснование предложенной конструкции первичного измерительного преобразователя, разработан измерительный блок эталонного вакуумметра с функцией автоматического регулирования давления газа в вакуумметрической установке, изготовлен экспериментальный образец эталонного вакуумметра, реализован алгоритм автоматической калибровки средств измерения низкого давления в виде программного обеспечения, оформлен сертификат соответствия программного обеспечения «Калибровка вакуумметров 2310-2020», а также разработан и изготовлен программно-аппаратный комплекс, получены акты внедрения в АО «Гирооптика» и ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

Материалы второй главы опубликованы в работах [1, 4 – 8].

В третьей главе «Исследование метрологических характеристик изготовленного эталонного вакуумметра», состоящей из трёх параграфов, было проведено исследование неопределённости измерений эталонного вакуумметра, а также экспериментальное исследование метрологических характеристик разработанного и изготовленного эталонного вакуумметра.

В результате проведенных исследований были выявлены факторы, вносящие погрешность в результаты измерений давления газа, такие как: температура и погрешность при измерении собственной частоты колебаний пластины-осциллятора первичного измерительного преобразователя.

Был проведён анализ погрешности частотомера, входящего в состав измерительного блока вакуумметра и измеряющего частоту колебаний пластины-осциллятора. Абсолютная погрешность измерения частоты колебаний составляет:

$$\Delta f = \delta_f \cdot f = \frac{1}{T} + \delta_0 \cdot f,$$

где $\delta_0 = 10^{-7}$ – относительная погрешность частоты опорного генератора, T – временной интервал подсчёта импульсов.

Одним из источников погрешности вакуумметра, является изменение температуры первичного измерительного преобразователя эталонного вакуумметра. В уравнение измерений (2) входит плотность материала ρ пластины-осциллятора, которая зависит от температуры:

$$\rho(t_{\text{преобр.}}) = \frac{\rho_{20}}{(1 + \alpha \cdot (t_{\text{преобр.}} - 20))^3},$$

где $t_{\text{преобр.}}$ – температура первичного измерительного преобразователя,

ρ_{20} – плотность кремния при температуре $t_{\text{преобр.}} = 20$ °С,

α – температурный коэффициент линейного расширения кремния.

Зависимости толщин пластины-осциллятора и газовых зазоров от температуры выглядят следующим образом: $h(t_{\text{преобр.}}) = h(1 + \alpha(t_{\text{преобр.}} - 20))$; $Z_{1,2}(t_{\text{преобр.}}) = Z_{1,2}(1 + \alpha(t_{\text{преобр.}} - 20))$.

Таким образом, получим зависимость коэффициента преобразования от температуры:

$$K = \frac{K_{20}}{1 + \alpha(t_{\text{преобр.}} - 20)},$$

где K_{20} – значение градуировочного коэффициента при температуре 20 °С.

Уравнение измерений эталонного вакуумметра выглядит следующим образом:

$$P = \frac{K_{20}}{1 + \alpha \cdot (t_{\text{преобр.}} - 20)} \cdot (f^2 - f_M^2)$$

Градуировка проводилась с использованием рабочих эталонных вакуумметров из состава Государственного первичного специального эталона единицы давления газа для области абсолютного давления газа в диапазоне $1 \cdot 10^{-6} - 1 \cdot 10^3$ Па ГЭТ 49-2016, с использованием дополнительной

функциональной возможности измерительного блока изготовленного эталонного вакуумметра по автоматической установке поверяемых точек давления газа (разработанной совместно с кандидатом технических наук А.А. Чернышенко). В результате была построена функциональная зависимость на основе результатов измерений входных величин – собственных частот колебания пластины-осциллятора первичного измерительного преобразователя f^2_i и соответствующих выходных величин – показаний рабочего эталонного вакуумметра $P_{эi}$ в n точках диапазона ($i = 1, \dots, n$).

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в области низкого абсолютного давления газа по данным международного бюро мер и весов, согласно таблице калибровочных и измерительных возможностей (Calibration and Measurement Capabilities CMC), имеет две записи при доверительной вероятности 95 % и коэффициенте охвата $k = 2$:

- в диапазоне $1 \cdot 10^{-3} - 1 \cdot 10^3$ Па расширенная неопределённость измерений давления газа линейно возрастает от $1 \cdot 10^{-5}$ Па до 6,6 Па;

- в диапазоне $1 \cdot 10^{-1} - 1 \cdot 10^3$ Па неопределённость измерений давления газа P определяется выражением $7,2 \cdot 10^{-3} + 1 \cdot 10^{-4} \cdot P$.

