

## BİRİNCİL VAKUM STANDARDININ KÜÇÜK HACİMLERİNİN HASSAS ÖLÇÜMLERİ

*Rıfat Kangı, Alper Elkatmış*

TÜBİTAK Ulusal Metroloji Enstitüsü, P.K. 21 41470 Gebze-KOCAELİ  
Tel: 262 646 63 55 E-Mail: Rifat.Kangi@ume.tubitak.gov.tr

### ÖZET

Bu çalışmada, küçük hacimlerin belirlenmelerinde boyutsal yöntemlerin sınırlı kaldığı durumlarda yeni bir yöntem önerilmiş ve bu yöntem UME Basınç ve Vakum Laboratuvarı tarafından kurulan sistem kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Metot, boyutsal ölçümleri gerçekleştirilmiş pozitif yer değiştirmeli pistonun kullanılmasıyla izotermal şartlar altında gazın, önceden boşaltılmış ölçülecek olan hacme geniştirilmesi sonrasında gerçekleştirilen basınç kompanzasyonuna dayanır. Sistemin çalışma prensibi anlatılmış, bazı optimal ölçüm şartları bulunmuştur. Hacim ölçümleri için prosedür verilmiş, pistonun kullanılan hacmi ve yer değiştirme değerleri hesaplanmıştır. Küçük bir hacim gerçek bir örnek üzerinde belirlenmiş ve sonucu etkileyen belirsizlik kaynakları araştırılmış ve sunulmuştur. Sistem, birincil vakum statik sistemine ait olan küçük hacimleri, sisteme bağlanacak olan vakum ölçerlerin ve tüm bağlantı parçalarının iç hacimlerinin hesaplanması için gereklidir.

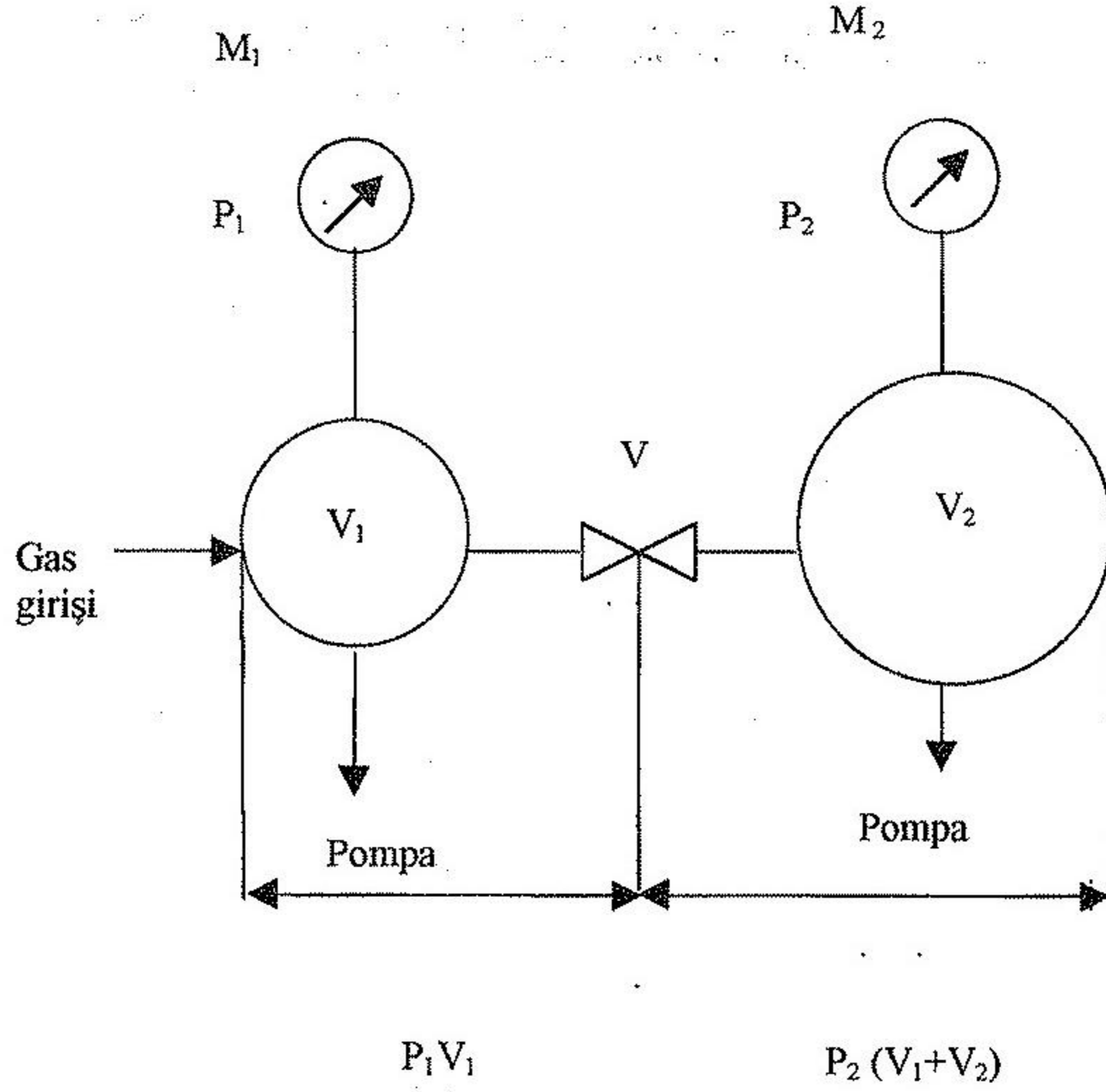
**Anahtar Kelimeler** : Statik sistem, hacim, belirsizlik

