

# SÚHRNNÁ SPRÁVA

## k previerke národného etalónu

|  |  |
|--|--|
| <b>Národný etalón:</b>                     | NE 007/97 Národný etalón nízkeho absolútneho tlaku v rozsahu 10 mPa až 1 kPa |
| <b>Osoba zodpovedná za národný etalón:</b> | Ing. Peter Farár   |
| <b>Správu vypracoval:</b>                  | Ing. Peter Farár   |

**Bratislava, december 2010**

## Obsah

|   |  |    |
|---|--|----|
| 1 | Technicko ekonomické zdôvodnenie potreby a výberu NE tlaku.....      | 3  |
| 2 | Podrobný popis NE a s ním spojených zariadení .....                  | 4  |
| 3 | Špecifikácia metrologických vlastností Národného etalónu tlaku ..... | 4  |
|   | Základné metrologické parametre .....                                | 4  |
| 4 | Prehľad výsledkov výskumu a vývoja a medzinárodných porovnaní .....  | 5  |
|   | Technický stav NE tlaku: .....                                       | 5  |
|   | Kalibrácia kapacitného etalónového vákuometra (CDG) .....            | 18 |
|   | Výsledky medzinárodných porovnávacích meraní .....                   | 20 |
| 5 | Inštitúcie, útvary a osoby zodpovedné za NE vákua.....               | 20 |
|   | Umiestnenie NE tlaku: .....  | 20 |
|   | Osoba zodpovedná za NE tlaku: .....                                  | 20 |
| 6 | Zoznam publikácií o NE tlaku .....                                   | 21 |
|   | Dokumentácia o NE vákua.....   | 22 |

## **Názov etalónu : Národný etalón tlaku NE 007/02**

Forma a dátum vyhlásenia etalónu: Osvedčenie o národnom etalóne pod číslom 007/02 zo dňa 27.3.2002 vydané UNMS SR v Bratislave, certifikovaný Slovenským metrologickým ústavom (certifikát č. 007/02) v súlade s ustanovením §6 a §32 ods. 2 písm. d) zákona č. 142/2000 Z. z. o metrologii a o zmene a doplnení niektorých zákonov dňa 25.7.2002

**Osoba zodpovedná za národný etalón : Ing. Peter Farár**

### **1 Technicko ekonomické zdôvodnenie potreby a výberu NE tlaku**

Pri meraní akejkoľvek fyzikálnej veličiny je základnou metrologickou požiadavkou jednotnosť a správnosť merania s presnosťou spĺňajúcou požiadavky priemyselných odvetví, výskumných pracovísk aj laboratórnych meraní v rôznych oblastiach. Metrologia - organizovaná obvykle ako súčasť štátnej správy má za úlohu zabezpečiť hlavne jednotnosť a správnosť merania tak vo vnútri štátu ako aj v medzinárodných vzťahoch.

Rozvoj vákovej metrologie bol podmienený rozvojom technológií, ktoré stále viac využívali vákuové prostredie ako nevyhnutnú súčasť technologického procesu. Ak analyzujeme potreby merania vákua v rôznych oblastiach, možno tieto potreby rozdeliť do troch základných skupín.

Do prvej skupiny patria tie technológie, pri ktorých je potrebné zabezpečiť, aby hodnota meraného tlaku neprekročila určitú, vopred stanovenú hranicu. Na presnosť merania sa obvykle nekladú veľké požiadavky, dôležitejšia je reprodukovateľnosť meraní. Meranie má informatívny charakter a veľkosť dosahovaného vákua je podmienená časovým postupom technologického procesu ako aj vlastnosťami čerpacích agregátov. Ako príklad možno uviesť sušenie v drevárskom alebo potravinárskom priemysle, prípadne prečerpávanie kvapalín a sypkých materiálov.

Do druhej skupiny možno zaradiť také technológie, pri ktorých je tlak (hustota) prostredia hlavným parametrom a na presnosť jeho merania sa kladú extrémne požiadavky. Ako príklad možno uviesť výrobu čistých látok.

Do tretej skupiny zaraďujeme také technológie, kde údaj celkového tlaku je nedostačujúci a požaduje sa aj kvalitatívna analýza prostredia. Teda kvalita jednotlivých zložiek a im odpovedajúce parciálne tlaky. V tejto oblasti je potrebné používať vákuové hmotnostné spektrometre, ktoré obvyčajne pracujú spoľahlivo, údaje o meranom prostredí poskytujú okamžite a ak sa stanovia ich metrologické parametre, je možné s nimi robiť kvalitatívno - kvantitatívnu analýzu vákuového prostredia od tlakov nižších ako 1 Pa. V tejto skupine obvyčajne platí, že vákuum tu nezohráva iba úlohu pasívneho činiteľa, napr. že iba chráni spracovávaný preparát pred kontamináciou okolitými časticami, ale je aktívnym činiteľom, prostredníctvom ktorého sa spracovávaný preparát dotuje požadovanou látkou. Sem patrí väčšina technológií pre mikroelektroniku, iónové implantácie a pod.

Vákuum je podľa STN 10 7001 definované ako stav plynov, pár alebo ich zmesí, pri tlaku nižšom ako je okamžitý barometrický tlak pri normálnej teplote 20°C. Aj keď táto definícia neurčuje pevne hranice vákua, je zrejmé, že sa jedná o veľmi širokú tlakovú oblasť v rozsahu (10<sup>5</sup> až 10<sup>-10</sup>) Pa a nižšie. Pre takúto širokú oblasť nie je možné použiť jeden merací prístroj, či jednu metódu merania. Možno konštatovať, že čím nižší je meraný tlak, tým väčšie sú problémy s jeho meraním. Meraciu metódu, ktorá pracuje na princípe merania silového účinku daného prostredia je možné pre metrologické účely využiť do tlaku 10<sup>-2</sup> Pa. Pod touto hranicou sú metódy merania využívajúce silový účinok prostredia nespoľahlivé

Za veľmi významný faktor potreby existencie národného etalónu vákua považujeme budovanie cyklotrónového centra, kde je vákuum absolútne nevyhnutnou a základnou

podmienkou tejto technológie, kde na presnosť jeho merania a tesnosť zariadenia sú kladené extrémne požiadavky

## 2 Podrobný popis NE a s ním spojených zariadení .

Podrobný popis národného etalónu je uvedený v [1]. V tejto správe sú popísané iba zmeny, ktoré nastali v dôsledku vývoja etalónu. V dôsledku zavedenia smernice EÚ o zákaze používania ortuti kvôli jej toxicite a časovo náročnej práce s McLeodovým vákuometrom, bolo rozhodnuté rozšíriť NE vákua o ďalšie aparatúry, ktoré by umožňovali flexibilné poskytovanie metrologických služieb v oblasti kalibrácie vákuových zariadení. Preto boli postavené vákuové aparatúry HV1 a HV2. Podrobný popis zariadení spolu s výsledkami meraní je v kap.4. Prehľad výsledkov výskumu a vývoja

### Zostava etalónu:

|  |                |                 |
|--|----------------|-----------------|
| <i>Mac Leodov vákuometer</i>             | <i>inv. č.</i> | <i>3635</i>     |
| <i>Katetometer</i>                       | <i>výr. č.</i> | <i>10011 HB</i> |
| <i>Ústredňa na zber dát HP 34970A</i>    | <i>inv. č.</i> | <i>6608</i>     |
| <i>Meracia hlavica vákuometra MKS</i>    |                |                 |
| <i>Baratron</i>                          | <i>inv. č.</i> | <i>6853</i>     |
| <i>Tlakový snímač</i>                    | <i>inv. č.</i> | <i>7142</i>     |
| <i>Tlakový snímač</i>                    | <i>inv. č.</i> | <i>7143</i>     |
| <i>Tlakový snímač</i>                    | <i>inv. č.</i> | <i>7144</i>     |
| <i>Hmotnostný vákuový spektrometer</i>   | <i>inv. č.</i> | <i>7156</i>     |
| <i>Združovač hlavíc MKS BARATRON</i>     | <i>inv. č.</i> | <i>7249</i>     |
| <i>Turbo molekulárna apar. TVS 1001</i>  | <i>inv. č.</i> | <i>2909</i>     |
| <i>Ventil vákuový NW2Q50LF</i>           | <i>inv. č.</i> | <i>3418</i>     |
| <i>Vákuometer Baratron MKS</i>           | <i>inv. č.</i> | <i>3652</i>     |
| <i>Spektrometer hmotnostný QMG 511</i>   | <i>inv. č.</i> | <i>4829</i>     |
| <i>Aparatúra vákuová AV 63</i>           | <i>inv. č.</i> | <i>5153</i>     |
| <i>Hlavica senzorová 390 HA SPOST</i>    | <i>inv. č.</i> | <i>5997</i>     |
| <i>Kalibrator hľadačov netesností FE</i> |                |                 |
| <i>24</i>                                | <i>inv. č.</i> | <i>6216</i>     |
| <i>Aparatúra vákuová AV 100</i>          | <i>inv. č.</i> | <i>6223</i>     |
| <i>Multimeter digitálny HP 34401 A</i>   | <i>inv. č.</i> | <i>6369</i>     |
| <i>Meracia hlavica tlaku</i>             | <i>inv. č.</i> | <i>7465</i>     |
| <i>Ionizačná mierka</i>                  | <i>inv. č.</i> | <i>3415</i>     |
| <i>Héliová netesnosť</i>                 | <i>V. č.</i>   | <i>409</i>      |
| <i>Doskový ventil Pfeiffer</i>           | <i>inv. č.</i> | <i>7553</i>     |

## 3 Špecifikácia metrologických vlastností Národného etalónu tlaku

Špecifikácia a metrologické vlastnosti vyplývajú z účelu a použitia NE vákua. NE vákua slúži pre nadviazanie pracovných meradiel vákua a na medzinárodné etalóny. NE vákua je nadviazaný na NE vákua ČMI (príloha 1,2) a na NE tlaku (príloha 3)

### Základné metrologické parametre

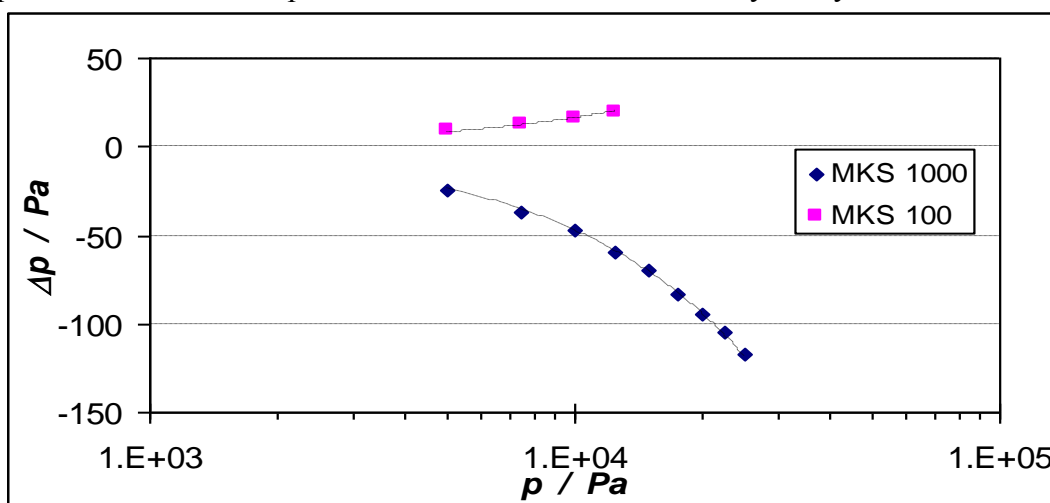
Základné metrologické parametre spolu s príslušnými neistotami sú dané v príslušných kalibračných certifikátoch 6013-KL-V245-08, 6013-KL-V248-08, 6013-KL-V184-09, 6013-KL-V0101-10