Значение собственной частоты колебаний f_1 при давлении газа $P_{э1} \approx 0$, равно значению собственной частоты колебаний, зависящей от коэффициента упругости механического подвеса пластины-осциллятора $f_1 = f_M$.

Градуировочная характеристика показана в виде графика на рисунке 4.

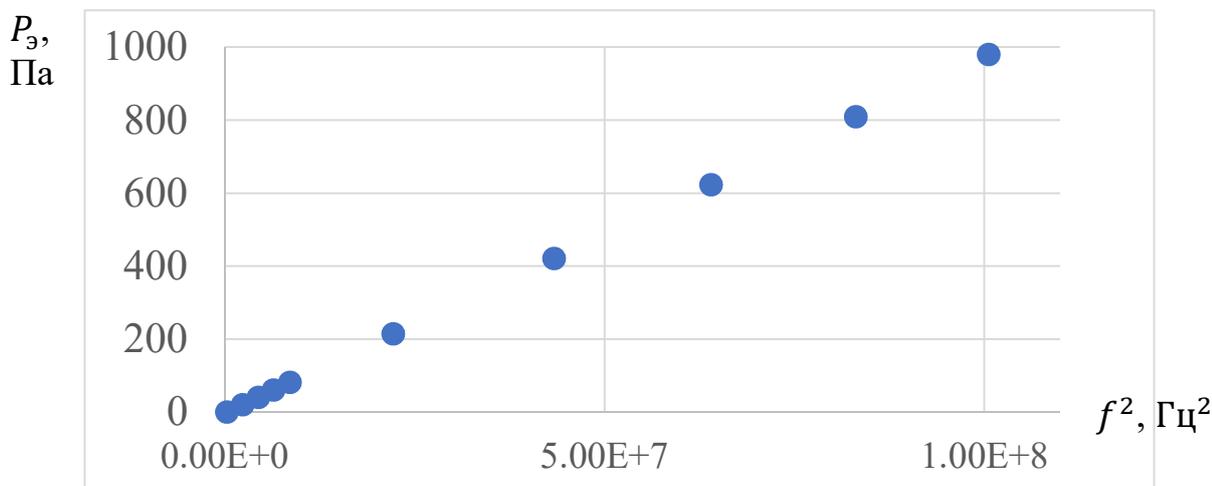


Рисунок 4 – Представление градуировочной характеристики в графическом виде

Для линейной аппроксимации кривой градуировочной характеристики применён метод взвешенных наименьших квадратов.

$$K_{20} = \frac{\sum_{i=1}^n \frac{1}{\sigma_{P_{эi}}^2} P_{эi} (f_i^2 - f_M^2)}{\sum_{i=1}^n \frac{1}{\sigma_{P_{эi}}^2} (f_i^2 - f_M^2)^2}$$

Формула выражающая неопределённость коэффициента K_{20} будет выглядеть следующим образом:

$$u(K_{20}) = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial K}{\partial P_{\text{э}i}} \cdot u_B(P_{\text{э}i}) \right)^2 + \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial K}{\partial f_i} \cdot u_B(f_i) \right)^2} = 4,4 \cdot 10^{-8}$$

Были проведены экспериментальные исследования метрологических характеристик изготовленного вакуумметра, что позволило установить фактическое значение диапазона измерений равного 10–10000 Па, что на порядок шире целевого значения, значение допускаемой относительной погрешности не более 2 %. Была проведена оценка составляющих неопределённости результата измерения вакуумметра, приведённые в таблице 3, вычислена суммарная стандартная неопределённость результата измерения вакуумметра $u_c(P)$.

Таблица 3 – Составляющие суммарной стандартной неопределённости результата измерений эталонного вакуумметра