### 1.GİRİŞ

Uluslararası (SI) temel birimleri ve türevlerinin oluşturulması, ulusal talepler doğrultusunda ölçüm skalasının oluşturulması ve bu skalanın alt seviye laboratuvarlara aktarılması ve bu şekilde ülke çapında bir ölçüm birliğine ulaşılması amaçlarına yönelik olarak metroloji alanında birincil standartların kurulması gereklidir. Birincil standartların kullanılmasıyla, uluslararası alanda gerçekleştirilen karşılaştırmalı ölçümlere katılımın sağlanması ile bu alanda izlenebilirlik zincirinin içerisinde yer alınması gerekliliği açıktır.

Halen, UME Basınç ve Vakum Laboratuvarı'nda, karşılaştırma yönteminin kullanıldığı ikincil standart vakum ölçer kalibrasyon sistemi mevcuttur. Bu sistemde kullanılan standartların (Kapasitans manometre, döner rotorlu tip vakum ölçer), birincil standart ile karşılaştırılarak kalibrasyonlarının yapılması ve bu şekilde birincil standart üzerinden bir izlenebilirlik zincirinin kurulması gerekmektedir. İzlenebilirlik zincirinin tamamlanması amacıyla, UME Basınç ve Vakum Laboratuvarı bünyesinde birincil vakum standardının kurulması amaçlanmıştır. Statik genişleme metoduna dayalı çalışacak olan,  $10^{-3}$  -  $10^3$  Pa basınç aralığına sahip 3-adımlı birincil vakum standardı 1999 yılı içerisinde kurulmuş olacaktır. Metot, başlangıç basınç değeri transfer standart ile ( $M_1$ ) belirlenmiş, küçük hacimde ( $V_1$ ) tutulan kullanıma uygun bir gazın ( $N_2$ , Ar gibi), önceden boşaltılmış daha büyük hacme geniştirilmesi prensibine dayanır (Şekil 1).





Şekil 1 Statik Genleşme Sisteminin Diyagramı

$M_1$ : Transfer standart;  $M_2$ : Kalibre edilecek ölçer

$V_1$ : Küçük hacim;  $V_2$ : Kalibrasyon hacmi;  $V$ : Vana

Kalibrasyon hacminde oluşturulan  $P_2$  basıncı, eşitlik (1)'de verilen Boyle Kanunu'na göre hesaplanır. Boyle Kanunu'na göre gazın belirli bir kütlesi için hacim ve basınç çarpımı izotermal şartlar altında sabittir:

$$P_1 V_1 = P_2 (V_1 + V_2) \quad (1)$$

$P_1$ : Genleşme öncesi okunan basınç değeri;  $P_2$ : Genleşme sonrası okunan basınç değeri;  $V_1$ : Genleşme öncesinde gazın tutulduğu küçük hacim;  $V_2$ : Kalibrasyon hacmidir.

$V_1$ 'de tutulan gazın, hacimler arasında yer alan  $V$  vanasının açılmasıyla  $(V_1 + V_2)$  hacmine geniştirilmesi sonucunda kalibrasyon hacminde oluşturulan  $P_2$  basınç değeri,  $P_1$  başlangıç basınç değeri ve sistemin hacim oranı  $r = (V_1 + V_2) / V_1$  değerlerinin kullanılmasıyla hesaplanır (Eşitlik (2) ve (3)).