## 4 Prehľad výsledkov výskumu a vývoja a medzinárodných porovnaní.

### Technický stav NE tlaku:

*HV aparátúra 1* pozostáva z guľového recipienta s so štyrmi prípojnými miestami vo dvoch kolmých horizontálnych osiach a jedného prípojného miesta v polárnej osi. Do prevádzky bol uvedený trojkanálový signálny zosilňovač MKS 274 spolu s vyhodnocovacou jednotkou MKS 670. Čerpanie aparátúry zabezpečuje malá turbovýveva Varian 150 DRYVAR umiestnená v spodnej časti aparátúry. Čerpací agregát je od aparátúry oddelený krídlovým ventilom VAT 12 140 s rovnakým uzatváracím otvorom ako je hrdlo turbovývevy. Výveva umožňuje po dlhodobom čerpaní dosiahnuť v aparátúre tlak menší ako  $2 \cdot 10^{-5}$  Pa bez odplynenia aparátúry vyhrievaním. Vyhrievacia teplota je obmedzená spojmi Typu KF na  $100^{\circ}\text{C}$ . K aparátúre je priamo pripojená kombinovaná mierka typu Byard-Aplett s dolnou hranicou meracieho rozsahu  $1 \cdot 10^{-6}$  Pa. Cez ďalší oddeľovací ventil je k aparátúre pripojená trojica kapacitných vákuometrov MKS s hornou hranicou meracieho rozsahu  $1,3 \cdot 10^{-5}$  Pa,  $1,3 \cdot 10^{-4}$  Pa a  $1,3 \cdot 10^{-3}$  Pa, ktoré sú pripojené cez trojkanálový signálny zosilňovač na vyhodnocovaciu jednotku. Takéto zapojenie teraz umožňuje zmenu meracích rozsahov bez porušenia vákuového prostredia v aparátúre a skracuje kalibráciu vákuometrov, ktoré pracujú v rozsahu presahujúci základný rozsah jedného kapacitného vákuometra.

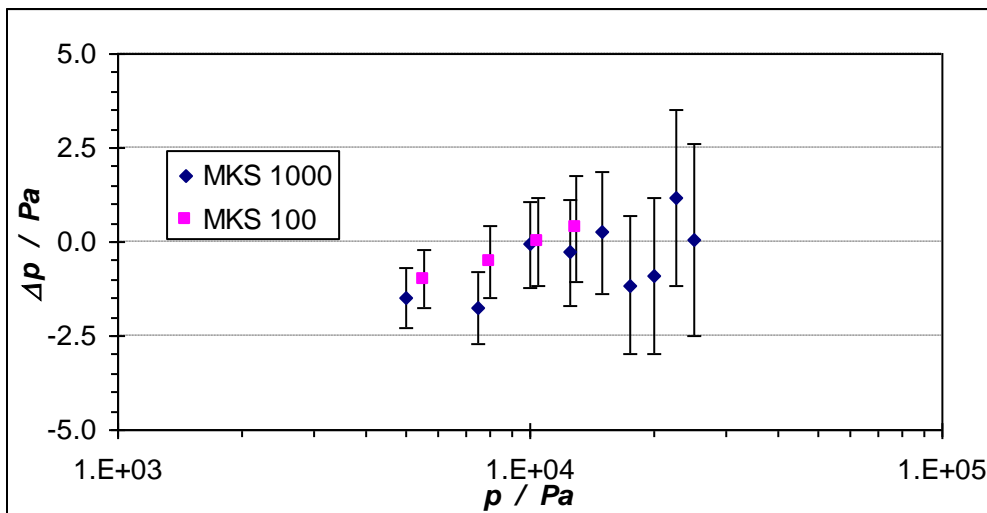
Na aparátúre sa uskutočnila sa kalibrácia kapacitných vákuometrov MKS 1000 a MKS 100 pomocou etalónového piestového tlakomera SMU CEC. Výsledky kalibrácie sú na obr. 1



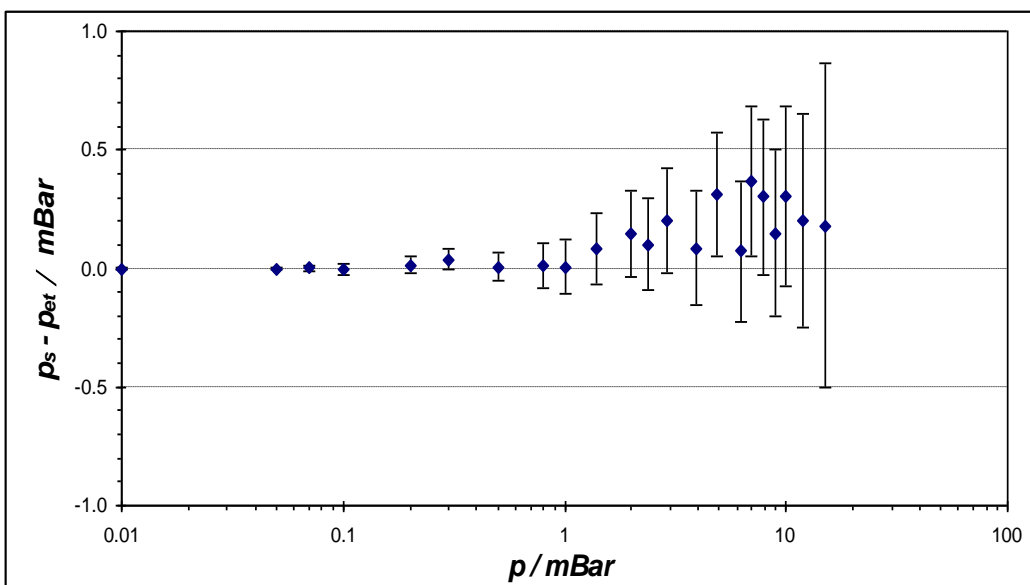
Obidva kapacitné vákuometre boli zapojené paralelne. Z nameraných údajov boli určené korekcie nuly a príslušné kalibračné faktory. Výsledky meraní sú v nasledovnej Tabuľke.

|          | $p_0$ / Pa | $Up_0$ / Pa | $k_f$ / Pa | $Uk_f$ / Pa |
|----------|------------|-------------|------------|-------------|
| MKS 1000 | -466.4     | 1.4         | 1.00464    | 0.00008     |
| MKS 100  | -53.79     | 0.21        | 1.00142    | 0.00002     |

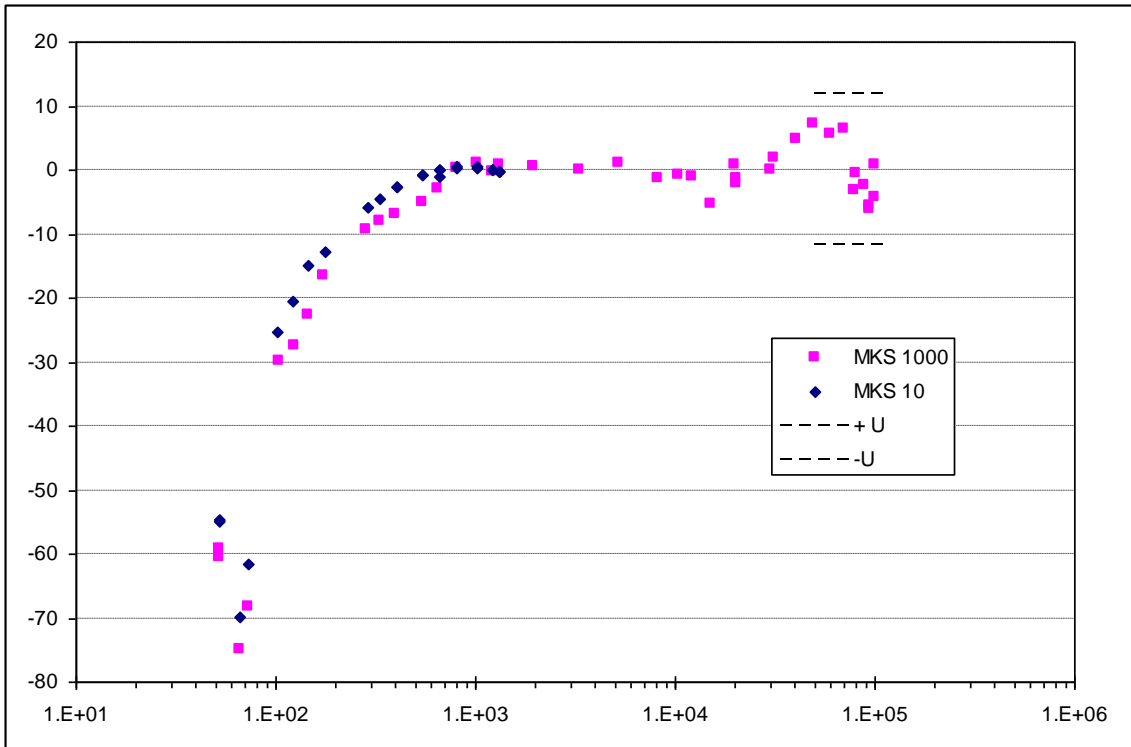
Po aplikácii korekcií sa chyba údaj pochopiteľne radikálne zmenšila, ako je demonštrované na obr.



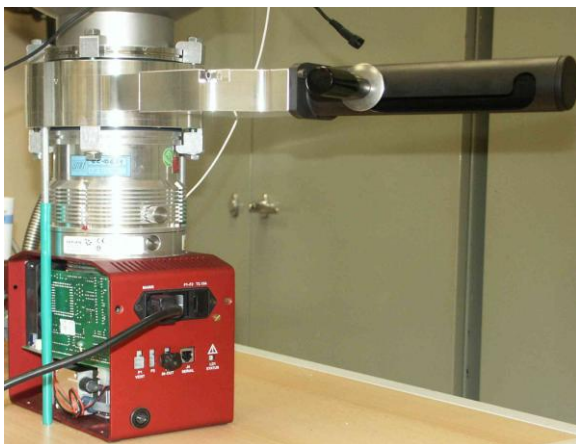
Pomocou novej kalibračnej aparatúry bol v ďalšom kalibrovaný kompresný vákuometer typu McLeod, ktorý bol v SMU v minulosti niekoľkokrát kalibrovaný. Výsledky kalibrácie prezentované na Obr. Dokumentujú podstatné zmenšenie neistoty kalibrácie oproti predchádzajúcim rokom, keď neistota kalibrácie dosahovala niekoľko desiatok percent.