Составляющая стандартной неопределённости $u(x_n)$	Источник неопределённости	Значение стандартной неопределённости $u(x_n)$	$c_n = \frac{\partial P}{\partial x_n}$	$u_n(P) = c_n u(x_n)$, Па
$u(K_{20})$	Градуировочная характеристика	$4,4 \cdot 10^{-8} \frac{\text{Па}}{\text{Гц}^2}$	$1,0 \cdot 10^6 \text{ Гц}^2$	$4,5 \cdot 10^{-2}$
$u(\alpha)$	Коэффициент теплового расширения материала ПП	$3,0 \cdot 10^{-6} \frac{1}{^\circ\text{C}}$	$-10 \text{ Па} \cdot ^\circ\text{C}$	$3,0 \cdot 10^{-5}$
$u(t_{\text{преобр.}})$	Температура первичного измерительного преобразователя	$1,5 \cdot 10^{-1} ^\circ\text{C}$	$-5,0 \cdot 10^{-5} \frac{\text{Па}}{^\circ\text{C}}$	$7,5 \cdot 10^{-6}$
$u(f)$	Частота автоколебаний ПП	$5,8 \cdot 10^{-1} \text{ Гц}$	$2,1 \cdot 10^{-2} \frac{\text{Па}}{\text{Гц}}$	$1,2 \cdot 10^{-2}$
$u(f_M)$	Частота автоколебаний ПП при $P < \frac{P_{\text{нпн}}}{10^3}$	$5,8 \cdot 10^{-1} \text{ Гц}$	$-1 \cdot 10^{-2} \frac{\text{Па}}{\text{Гц}}$	$5,8 \cdot 10^{-3}$
u_A	Стандартная неопределённость измерений, оцениваемая по типу А(при N=10)	$2,0 \cdot 10^{-2} \text{ Па}$	1	$2,0 \cdot 10^{-2}$
$u_{\text{э}}$	Стандартная неопределённость значения единицы, воспроизводимого или хранимого вышестоящим эталоном	$3,3 \cdot 10^{-2} \text{ Па}$	1	$3,3 \cdot 10^{-2}$
$u_c(P) = \sqrt{\sum_{n=1}^7 (c_n u(x_n))^2} = 5,9 \cdot 10^{-2} \text{ Па}$				

Наибольший вклад в суммарную стандартную неопределённость вносит значение $(\frac{dP}{dK})^2 \cdot u_B^2(K)$.

Расширенная неопределённость при коэффициенте охвата $k = 2$ была оценена по формуле:

$$U_{0,95} = k \cdot u_c(P) = 2 \cdot 5,9 \cdot 10^{-3} \cdot P \approx 1,2 \cdot 10^{-2} \cdot P$$

Расширенная неопределённость измерений давления газа составила $1,2 \cdot 10^{-2} \cdot P$ Па, таким образом выполнено целевое требование о величине относительной погрешности результата измерений эталонного вакуумметра не более 2 %.

По итогам работы выполненной в третьей главе построена градуировочная характеристика изготовленного экспериментального образца эталонного вакуумметра, рассчитано значение градуировочного коэффициента, выполнена оценка его неопределённости, выполнена оценка составляющих неопределённости результата измерения экспериментального образца эталонного вакуумметра, проведён расчёт суммарной и расширенной неопределённостей результатов измерений экспериментального образца эталонного вакуумметра.

Материалы третьей главы опубликованы в работах [1, 2, 3].

Основные результаты

Диссертация представляет собой законченную научно - квалификационную работу, в которой предлагаются новые решения актуальной научной задачи – повышение уровня метрологической обеспеченности в Российской Федерации путём разработки и исследования оригинальных научных, технических и методических решений, в частности, нового способа измерения низкого абсолютного давления газа, эталонного вакуумметра, основанного на новом способе измерения и программно-аппаратного комплекса, включающего эталонный вакуумметр, повышающего эффективность процедур поверки, калибровки средств измерений низкого абсолютного давления газа.

Выполненные исследования позволяют создать аппаратную и методическую базу для повышения уровня обеспечения единства измерений в Российской Федерации в области абсолютного давления газа. Достижение цели подтверждается успешными экспериментальными исследованиями метрологических характеристик осуществленного экспериментального образца разработанного вакуумметра, подтвердившими правильность положений и расчётов, проведённых в данной диссертационной работе. На основании проведенных исследований получены следующие научные результаты работы:

1. На основании анализа и исследования методов измерения и характеристик современных эталонных средств измерений низкого абсолютного давления газа были определены направления разработки и целевые метрологические характеристики отечественного транспортируемого эталонного вакуумметра.

2. Исследован новый способ измерения низкого абсолютного давления газа, заключающийся в измерении собственной частоты автоколебаний пластины-осциллятора, зависящей от упругих свойств объема газа.

3. Построена модель устройства для осуществления нового способа измерения давления газа, выведено уравнение измерений.

4. Предложена методика расчёта значений геометрических параметров конструкции устройства для осуществления нового способа измерения абсолютного давления газа в виде первичного измерительного преобразователя разрабатываемого эталонного вакуумметра. Определена требуемая технология изготовления первичного измерительного преобразователя (микросистемная техника), изготовлен экспериментальный образец.