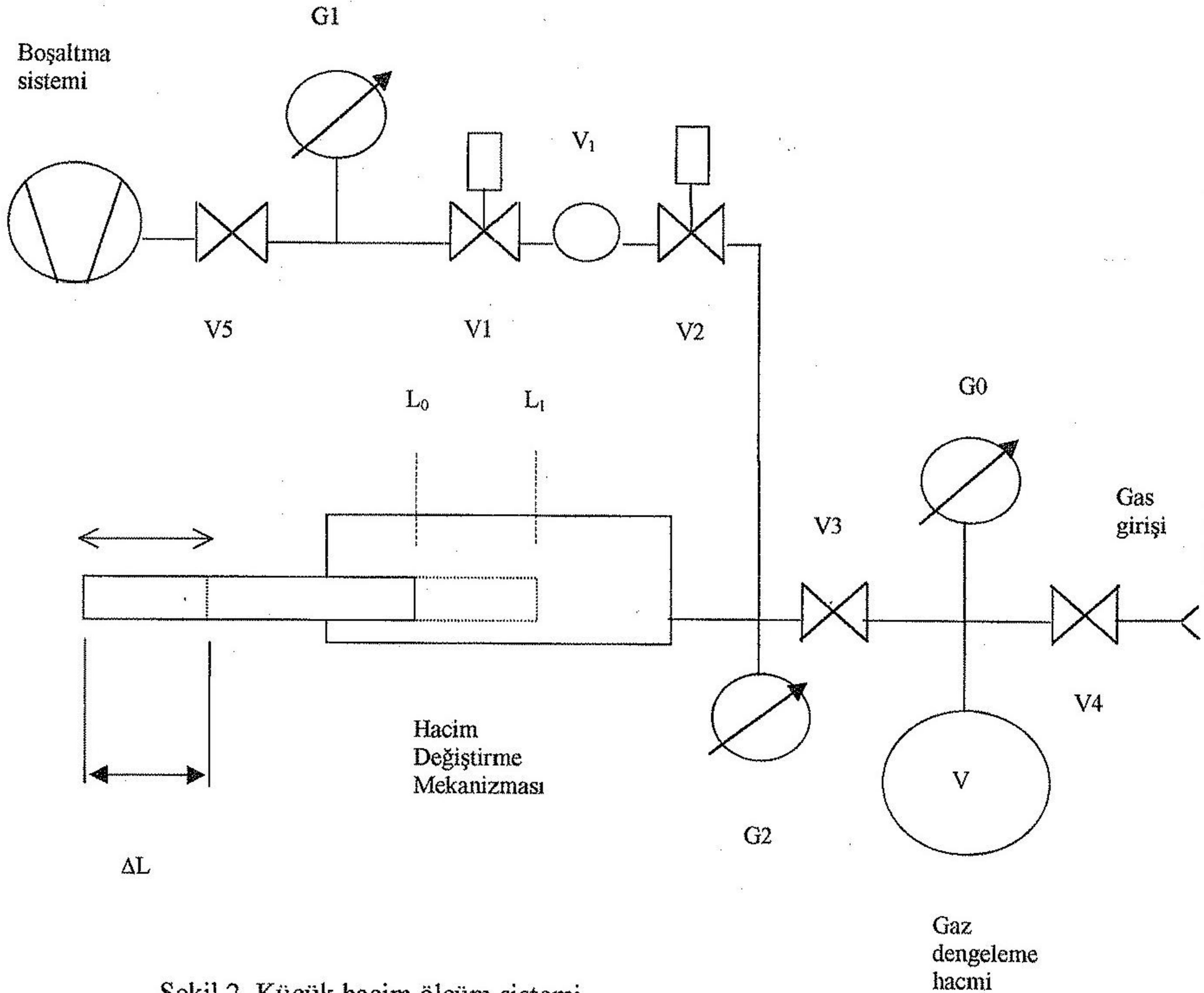
$$P_2 = P_1 V_1 / (V_1 + V_2) \quad (2)$$

$$P_2 = P_1 / r \quad (3)$$

## 2. KÜÇÜK HACİM ÖLÇÜM SİSTEMİ

Birincil standart statik genişleme sisteminde kullanılacak olan vakum ölçerlerin, bağlantı elemanlarının iç hacimleri gibi sistemin r hacim oranını etkileyecek olan küçük hacimlerin belirlenmesi sistemin doğruluğu üzerinde limit teşkil etmektedir. 0-20 cm<sup>3</sup> arasında olan hacimlerin belirlenmesinde küçük hacimlerin hesabı için en uygun olan metot olarak gaz genişleme metodu sunulmuş ve bu metodun kullanıldığı Şekil 2'de diyagramı görülen sistem kurulmuştur.