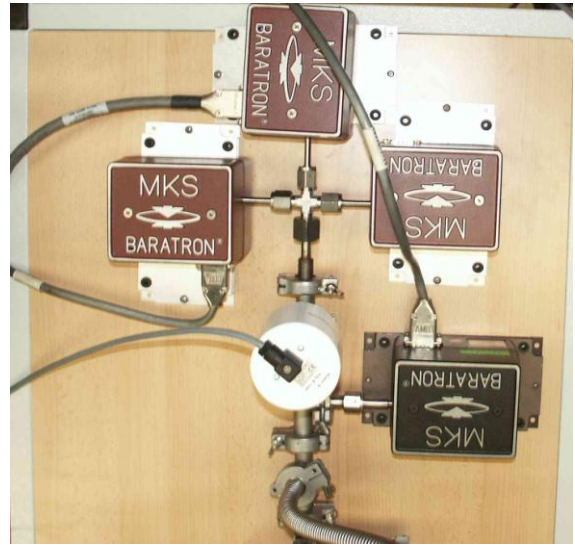


Uskutočnilo sa porovnanie kapacitných vákuometrov MKS 1000 a MKS 10 s tlakomerom DHI RPM4, ktorý bol kalibrovaný v kalibračnom laboratóriu MINERVA Meettechnik B.B. akreditovanom RvA v rozsahu (70 – 110) kPa. Výsledky porovnania sú na Obr.



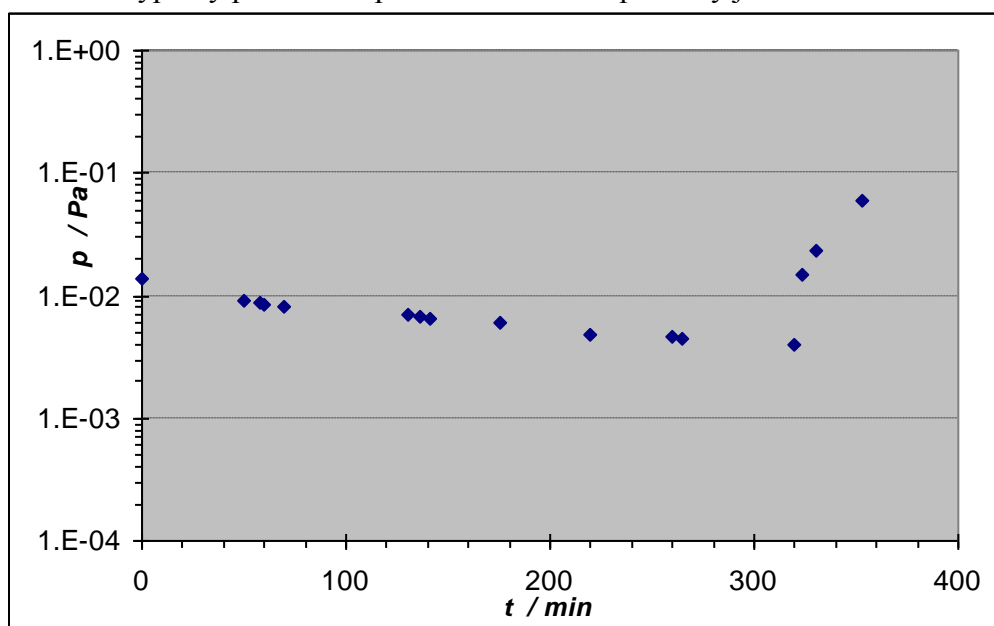
Neistota porovnávania bola pochopiteľne určená iba v rozsahu (70 – 110) kPa v ktorom bol tlakomer RPM4 kalibrováný v laboratóriu MINERVA.





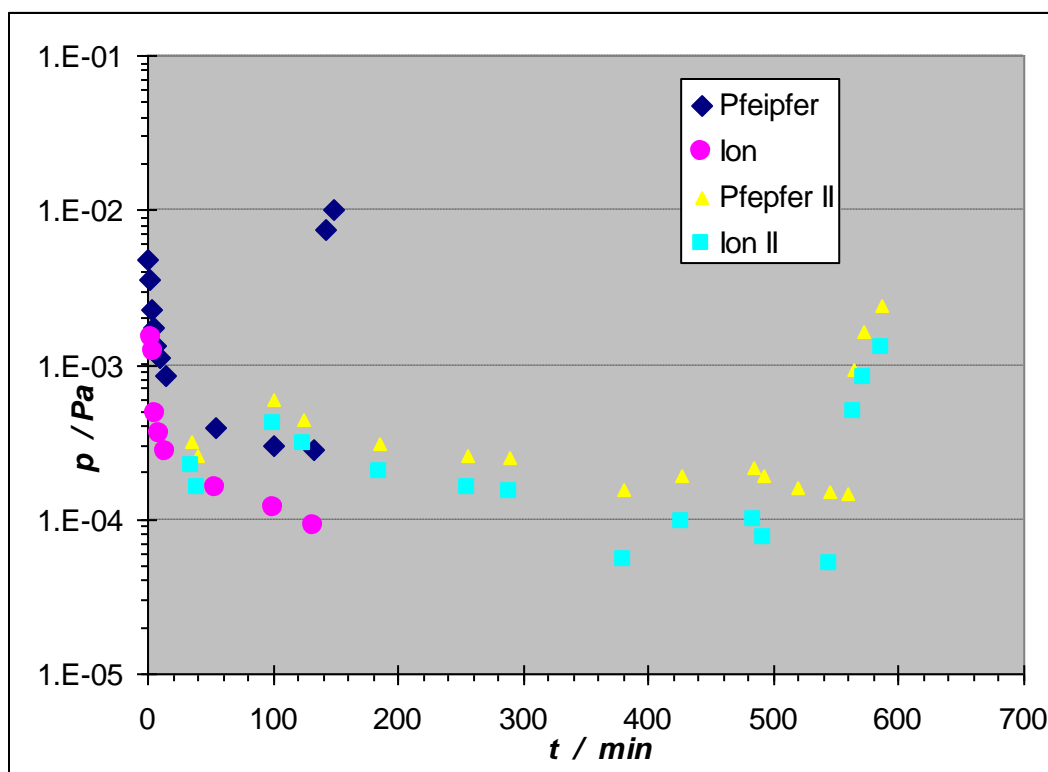


**HV aparátúra 2** pozostávajúca z recipientu a čerpaceho agregátu AV 100 sa ukázala ako funkčná. Typický priebeh čerpania a natekania aparátúry je na obr.1.



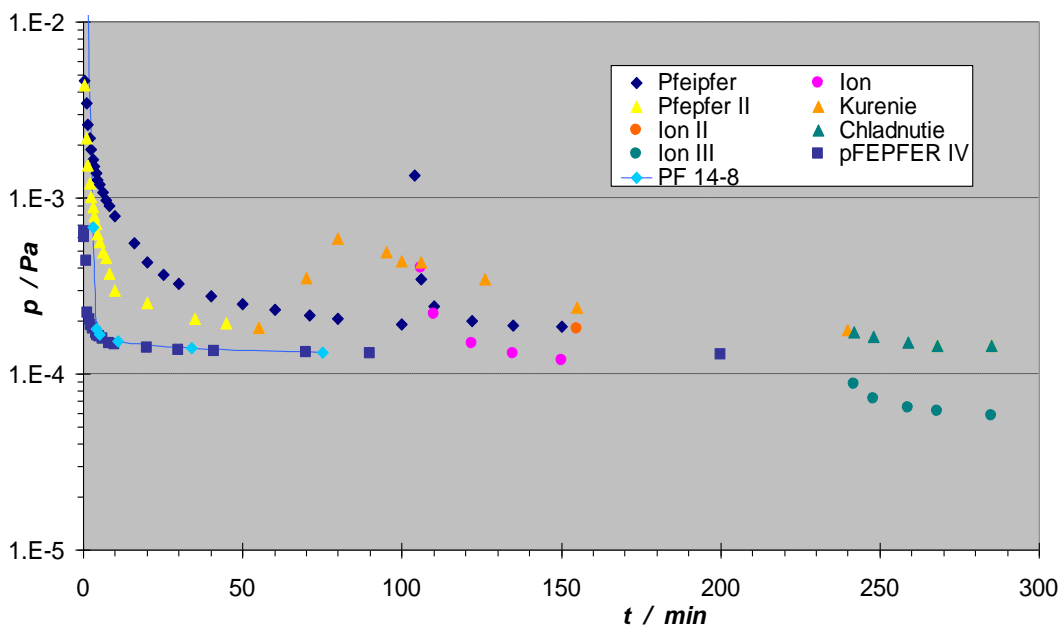
**Obr. 1**

Je zrejmé, že dosiahnutý tlak a rýchlosť natekania je na použitie v oblasti HV absolútne nedostatočné. Po konštrukčných úpravách recipientu sa pomery zlepšili, ako demonštruje obr. 2. Výrazný nárast tlaku v 140. minúte je spôsobený zapnutím vykurovania aparátúry. Tento nárast indikuje značný obsah plynov v stenách aparátúry spôsobený dlhodobou expozíciou atmosférickému tlaku.