5. Выполнены исследования метрологических характеристик экспериментального образца разработанного эталонного вакуумметра. В процессе исследования применялось поверенное и калиброванное оборудование из состава первичного эталона, валидированные методики калибровки и поверки вакуумметров. Экспериментально определено значение градуировочного коэффициента экспериментального образца разработанного эталонного вакуумметра; раскрыты значимые факторы, влияющие на результаты измерений разработанного эталонного вакуумметра.

6. Подтверждено соответствие метрологических характеристик разработанного эталонного вакуумметра требованиям, предъявляемым к рабочим эталонам государственных поверочных схем в области измерения низкого абсолютного давления.

7. Разработаны научно-методические и технологические принципы построения, алгоритмы программно-аппаратного комплекса, включающего разработанный эталонный вакуумметр, повышающего эффективность процедур поверки и калибровки вакуумметров путём автоматизации данных процедур.

Внедрение полученных в ходе диссертационной работы результатов позволит обеспечить потребности промышленности и метрологических лабораторий в виде эталонных вакуумметров, сохранить метрологическую самостоятельность Российской Федерации, повысить эффективность процедур поверки и калибровки средств измерений низкого абсолютного давления газа.

Публикации по теме диссертации

1. Кувандыков Р.Э. Резонансный вакуумметр / В.Н. Горобей, Р.Э. Кувандыков, Р.А. Тетерук – Текст : непосредственный // Законодательная и Прикладная метрология, 6, 2019, С. 24-26 (из перечня ВАК).

2. Кувандыков Р.Э. Разработка и исследования вакуумметров с чувствительными элементами, изготовленными по технологии МЭМС / Р.Э. Кувандыков, Р.А. Тетерук – Текст : непосредственный // Наноиндустрия. Сборник трудов 26-й научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная наука и техника», 2019, С. 68-72 (из перечня ВАК).

3. Кувандыков Р.Э. О возможности применения деформационно-частотного способа измерения абсолютного давления газа в эталонных вакуумметрах / Р.Э. Кувандыков – Текст : непосредственный // Эталоны. Стандартные образцы, Т.18 № 3, 2022, С. 24-30 (из перечня ВАК).
4. Кувандыков Р.Э. Резонансный вакуумметрический преобразователь, созданный по технологии МЭМС / В.Н. Горобей, Р.Э. Кувандыков, А.Я. Гаршин – Текст : непосредственный // Сборник трудов 24-ой Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии», 2017, С. 101 - 105.
5. Кувандыков Р.Э. Технология изготовления микромеханического преобразователя низкого абсолютного давления / В.Н. Горобей, С.А. Конаков, Р.Э. Кувандыков, И.В. Попова, Р.А. Тетерук – Текст : непосредственный // Сборник трудов 25-ой Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии», 2018, С. 128-132.
6. Кувандыков Р.Э. К расчету уравнения измерений МЭМС вакуумметрического преобразователя / А.Я. Гаршин, В.Н. Горобей, Р.Э. Кувандыков – Текст : непосредственный // Сборник трудов 25-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии», 2018, С. 125-128.
7. Кувандыков Р.Э. Разработка схемы измерительного моста емкостного вакуумметра / Р.Э. Кувандыков – Текст : непосредственный // Сборник трудов 26-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии», 2019, С. 41 - 45.
8. Кувандыков Р.Э. Разработка микро-электромеханического вакуумметра / В.Н. Горобей, Р.Э. Кувандыков, Р.А. Тетерук – Текст : непосредственный // Сборник трудов 26-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии», 2019, с. 44.
9. Кувандыков Р.Э. Модернизация программно-аппаратного комплекса отдела государственных эталонов в области измерения давления для проведения калибровки вакуумметров и разработка поверочного тренажёра / Р.Э. Кувандыков, А.А. Чернышенко – Текст : непосредственный // Сборник трудов 28-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии», 2021, С. 73-76.
10. Кувандыков Р.Э. Некоторые особенности разработки деформационно-частотного вакуумметра для измерения низкого абсолютного давления / Р.Э. Кувандыков, А.А. Чернышенко – Текст : непосредственный // Сборник трудов 28-й Всероссийской научно-технической конференции с международным участием «Вакуумная техника и технологии», 2021, С. 80-85.
11. Патент № 2749644 Российская Федерация, МПК G01L 21/00 (2006.01), G01L 7/06 (2006.01). Способ измерения низкого абсолютного давления газа и устройство для его осуществления : № 2020138456 : заявл. 23.11.2020 : опубл. 16.06.2021 / Гаршин А.Я., Горобей В.Н., Кувандыков Р.Э., Чернышенко А.А., Тетерук Р.А. ; заявитель ФГУП ВНИИМ. – 16 с. : ил. – Текст : непосредственный