Sistemin en önemli elemanı olan hacim değiştirme mekanizması içerisinde, çap ve form ölçümleri UME Boyutsal Laboratuvarı'nda yüksek doğrulukla hesaplanmış olan paslanmaz çelik piston yer almaktadır (piston çapı,  $\Phi = 15.20761 \pm 0.00056$  mm). Minimum 0.005 mm, toplam 0 -120 mm hareket kabiliyetine sahip pistonun kullanılan uzunluğu, hacim değiştirme mekanizması üzerine yerleştirilen 360° açı ölçer ile belirlenir. V<sub>1</sub> küçük hacmi ( $\approx 20$  cm<sup>3</sup>), V1 ve V2 selonoid vanalar (VAT, 57 serisi)



V<sub>1</sub>: Belirlenecek olan küçük hacim; G0, G1, G2: Basınç ölçerler;  
V1, V2: Selonoid vanalar; V3, V4, V5: El kontrollü vanalar.



vasıtasıyla sistemden ayrılmıştır. 2465 gazlı tip RUSKA pistonlu basınç standardı kullanılarak UME Basınç ve Vakum Laboratuvarı'nda kalibre edilen, 0.01 %F.S. + 0.01 % rdg doğruluğa ve 0.028 % F.S. belirsizliğe sahip mutlak basınç ölçer RPM-1 (Desgranges et Huot, Fransa) (G2) üzerinden genleşme öncesi ve sonrası basınç değerleri okunur. Hacimlerin sıcaklık değerleri,  $\pm 0.015$  °C doğruluğa sahip iki adet platinyum direnç termometre (Guildline, model 9540) vasıtasıyla alınır. Proplardan birisi küçük hacim üzerinde, diğeri hacim değiştirme mekanizması (piston hacmi) üzerinde yer almaktadır. Oda sıcaklığı,  $\pm 0.1$  °C doğruluğa sahip Vaisala HMP36E ile alınmıştır. V3 ve V4 vanaları arasında gaz dengeleyici hacim kullanılmıştır. Dengeleyici hacim içerisindeki gazın basınç değerleri G0 basınç ölçeri üzerinden alınmıştır. Kullanılan gaz yüksek saflıkta (99.999 %) N<sub>2</sub> (Azot) gazıdır.

## 2.1. KÜÇÜK HACİM ÖLÇÜM SİSTEMİNİN ÇALIŞMA PRENSİBİ

Boşaltma sistemi olarak kullanılan mekanik pompa açılır ve sistem içerisindeki basınç  $10^{-3}$  mbar civarına ulaşmaya kadar beklenir. Okuma G1 basınç ölçeri üzerinden yapılır. Hacim değiştirme mekanizması içerisinde yer alan piston L<sub>0</sub> başlangıç konumunda iken V1, V3 ve V4 vanaları kapalı konumda; V2 ve V5 vanaları açık konumda tutulur. G0 üzerinden okunan atmosfer basıncı civarındaki ( $\approx 1000$  mbar) gaz, V3 ve V4 vanalarının kontrollü açılmasıyla sistem içerisine alındıktan sonra V3 vanası kapatılır. 2-3 dakikalık basınç dengelenme süresi sonrasında V1 vanası açılır ve boşaltma sistemi vasıtasıyla sistem içerisindeki mevcut gaz boşaltılır. Aynı işlem 4-5 kez tekrar edilerek sistemin işlem öncesi temizliği sağlanır. Hacim belirleme metodu aşağıda sunulmuştur:

Piston L<sub>0</sub> başlangıç konumundadır. V1, V5 vanaları açık, V2, V3 vanaları kapalı durumdadır. V4 vanası üzerinden dengeleme hacmine alınan, atmosfer basıncı üzerindeki ( $\approx 1200$  mbar) gaz V3 vanasının kontrollü açılmasıyla önceden boşaltılmış sistem içerisine alınır ve V3 vanası kapatılır. Bu konumda G2 basınç ölçerden gaz basınç değeri ve Guildline PRT göstergesinden sıcaklık okumaları kaydedilir. Basınç dengelenme süresi (2-3 dk) kadar beklendikten sonra V1 vanası kapatılır ve V2 vanası açılarak, sistem içerisinde tutulan gazın, hacmi belirlenecek olan V<sub>1</sub> küçük hacminin içerildiği toplam hacme geniştirilmesi sağlanır. Piston, genleşme öncesi basınç değeri yakalanıncaya kadar, döner hareketli vida yardımıyla hacim içerisine alınır; istenilen basınç değerine ulaşıldığında piston L<sub>1</sub> konumundadır. Basınç okumaları G2 ölçeri üzerinden yapılır. Basınç ve sıcaklık dengelenme süresi (2.5 – 3 saat) beklendikten sonra, sıcaklık değerlerinden gelen düzeltme faktörü ile hesaplanan yeni basınç değeri, döner hareketli vida üzerinde ince ayar yapılarak oluşturulur (Eşitlik (4)). Açılma üzerinden okunan değer ve vida tur sayısı değerleri ile belirlenen pistonun kullanılan uzunluğu  $\Delta L$ ' den hesaplanan piston hacmi, V<sub>1</sub> küçük hacmin değerini verir. Yukarıda anlatılanlar aşağıdaki şekilde özetlenebilir:

$$P_1 = P_0 \quad (4)$$

P<sub>0</sub>: Genleşme öncesi okunan basınç değeri; P<sub>1</sub>: Genleşme sonrası okunan basınç değeri. Eşitlik (5)'de Boyle Kanunu'nun uygulanmasıyla:

$$P_0 (V_0 + \Delta V) = P_1 (V_0 + V_1) \quad (5)$$

V<sub>0</sub>: Küçük hacme kadar olan sistem hacmi;  $\Delta V = \pi r^2 \times \Delta L$  mm<sup>3</sup> Pistonun kullanılan hacmi; r: Piston yarıçapı; V<sub>1</sub>: Küçük hacim



Gerektiğinde basınç değeri üzerinde eşitlik (6)'daki sıcaklık düzeltmesi yapılır:

$$P_1 = P_0 \times (T_1 / T_0) \quad (6)$$

$T_0$ : Genleşme öncesinde her iki proptan okunan sıcaklık değerlerinin ağırlıklı ortalaması;  $T_1$ : Genleşme sonrasında her iki proptan okunan sıcaklık değerlerinin ağırlıklı ortalaması.

Elde edilen yeni basınç değeri ( $P_1$ ), küçük adımlı vidanın ince ayar döner hareketi ile oluşturulur ve pistonun kullanılan hacmi hesaplanır. Piston genleşme sonrasında son konumuna getirildiğinde, kullanılan  $\Delta V$  hacmi, küçük hacim değerini verecektir (Eşitlik (7)):

$$\Delta V = V_1 \quad (7)$$

### 3.SONUÇLAR

UME Basınç ve Vakum Laboratuvarı'nda kurulmakta olan statik genleşme metoduna dayalı çalışan birincil vakum standardının ön çalışması olan hacim oranı hesabı için, sistem üzerinde kullanılacak ve hacim oranını etkileyecek küçük hacimlerin (vakum ölçer ve bağlantı elemanlarının iç hacimleri v.b.) belirlenmesi amacıyla, gaz genleşme metodu sunulmuş ve metod için uygun sistem laboratuvar bünyesinde kurulmuştur. Küçük hacim, yüksek doğruluklu hacim ölçüm sistemi kullanılarak gerçek bir örnek üzerinde  $\pm 0.021$  toplam belirsizlikle belirlenmiştir [1]:

$$V_1 = 17.143 \pm 0.021 \text{ mm}^3 \quad (2\sigma)$$

Ölçüm sonucunu etkileyen belirsizlik bileşenleri bulunmuş ve hesaplanmıştır.  $\pm 0.021 \text{ mm}^3$  olarak hesaplanmış olan toplam belirsizlik değerine etki eden bileşenlerin kaynakları, pistonun çap ölçümlerinden gelen yarıçap üzerindeki belirsizlik, açıölçer ve basınç okumalarından gelen belirsizlik, sıcaklık düzeltmesinden gelen belirsizlik ve ortam sıcaklığının zamanla kaymasından kaynaklanan belirsizlik değerleri olarak bulunmuştur.

Hacim ölçüm sistemi,  $20 \text{ cm}^3$ 'e kadar olan ve kurulmakta olan birincil vakum standardı üzerinde yerleştirilecek olan küçük hacimlerin belirlenmesi amacıyla kullanılacaktır. Uluslararası alanda düzenlenen karşılaştırmalı ölçümlere katılım imkanını verecek olan birincil vakum standardı 1999 yılı sonuna kadar kurulmuş olacaktır.

### 4.KAYNAKLAR

[1] A.Elkatmış "The Accurate Measurements of Small Volumes for the Static Expansion System" M.Sc. Tezi, İTÜ, 1999