**Obr. 2**

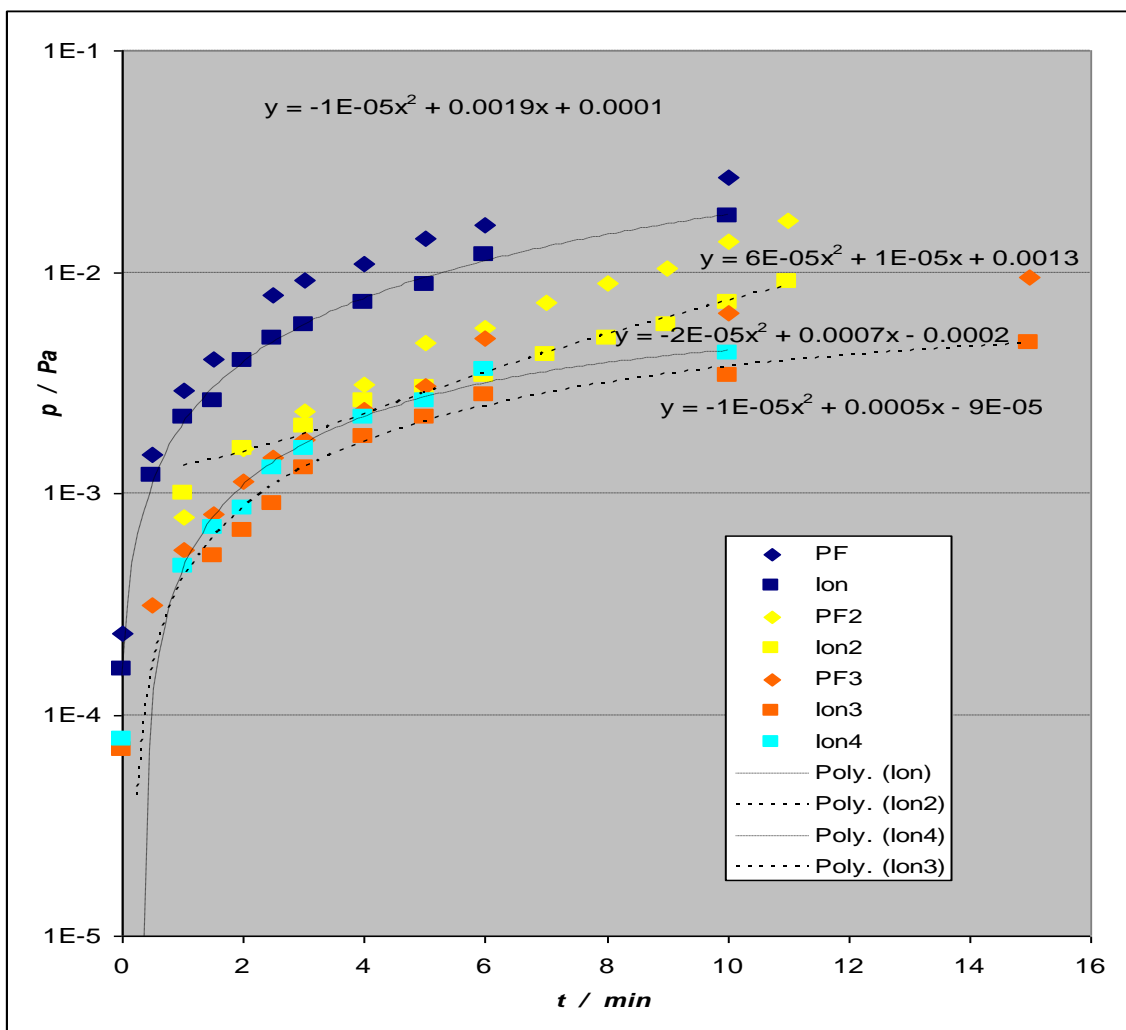
V ďalšom bolo zmenené rozmiestnenie mierok, pripadaný ventil s kovovým tesnením, aby bolo možné pripájať vákuové mierky bez porušenia vákuua a zmenené vykurovanie.



**Obr. 3**

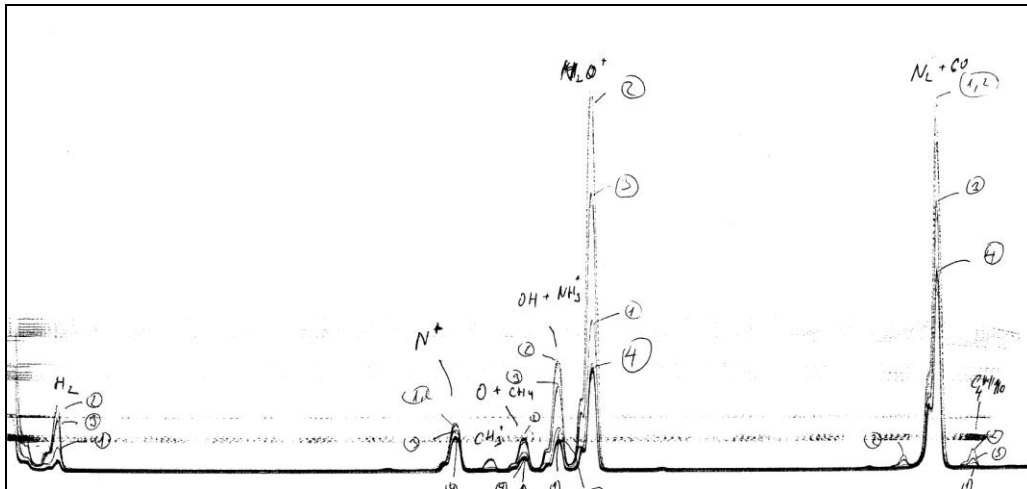
Úpravy zvýšili čerpaciu rýchlosť a zmenšili natekanie aparatúry do takej miery, že bolo možné použiť hmotnostný spektrometer.

**Hmotnostný spektrometer QMG 111B**, ktorý bol zakúpený v roku 2002 sa rovnako dlho nepoužíval. Napriek chýbajúcemu manuálu sa podarilo uviesť spektrometer do prevádzkového stavu. Pre praktické využitie, však bolo potrebné vykonať ďalšie úpravy recipientu, aby sa tlak v recipiente udržal pod úrovňou  $3.5 \cdot 10^{-3}$  Pa po dobu minimálne 5 minút. Nad touto úrovňou tlaku je prevodová charakteristika spektrometra značne nelineárna a jeho použitie je už obmedzené iba na kvalitatívnu analýzu vákuového prostredia. Po ďalších úpravách sa to podarilo dosiahnuť (obr.4)



**Obr. 4**

Po uvedení aparátúry do tohoto stavu sa mohlo pristúpiť k samotnému použitiu spektrometra na analýzy zloženia vákuového prostredia. Obr 5 reprezentuje kvantitatívnu analýzu prostredia v recipiente pri čerpaní a vykurovaní vákuovej aparátúry. Zo spektra je zrejmy nárast parciálneho tlaku vodných pár po zapnutí vykurovania (2) s postupným výrazným poklesom počas vykurovania a na konci čerpania (4). Podobná závislosť bola nameraná pre  $N_2 + CO$  (tieto dve zložky sa samostatne nedajú rozlíšiť) aj keď pokles nie je až taký výrazný. Pokles ostatných parciálnych tlakov je podstatne menej výrazný. Je to spôsobené tým, že aparátúra sa v súčasnom stave nedá vyhrievať viac ako na  $(60 - 70)^\circ C$ . Na ďalšie zníženie parciálnych tlakov plynov ktoré sa nachádzajú v stenách komory je potrebné realizovať úpravy aparátúry, ktoré umožnia vyhrievať aparátúru na  $(250 - 300)^\circ C$ .



**Obr. 5**

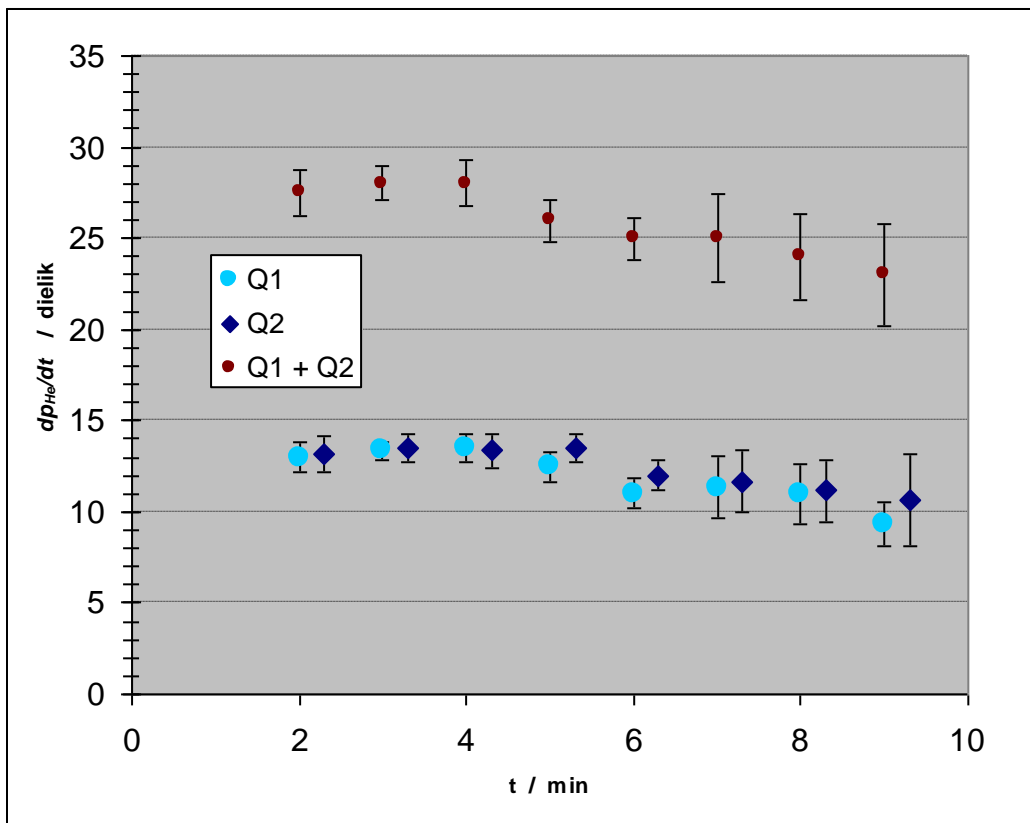
**Kalibrácie He netesností.** Vzhľadom na nemožnosť kalibrácie citlivosti hmotnostného spektrometra pomocou UHV aparatury bolo potrebné na kalibráciu He netesností použiť inú metódu. Keďže v lab Vákua je k dispozícii referenčná kalibrovaná He netesnosť bolo rozhodnuté použiť porovnávaciu metódu. K referenčnej He netesnosti však okrem hodnoty kalibrácie z r. 1993 neboli k dispozícii žiadne ďalšie kalibračné údaje. Po dohode s ČMI bola táto netesnosť kalibrovaná v ČMI (č. kal. cert. 6013-KL-V006-8). Na kalibráciu neznámej He netesnosti boli aplikované dve metódy – akumulácia metóda a dynamická metóda.

**Akumulačná metóda** – pri tejto metóde sa k vákuovej aparatúre pripájajú striedavo referenčná a skúšaná netesnosť resp. Ich kombinácia a pomocou hmotnostného spektrometra sa sleduje narastanie tlaku He v systéme. Hodnota skúšanej netesnosti sa určí riešením systému rovníc:

$$\begin{aligned} -kI_1 &= -Q_1 \\ -kI_2 + Q_2 &= 0 \\ -kI_3 + Q_2 &= Q_1 \end{aligned}$$

kde  $I$  je indikácia spektrometra  
 $Q_1$  je netesnosť referenčnej He netesnosti  
 $Q_2$  je netesnosť skúšanej He netesnosti  
 $k$  je kalibračný faktor hmotnostného spektrometra pre He

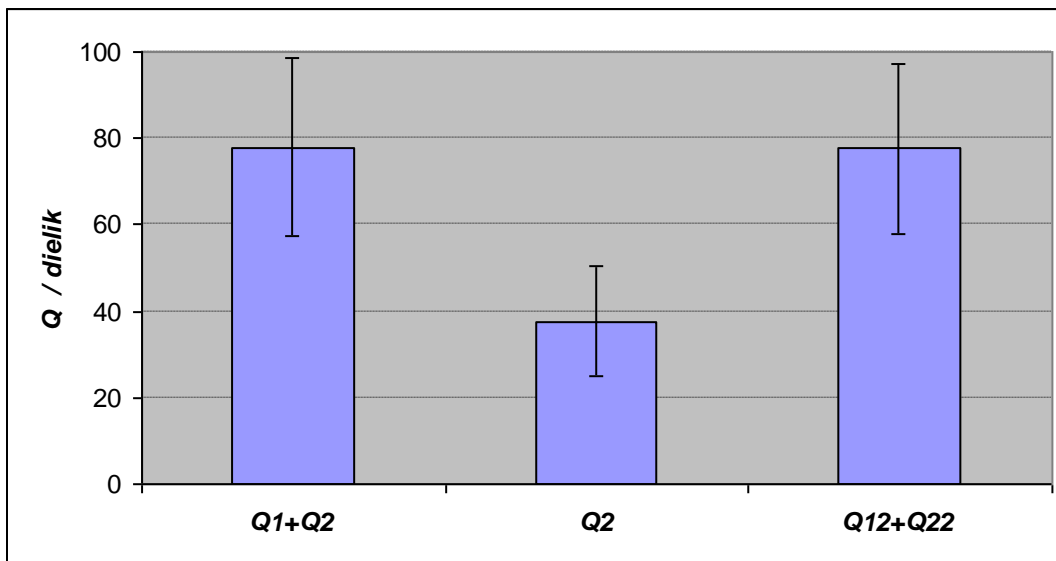
Predpokladom aplikácie tejto metódy je udržanie tlaku v aparatúre v lineárnej oblasti hmotnostného spektrometra. Výsledky merania sú na obr. 6.



**Obr. 6**

Merané údaje pochopiteľne neboli namerané pri rovnakých tlakoch. Z grafu je zrejмый vplyv nelinearity hmotnostného spektrometra na meranie pre  $t > 5$  min, keď tlak v aparátúre vzrástol nad  $5 \cdot 10^{-3}$  Pa. Z tohoto dôvodu sa do výpočtu berú iba prvé tri hodnoty meraní.

**Dynamická metóda** je založená na rovnakom princípe ako metóda dynamickej expanzie. Reguláciou čerpacej rýchlosti je tlak v systéme po pripojení referenčnej He netesnosti udržiavaný na konštantnej hodnote, pričom sa pomocou hmotnostného spektrometra meria hodnota parciálneho tlaku He. Po pripojení skúšanej He netesnosti resp. ich kombinácie sa merania tlaková diferenciacia parciálneho tlaku He. Totálny tlak v systéme je pritom konštantný a oveľa nižší ako tlak pri meraní akumuláčnou metódou. Tým je zaručené, že meranie sa uskutoční v lineárnej oblasti prevodovej charakteristiky hmotnostného spektrometra. Namerané výsledky sú na Obr. 7.



**Obr. 7**

Výsledná hodnota skúšanej netesnosti sa určí riešením rovnakého systému rovníc ako pri akumuláčnej metóde.

Porovnanie výsledkov obidvoch metód je v Tab. 1.

|           | $Q_i / Pa \cdot l \cdot s^{-1}$ | $U_i / Pa \cdot l \cdot s^{-1}$ |
|-----------|---------------------------------|---------------------------------|
| $Q_{aku}$ | $7,03 \cdot 10^{-6}$            | $0,63 \cdot 10^{-6}$            |
| $Q_{aku}$ | $6,59 \cdot 10^{-6}$            | $0,60 \cdot 10^{-6}$            |

Merania ukázali použiteľnosť obidvoch metód na kalibráciu He netesností. Rozdiely výsledkov meraní sú v rámci rozšírenej neistoty merania.

V priebehu meraní sa ukázala potreba upraviť niektoré časti existujúcej vákuovej aparatury. Vzhľadom na potrebu dlhodobého čerpania aparatury na dosiahnutie čo najnižšieho počiatočného tlaku sa ukázalo, že automatické spustenie difúznej vývevy počas noci pred začiatkom meraní značne skrátí dobu nábehu aparatury bez účasti obsluhy. Základná požiadavka bola, aby automat umožnil naštartovanie čerpaceho systému vrátane vodného chladenia, pričom je potrebné z hľadiska bezpečnosti zabezpečiť aby v prípade akejkoľvek poruchy pri čerpaní neprišlo k prehriatiu difúznej vývevy. Zároveň je potrebné zabezpečiť odstavenie prívodu chladiacej vody v prípade vzniku netesnosti na vodnom chladiení a zabránenie zaplaveniu laboratória. Na základe týchto požiadaviek bolo vyvinuté elektronické ovládanie čerpaceho systému.

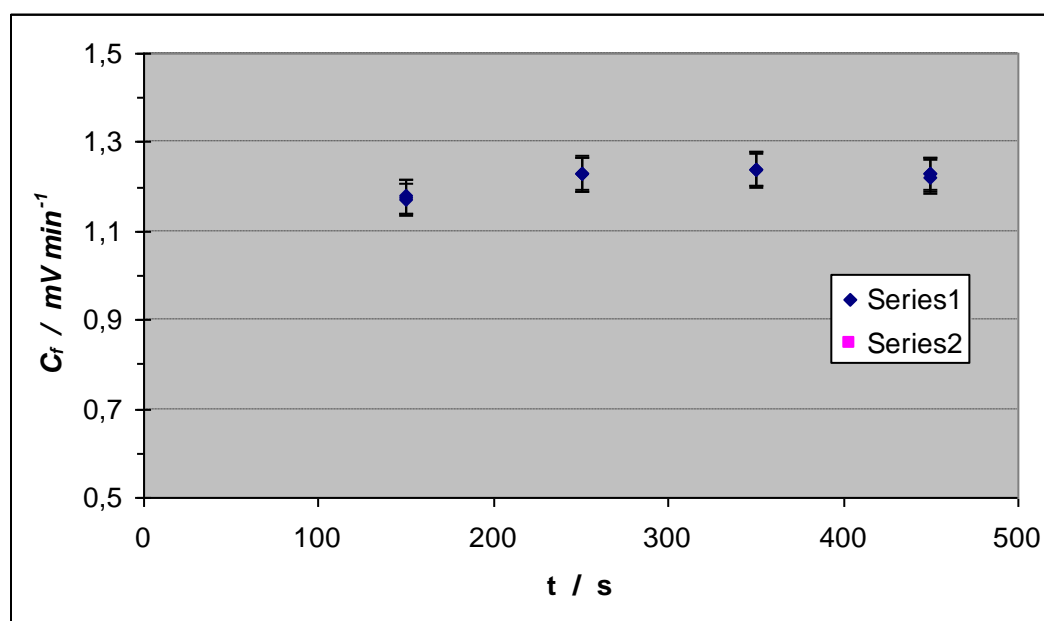
Na zmenšenie neistoty kalibrácie He-netesností bola vyvinutá nová metóda kalibrácie, pri ktorej sa priamo zaznamenáva nárast tlaku He z napäťového výstupu spektrometra, pričom nie je potrebné hľadať špičku He vrcholu, ale postačuje nastavenie spektrometra kdekoľvek v blízkom okolí, ktoré sa počas meraní nemení. Pri takomto nastavení spektrometra zostávajú pomery ionových prúdov spektrometra rovnaké. Táto nová metóda umožňuje kalibráciu He netesností, ktoré sú výrazne menšie ako je referenčná He-netesnosť síce za cenu väčšej neistoty kalibrácie, ale pôvodná metóda popísaná v predchádzajúcej správe kalibráciu takýchto He-netesností z dôvodov menšej citlivosti metódy neumožňuje vôbec. Napriek tomu je potrebné považovať takéto riešenie za núdzové a dočasné, aby sa zabezpečila táto metrologická služba. Je preto potrebné investovať do minimálne jednej až dvoch referenčných He-netesností, aby sa uspokojili požiadavky zákazníkov, ktorí v opačnom prípade budú hľadať túto službu napr. v ČMI.

Výsledky meraní sú v nasledovných tabuľkách

**Tab. 1. Referenčná He-netesnosť  $Q_{ref}$**

| $p_{He}$<br>mV | $t$<br>min | $t$<br>s | $t$<br>s | $p$<br>Pa | $(p_i - p_{i-1}) / (t_i - t_{i-1})$<br>mV/s | $(p_i - p_0) / (t_i - t_0)$<br>mV/s | $dp/dt$<br>mV/s | $2\sigma$<br>mV/s | $dp/dt$<br>mV/s | $2\sigma$<br>mV/s |
|----------------|------------|----------|----------|-----------|---|-------------------------------------|-----------------|-------------------|-----------------|-------------------|
| 50             | 0          | 0        | 0        | 3,0E-4    |   |                                     |                 |                   |                 |                   |
| 150            | 1          | 25,0     | 85       | 6,8E-4    | 1,176                                       | 1,176                               |                 |                   |                 |                   |
| 250            | 2          | 46,27    | 166,27   | 1,0E-3    | 1,230                                       | 1,203                               | 1,218           | 0,056             | 1,203           | 0,037             |
| 350            | 4          | 7,13     | 247,13   | 1,3E-3    | 1,237                                       | 1,214                               |                 |                   |                 |                   |
| 450            | 5          | 28,54    | 328,54   | 1,7E-3    | 1,228                                       | 1,218                               |                 |                   |                 |                   |
| 50             | 0          | 0        | 0        | 3,5E-4    |   |                                     |                 |                   |                 |                   |
| 150            | 1          | 25,4     | 85,36    | 7,5E-4    | 1,172                                       | 1,172                               |                 |                   |                 |                   |
| 250            | 2          | 46,81    | 166,81   | 1,0E-3    | 1,228                                       | 1,199                               | 1,215           | 0,060             | 1,199           | 0,040             |
| 350            | 4          | 7,5      | 247,5    | 1,4E-3    | 1,239                                       | 1,212                               |                 |                   |                 |                   |
| 450            | 5          | 29,31    | 329,31   | 1,8E-3    | 1,222                                       | 1,215                               |                 |                   |                 |                   |
| 50             | 0          | 0        | 0        | 3,6E-4    |   |                                     |                 |                   |                 |                   |
| 150            | 1          | 24,9     | 84,86    | 8,0E-4    | 1,178                                       | 1,178                               |                 |                   |                 |                   |
| 250            | 2          | 46,27    | 166,27   | 1,1E-3    | 1,228                                       | 1,203                               | 1,219           | 0,056             | 1,204           | 0,037             |
| 350            | 4          | 6,87     | 246,87   | 1,5E-3    | 1,241                                       | 1,215                               |                 |                   |                 |                   |
| 450            | 5          | 28,18    | 328,18   | 1,8E-3    | 1,230                                       | 1,219                               |                 |                   |                 |                   |

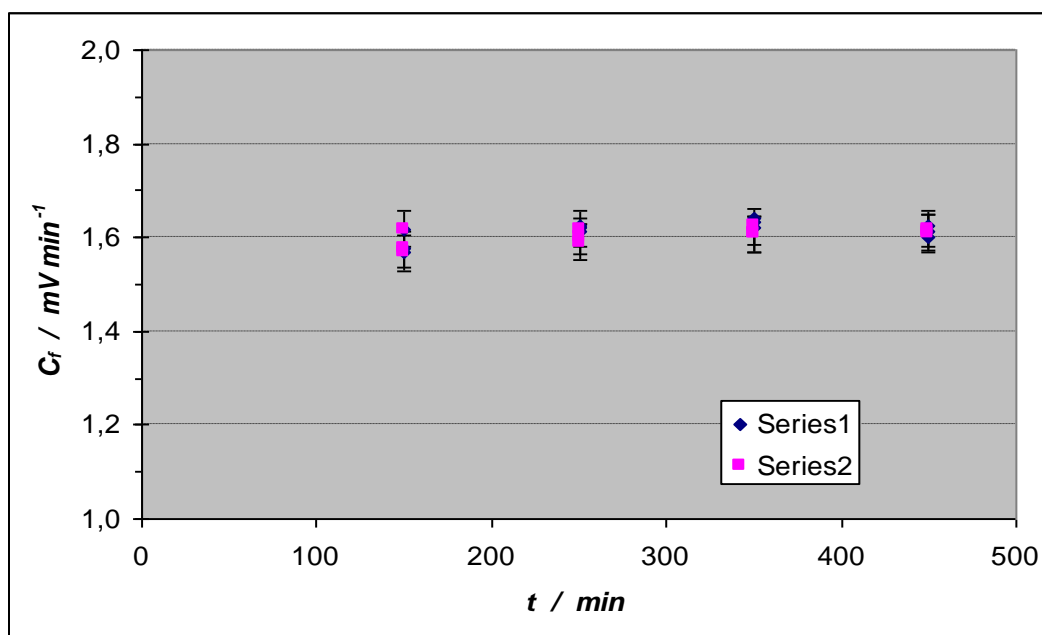
| $p_{He}$<br>mV | $p$<br>Pa | $2\sigma$<br>Pa | $(p_i - p_{i-1}) / (t_i - t_{i-1})$<br>mV/min | $(p_i - p_0) / (t_i - t_0)$<br>mV/min | $2\sigma$<br>mV/s | $2\sigma$<br>mV/s |
|----------------|-----------|-----------------|---|---------------------------------------|-------------------|-------------------|
| 50             | 3,4E-4    | 6,4E-5          |   |                                       |                   |                   |
| 150            | 7,4E-4    | 1,2E-4          | 1,175   | 1,175                                 | 0,007             | 0,007             |
| 250            | 1,0E-3    | 1,2E-4          | 1,229   | 1,202                                 | 0,003             | 0,004             |
| 350            | 1,4E-3    | 2,0E-4          | 1,239   | 1,214                                 | 0,004             | 0,003             |
| 450            | 1,8E-3    | 1,2E-4          | 1,227   | 1,217                                 | 0,008             | 0,004             |



Tab. 2. Súčtová netesnosť  $Q_{ref} + Q_{kal}$

| $p_{He}$<br>mV | $t$<br>min | $t$<br>s | $t$<br>s | $p$<br>Pa | $(p_i - p_{i-1}) / (t_i - t_{i-1})$<br>mV/s | $(p_i - p_0) / (t_i - t_0)$<br>mV/s | $dp/dt$<br>mV/s | $2\sigma$<br>mV/s | $dp/dt$<br>mV/s | $2\sigma$<br>mV/s |
|----------------|------------|----------|----------|-----------|---|-------------------------------------|-----------------|-------------------|-----------------|-------------------|
| 0,2            |            |          |          |           |   |                                     |                 |                   |                 |                   |
| 50             | 0          | 0        | 0        | 2,0E-4    |   |                                     |                 |                   |                 |                   |
| 150            | 1          | 1,83     | 61,83    | 4,0E-4    | 1,62  | 1,62                                |                 |                   |                 |                   |
| 250            | 2          | 3,57     | 123,57   | 6,2E-4    | 1,62  | 1,62                                | 1,618           | 0,026             | 1,619           | 0,006             |
| 350            | 3          | 4,77     | 184,77   | 8,4E-4    | 1,63  | 1,62                                |                 |                   |                 |                   |
| 450            | 4          | 7,18     | 247,18   | 1,0E-3    | 1,60  | 1,62                                |                 |                   |                 |                   |
| -0,3           |            |          |          |           |   |                                     |                 |                   |                 |                   |
| 50             | 0          | 0        | 0        | 2,6E-4    |   |                                     |                 |                   |                 |                   |
| 150            | 1          | 3,5      | 63,45    | 4,8E-4    | 1,58  | 1,58                                |                 |                   |                 |                   |
| 250            | 2          | 4,92     | 124,92   | 7,4E-4    | 1,63  | 1,60                                | 1,609           | 0,046             | 1,598           | 0,031             |
| 350            | 3          | 6,61     | 186,61   | 8,4E-4    | 1,62  | 1,61                                |                 |                   |                 |                   |
| 450            | 4          | 8,62     | 248,62   | 1,1E-3    | 1,61  | 1,61                                |                 |                   |                 |                   |
| -0,5           |            |          |          |           |   |                                     |                 |                   |                 |                   |
| 50             | 0          | 0        | 0        | 2,4E-4    |   |                                     |                 |                   |                 |                   |
| 150            | 1          | 3,8      | 63,81    | 4,8E-4    | 1,57  | 1,57                                |                 |                   |                 |                   |
| 250            | 2          | 5,77     | 125,77   | 6,8E-4    | 1,61  | 1,59                                | 1,612           | 0,064             | 1,594           | 0,040             |
| 350            | 3          | 6,66     | 186,66   | 9,2E-4    | 1,64  | 1,61                                |                 |                   |                 |                   |
| 450            | 4          | 8,26     | 248,26   | 1,0E-3    | 1,62  | 1,61                                |                 |                   |                 |                   |

| $p_{He}$<br>mV | $p$<br>Pa | $2\sigma$<br>Pa | $(p_i - p_{i-1}) / (t_i - t_{i-1})$<br>mV/min | $(p_i - p_0) / (t_i - t_0)$<br>mV/min | $2\sigma$<br>mV/s | $2\sigma$<br>mV/s |
|----------------|-----------|-----------------|---|---------------------------------------|-------------------|-------------------|
| 50             | 2,3E-4    | 6,1E-5          |   |                                       |                   |                   |
| 150            | 4,5E-4    | 9,2E-5          | 1,59  | 1,59                                  | 0,054             | 0,054             |
| 250            | 6,8E-4    | 1,2E-4          | 1,62  | 1,60                                  | 0,013             | 0,029             |
| 350            | 8,7E-4    | 9,2E-5          | 1,63  | 1,61                                  | 0,021             | 0,019             |
| 450            | 1,0E-3    | 1,2E-4          | 1,61  | 1,61                                  | 0,021             | 0,010             |

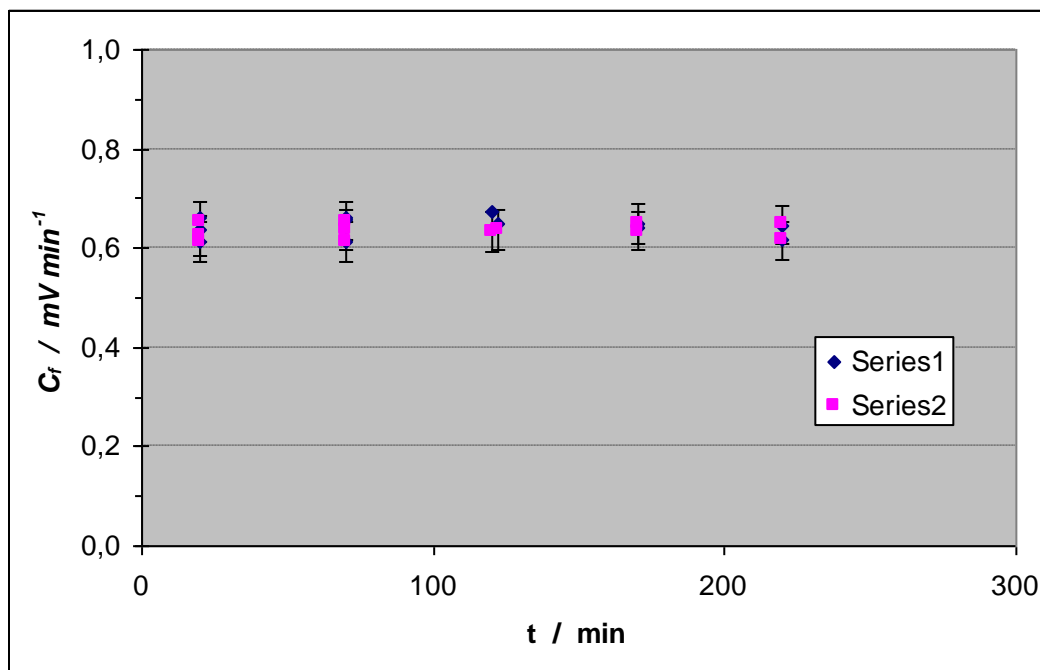




**Tab3 Skúšaná He-netesnosť  $Q_{kal}$**

| $p_{He}$<br>mV | $t$<br>min | $t$<br>s | $t$<br>s | $p$<br>Pa | $(p_i-p_{i-1})/(t_i-t_{i-1})$<br>mV/s | $(p_i-p_0)/(t_i-t_0)$<br>mV/s | $dp/dt$<br>mV/s | $2\sigma$<br>mV/s | $dp/dt$<br>mV/s | $2\sigma$<br>mV/s |
|----------------|------------|----------|----------|-----------|---------------------------------------|-------------------------------|-----------------|-------------------|-----------------|-------------------|
| <b>-1,1</b>    |            |          |          |           |                                       |                               |                 |                   |                 |                   |
| 20             | 0          | 0        | 0        | 2,2E-4    |                                       |                               |                 |                   |                 |                   |
| 70             | 1          | 21,4     | 81,38    | 4,9E-4    | 0,614                                 | 0,614                         |                 |                   |                 |                   |
| 120            | 2          | 42,81    | 162,81   | 6,6E-4    | 0,614                                 | 0,614                         | 0,636           | 0,056             | 0,624           | 0,023             |
| 170            | 3          | 57,1     | 237,1    | 9,6E-4    | 0,673                                 | 0,633                         |                 |                   |                 |                   |
| 220            | 5          | 15,04    | 315,04   | 1,2E-3    | 0,642                                 | 0,635                         |                 |                   |                 |                   |
| <b>-1,25</b>   |            |          |          |           |                                       |                               |                 |                   |                 |                   |
| 20             | 0          | 0        | 0        | 2,6E-4    |                                       |                               |                 |                   |                 |                   |
| 70             | 1          | 21,3     | 81,27    | 5,0E-4    | 0,615                                 | 0,615                         |                 |                   |                 |                   |
| 122            | 2          | 42,81    | 162,81   | 6,8E-4    | 0,638                                 | 0,626                         | 0,639           | 0,036             | 0,629           | 0,021             |
| 170            | 3          | 55,89    | 235,89   | 1,0E-3    | 0,657                                 | 0,636                         |                 |                   |                 |                   |
| 220            | 5          | 13,11    | 313,11   | 1,2E-3    | 0,648                                 | 0,639                         |                 |                   |                 |                   |
| <b>-1,4</b>    |            |          |          |           |                                       |                               |                 |                   |                 |                   |
| 20             | 0          | 0        | 0        |           |                                       |                               |                 |                   |                 |                   |
| 70             | 1          | 17,0     | 77,04    |           | 0,649                                 | 0,649                         |                 |                   |                 |                   |
| 120            | 2          | 34,48    | 154,48   |           | 0,646                                 | 0,647                         | 0,655           | 0,018             | 0,651           | 0,007             |
| 170            | 3          | 49,95    | 229,95   |           | 0,663                                 | 0,652                         |                 |                   |                 |                   |
| 220            | 5          | 5,36     | 305,36   |           | 0,663                                 | 0,655                         |                 |                   |                 |                   |

| $p_{He}$<br>mV | $p$<br>Pa | $2\sigma$<br>Pa | $(p_i-p_{i-1})/(t_i-t_{i-1})$<br>mV/min | $(p_i-p_0)/(t_i-t_0)$<br>mV/min | $2\sigma$<br>mV/s | $2\sigma$<br>mV/s |
|----------------|-----------|-----------------|---|---------------------------------|-------------------|-------------------|
| 20             | 2,4E-4    |                 |   |                                 |                   |                   |
| 70             | 5,0E-4    |                 | 0,63                                    | 0,63                            | 0,039             | 0,039             |
| 120            | 6,7E-4    |                 | 0,63                                    | 0,63                            | 0,033             | 0,033             |
| 170            | 9,8E-4    |                 | 0,66                                    | 0,64                            | 0,016             | 0,021             |
| 220            | 1,2E-3    |                 | 0,65                                    | 0,64                            | 0,022             | 0,021             |



**Tab. 4. Bilancia neistôt**

| Veličina                              | Odhad         | Neistota       |          | Rozdelenie pravdep. | Citlivostný koeficient               | Príspevok k štandardnej neistote |
|---------------------------------------|---------------|----------------|----------|---------------------|--------------------------------------|----------------------------------|
| $X_i$                                 | $x_i$         | $\Delta X_i$   | $u(x_i)$ |                     | $c_i$                                | $u(y_i)$                         |
| $Q_{ref}$                             | 6,9E-6 Pa.l/s | 2,5,E-7 Pa.l/s |          | normálne            | $U_{Ref+TW}/U_{Ref}$                 | 3,3,E-7 Pa.l/s                   |
| $U_{Ref+TW}$                          | 100 mV        | 2 mV           | 1 mV     | rovnorné            | $Q_{ref}/U_{ref}$                    | 1,4,E-7 Pa.l/s                   |
| $U_{Ref}$                             | 100 mV        | 2 mV           | 1 mV     | rovnorné            | $Q_{ref} * U_{TW}/U_{ref}^2$         | 8,0,E-8 Pa.l/s                   |
| $T$                                   | 24,0 °C       | 1,0 °C         | 0,6 °C   | rovnorné            | $Q_{ref} \cdot 0.03 \text{ °C}^{-1}$ | 1,2,E-7 Pa.l/s                   |
| štandardná neistota kalibrácie typu B |               |                |          |                     |                                      | 3,9E-7 Pa.l/s                    |
| štandardná neistota kalibrácie typu A |               |                |          |                     |                                      | 7,5E-8                           |
| kombinovaná neistota kalibrácie       |               |                |          |                     |                                      | 4,0E-7                           |
| koeficient rozšírenia =               |               |                |          |                     |                                      | 2                                |
| rozšírená neistota kalibrácie         |               |                |          |                     |                                      | 7,9E-7                           |

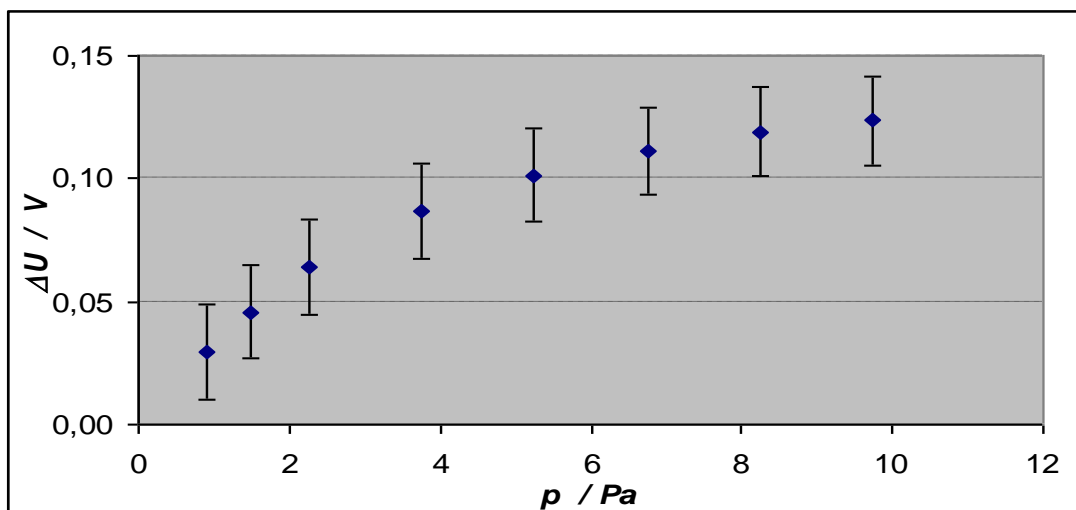
### Kalibrácia kapacitného etalónového vákuometra (CDG)

Uskutočnila sa kalibrácia etalónového vákuometra MKS typ 690A.1 TRC v.č.001601646. Tab. 1 reprezentuje nespracované kalibračné údaje bez aplikácií korekcií. Z grafu je evidentná značná nelinearita závislosti výstupného napätia vákuometra na tlaku ktorá je väčšia ako neistota kalibrácie. Nelinearita je spôsobená tepelnou transpiráciou, pretože teplota senzora vákuometra je kvôli stabilite stabilizovaná na 43°C a najmenší priemer prípoja je 4,5 mm. Chyby údajov sa pohybujú rádovo percentách z hodnoty meraného tlaku.

V ďalšom spracovaní údajov bola aplikovaná semi-empirická rovnica Takashi-Sensui a následne boli údaje štatisticky vyrovnané metódou najmenších štvorcov. Výsledky po aplikácii korekcií a štatistickom vyrovnaní sú zaznamenané v Tab. 2. Z grafu je evidentné, že chyby údajov ležia hlboko v neistote kalibrácie. Linearizačná funkcia je v Tab3. Tab. 4 reprezentuje kalibračný faktor vákuometra spolu s jeho neistotou.

Tab 1 Nekorigované kalibračné údaje

| $p_{nom}$ | $p_{kon}$ | $U_{MKS}$ | $U$     | $U_{MKS}$ | $U$    | $U_{MKS avg}$ | $U_{avg}$ | $\Delta U_{MKS}$ | $\Delta U_{MKS}$ |
|-----------|-----------|-----------|---------|-----------|--------|---------------|-----------|------------------|------------------|
| Pa        | V         | V         | V       | V         | V      | V             | V         | V                | %                |
| 2E-       |           |           |         |           |        |               |           |                  |                  |
| 05        | 0,000015  | 0,0095    | 0,00100 | 0,0097    | 0,0007 | 0,0096        | 0,00061   |                  |                  |
| 1,2       | 0,9001    | 0,940     | 0,028   | 0,939     | 0,027  | 0,9299        | 0,019     | 0,030            | 3,31             |
| 2         | 1,5010    | 1,557     | 0,025   | 1,556     | 0,028  | 1,5469        | 0,019     | 0,046            | 3,06             |
| 3         | 2,2502    | 2,325     | 0,025   | 2,323     | 0,029  | 2,3144        | 0,019     | 0,064            | 2,85             |
| 5         | 3,7503    | 3,847     | 0,026   | 3,846     | 0,029  | 3,8369        | 0,019     | 0,087            | 2,31             |
| 7         | 5,2504    | 5,363     | 0,025   | 5,360     | 0,028  | 5,3519        | 0,019     | 0,102            | 1,93             |
| 9         | 6,7506    | 6,873     | 0,024   | 6,870     | 0,026  | 6,8619        | 0,018     | 0,111            | 1,65             |
| 11        | 8,2507    | 8,380     | 0,025   | 8,379     | 0,027  | 8,3699        | 0,018     | 0,119            | 1,44             |
| 13        | 9,7508    | 9,884     | 0,026   | 9,884     | 0,026  | 9,8744        | 0,018     | 0,124            | 1,27             |



Tab. 2 Spracované kalibračné údaje

| $p_{nom}$<br>Pa | $p_{kon}$<br>V | $U_{MKS}$<br>V | $U$<br>V | $U_{MKS}$<br>V | $U$<br>V | $U_{MKS}$<br>avg<br>V | $U_{MKS}$<br>avg corr<br>V | $U_{avg}$<br>V | $\Delta U_{MKS}$<br>V | $\Delta U_{MKS}$<br>% |
|-----------------|----------------|----------------|----------|----------------|----------|-----------------------|----------------------------|----------------|-----------------------|-----------------------|
| 0,00002         | 0,000015       | 0,0095         | 0,00100  | 0,0097         | 0,0007   | 0,0096                | 0,0028                     | 0,00061        | 0,0028                | -                     |
| 1,2             | 0,9001         | 0,912          | 0,028    | 0,912          | 0,027    | 0,9120                | 0,8998                     | 0,019          | -0,0003               | <b>0,036</b>          |
| 2               | 1,5010         | 1,518          | 0,025    | 1,515          | 0,028    | 1,5165                | 1,5007                     | 0,019          | -0,0003               | <b>0,023</b>          |
| 3               | 2,2502         | 2,271          | 0,025    | 2,271          | 0,029    | 2,2710                | 2,2506                     | 0,019          | 0,0004                | <b>0,019</b>          |
| 5               | 3,7503         | 3,781          | 0,026    | 3,780          | 0,029    | 3,7805                | 3,7511                     | 0,019          | 0,0008                | <b>0,021</b>          |
| 7               | 5,2504         | 5,289          | 0,025    | 5,289          | 0,028    | 5,2890                | 5,2506                     | 0,019          | 0,0002                | <b>0,003</b>          |
| 9               | 6,7506         | 6,799          | 0,024    | 6,796          | 0,026    | 6,7975                | 6,7500                     | 0,018          | -0,0006               | <b>0,009</b>          |
| 11              | 8,2507         | 8,307          | 0,025    | 8,306          | 0,027    | 8,3065                | 8,2500                     | 0,018          | -0,0007               | <b>0,009</b>          |
| 13              | 9,7508         | 9,817          | 0,026    | 9,817          | 0,026    | 9,8170                | 9,7514                     | 0,018          | 0,0006                | <b>0,006</b>          |

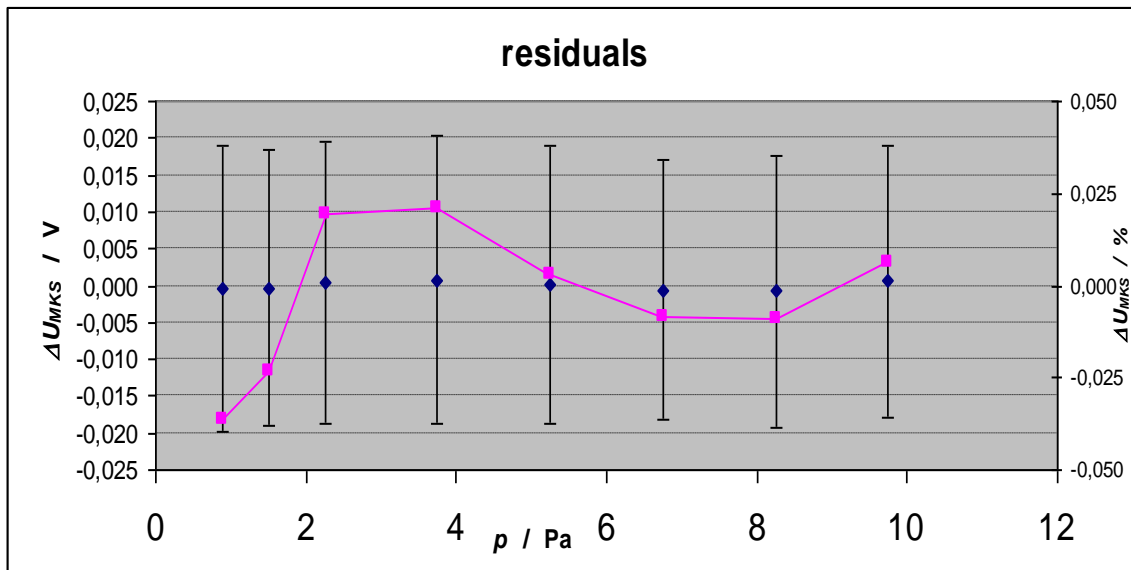
Tab 3 Parametre linearizačnej rovnice

|              | $a_1$    | $a_0$  |
|--------------|----------|--------|
| $a_i$        | 1,00603  | 0,0068 |
| $\sigma a_i$ | 0,00007  | 0,0004 |
|              | 1,00000  | 0,0006 |
|              | 1,92E+08 | 6,0000 |
|              | 75,018   | 0,0000 |

Tab.4 Kalibračný faktor

$$C_f = 0,99401$$

$$U_{C_f} = 0,00014$$



### Výsledky medzinárodných porovnávacích meraní

V období od poslednej revízie etalónu neprebehlo žiadne medzinárodné porovnávacie meranie v rámci regionálnych metrologických oranizácii v oblasti vákua. Tieto porovnávania sú nahradené nadviazaním etalónu na etalóny ČMI. Výsledky predchádzajúcich medzinárodných porovnávacích meraní sú [1.]

### 5 Inštitúcie, útvary a osoby zodpovedné za NE vákua

#### Umiestnenie NE tlaku:

Slovenský metrologický ústav, Bratislava, odbor 220, laboratórium, objekt H, lab. č. 250, 239,

#### Osoba zodpovedná za NE tlaku:

*Ing. Peter Farár:* - zodpovedá za technický stav a správnosť funkcie NE tlaku., zabezpečuje a realizuje rozvoj prístrojového vybavenia, zodpovedá za realizáciu stupnice v plynnom tlakovom médiu, vykonáva nadviazanie referenčných a pracovných etalónov., vykonáva justáž a úpravy etalonážneho zariadenia, spolupracuje pri medzinárodných porovnávaníach, kontroluje metrologické parametre jednotlivých meradiel, spracúva a vyhodnocuje výsledky meraní

## 6 Zoznam publikácií o NE tlaku

- [ 1 ]. Bláha, A, Krč-Turba, J.:  
Československý štátny etalón veľmi nízkeho absolútneho tlaku v rozsahu 10 mPa až 1 kPa, ČSMÚ, 1980, Správa č. 3037.
- [ 2 ]. Bláha, a., a kol.:  
Etalonáž vakuua 10<sup>-10-7</sup> torr, Správa ČSMÚ, Bratislava 1973
- [ 3 ]. Nakayama, K a kol.  
Capillary depression in MacLeod gauges, Vacuum 1968, No. 18
- [4 ]. Bláha A, Prušová:  
Etalónový vákuometer pre rozsah tlakov 1 kPa -10<sup>-2</sup> Pa. Čs. standardizace 5, 1985, s. 198-202.
- [ 5 ]Prušová, A, Krč - Turba, J.:  
Porovnávanie kompresného vákuometra s interferenčným U - vákuometrom. Záverečná správa č. 2034, ČSMÚ 1975.
- [ 6 ] Krč-Turba, J.:  
Výskum metód a vývoj zariadení na zvýšenie presnosti tlakovej stupnice. P 04. Stanovenie vplyvu zloženia plynov vákuového prostredia na presnosť etalonáže nízkych absolútnych tlakov V 110 - 21/75-78. ČSMÚ, 1978, Čiastková správa č.1065.
- [ 7 ] Krč-Turba, J., Lednár, P.:  
Výskum metód a vývoj zariadení na zvýšenie presnosti tlakovej stupnice. ČSMÚ, 1979. Čiastková správa č. 1085.
- [ 8 ] Krč-Turba, J.:  
Výskum metód a vývoj zariadení na zvýšenie presnosti tlakovej stupnice. P 04. Stanovenie vplyvu zloženia plynov vákuového prostredia na presnosť etalonáže nízkych absolútnych tlakov V 110 - 21/75-80. ČSMÚ, 1980, Záverečná správa č. 1099.
- [ 9 ] Keprt,A, a kol.:  
Rozvoj metrologie tlakov použitím nových metód a princípov. Správa ČSMÚ č. 1246, Bratislava 1985
- [ 10 ] Krč - Turba, J.,Lednár, P., Miertušová, J.:  
The Vacuum Apparatus for Static Expansion of Gas to Calibration of Vacuum Gauges in Pressure Range 10<sup>3</sup> až 10<sup>-3</sup> Pa. Acta Physica Universitatis Comenianae, XXVI,1985
- [ 11 ] Krč-Turba, J.: Metrologické zabezpečenie jednotky tlaku v oblasti nízkych absolútnych tlakov. Čs. standardizace, 1986, č.4. s.138-139.
- [ 12 ] Krč - Turba, J.:  
Rozvoj vákuovej techniky a súčasný stav metrologického zabezpečenia v oblasti nízkych absolútnych tlakov. Seminár "Meranie a meracia technika v strojárstve", ČSVTS, Tatranské Matliare
- [ 13 ] Messer, G., Jitschin, W., Rubet, L., Calcatelli, A, Keprt, A, Redgrave F.J., Fei Wei-nan, Sharma, J.K.N., Dittmann, S., Ono, M.:  
Intercomparison of Nine National High-vacuum Standards under the Auspices of the Bureau International des Poids et Mesures. Metrologia 1989, (26), s.183-195.
- [ 14 ] Krč - Turba, J.:Metrologické zabezpečenie tlakovej stupnice v ČSMÚ Bratislava. Zborník prednášok zo seminára Meření tlaku 92, Praha 1992
- [ 15 ] Krč - Turba J., Širicová A, Faltus,Z., Škrovánek, T.:  
Stanovenie neistôt pri meraniach a etalonáži tlaku. Skriptá, Bratislava, jún 1994, Slovenská metrologická spoločnosť, Pobočka pri SMÚ, 129 strán
- [ 16 ] Krč - Turba J., Širicová A, Faltus,Z., Škrovánek, T.:  
Stanovenie neistôt pri meraniach a etalonáži tlaku Bratislava, október 1994, Slovenská metrologická spoločnosť, Pobočka pri SMÚ, 132 strán

- [ 17] Krč-Turba J., Širicová A, Faltus Z., Chytil M. : Metrológia tlaku, Skriptá a školenie, Piešťany, 7. až 11.6.1993.
- [ 18 ] Krč-Turba J.,  
TPM 4800 - 95 Schéma nadväznosti meradiel veľmi nízkeho absolútneho tlaku
- [ 19 ] Krč-Turba J.,  
Metrological guarantee of the pressure scale at range Low absolute pressure. SIXT JOINT VACCUM CONFERENCE, April 4-7 1995, Bled, Slovenia
- [ 20 ] Krč – Turba J., Širicová A. :  
Metrológia nízkych absolútnych tlakov, Zborník prednášok "Škola vákuovej techniky 1995", ČVS 1995
- [ 21 ] Gorobej, V.N., Sadkovskaja,I.N., Čunovkina, AG., (Rusko),  
Krč-Turba J., Širicová, A, (Slovensko):  
Sličenija nacional'nych etalonov edinicy davlenija Rossii i Slovakii v diapazone 1 - 1000 Pa. Izmeritel'naja tehnika, No 4, 1995, str.65-66
- [ 22 ] Krč-Turba, J.: Slovenský národný etalón veľmi nízkeho absolútneho tlaku v rozsahu 10 mPa až 1 kPa, SMÚ, 1997. Súhrnná správa o etalóne.
- [ 23 ] Gorobej, V.N., Sadkovskaja,I.N., (Rusko), Krč-Turba J., Širicová, A, (Slovensko):  
Rezultaty sličenij nacional'nych etalonov edinicy davlenija Rossii i Slovakii v diapazone 10-2 – 103 Pa. Izmeritel'naja tehnika, No 6, 2001, str.68-71.
- [ 24] Krč-Turba J., Širicová A,: Základy metrológie vákua. Skriptá. SMÚ, 2003.

### **Dokumentácia o NE vákua**

Krč-Turba, J.: Slovenský národný etalón veľmi nízkeho absolútneho tlaku v rozsahu 10 mPa až 1 kPa, SMÚ, 1997. Súhrnná správa o etalóne.

Krč-Turba, J.: Súhrnná správa o etalóne, Správa č. 007/ 04, Národný etalón veľmi nízkeho absolútneho tlaku, SMÚ, 2004