

POZNÁMKA KU KALIBRÁCI IONIZAČNÉHO MANOMETRA

MARIA ADLEROVÁ, ŠTEFAN VEIS, Bratislava

V práci sú kriticky zhodnotené kalibračné metódy ionizačného manometra a poukazuje sa na to, že metóda kalibrácie ionizačného manometra pomocou kapiláry je v prípade čerpania ionizačného manometra nepoužiteľná. Ďalej výhodne použité kombinovaný MacLeodov manometer a možno veľmi účinným manometrom, umiestneným na konci zatavenej kapiláry.

1. Úvod

Najvhodnejším manometrom na meranie nízkych tlakov pod 10^{-3} mm Hg je ionizačný manometer so žeravenou katódou. Jedným z jeho nedostatkov je, že ionizačný manometer nie je absolútny a preto je potrebné ho okalibrovávať pre každý plyn zvlášť.

Ionizačný manometer kalibrujeme porovnávaním jeho údajov s tlakmi určenými MacLeodovým kompresným manometrom. Presnosť merania tlakov je už veľmi malá, a preto kalibrovávať ionizačný manometer pod túto hranicu tlakov priamym porovnávaním jeho údajov s tlakmi určenými MacLeodovým manometrom je nevhodné. Ak okrem toho ešte uvážime, že v tlakovom intervale 10^{-3} – 10^{-4} mm Hg prejavujú sa u ionizačného manometra dosť značné odchyľky od lineárnej závislosti $\log i$ od $\log P$ pri konštantnom elektró-sklone príde [1], kde i je prúd kladných iónov a P tlak, vidíme, že pre určenie táhne body tejto závislosti $\log i$ od $\log P$ ostávajú k dispozícii len experimentálne základe takehoto úzkeho tlakového intervalu nemožno určiť sklon priamkovej lineárnej závislosti s dostatočnou presnosťou. Pochopiteľne aj predĺženie dostatočne presné.

Abý se zvýšila presnosť určenia sklonu lineárnej závislosti $\log i$ od $\log P$, používa se pre kalibráciu ionizačného manometra metóda kapiláry [2, 3, 4], ktorá rozširuje tlakový interval a zvyšuje presnosť merania nižších tlakov tým, že prevádzka merania veľmi nízkych tlakov na meranie tlakov v intervale

10^{-2} – 10^{-3} mm Hg, kde možno určiť tlak MacLeodovým manometrom dostatočne presne.

Metódu kapiláry možno však použiť len v prípade, keď ionizačný manometer nečerpá. V prípade, že ionizačný manometer sa vyznačuje určitou čerpacou rýchlosťou, líši sa kalibračná krivka získaná metódou kapiláry od kalibračnej krivky získanej priamym porovnávaním údajov ionizačného manometra s tlakmi určenými MacLeodovým manometrom. Úlohou predkladanej práce je teoreticky a experimentálne ukázať nevhodnosť metódy kapiláry pre kalibráciu ionizačného manometra s čerpacími vlastnosťami.

2. Kalibrácia ionizačného manometra metódou kapiláry

Kalibrácia ionizačného manometra metódou kapiláry využíva pre okalibrovanie ionizačného manometra molekulárne prúdenie plynu cez kapiláru známej vodivosti [2, 3, 4]. Zariadenie pre kalibráciu ionizačného manometra metódou kapiláry je na obr. 1 a skladá sa z nádoby 1 o objeme V a nádoby 2 o objeme v spojených kapilárou K s veľmi malou vodivosťou C , ktorú možno vypočítať pre daný plyn z rozmerov kapiláry. Na nádobu 1 je pripojený ionizačný manometer, ktorý chceme okalibrovávať a na nádobu 2 kompresný MacLeodov manometer s napúšťacím ventilom pre plyn R . Obe nádoby možno vyčerpávať cez vymrzávačky a vakuové kohúty K_1 a K_2 vysokovákrovou výverou.

Pri kalibrácii najprv obe nádoby vyčerpáme s použitím vymrzávačiek na najnižší dosiahnuteľný tlak a ionizačný manometer s nádobou 1 dobre odplyníme. Potom uzavrieme vakuové kohúty K_1 a K_2 a do nádoby 2 napustíme cez napúšťací ventil R plyn, pre ktorý chceme okalibrovávať ionizačný manometer, asi na tlak 10^{-2} mm Hg.

Plyn prúdi v dôsledku tlakového rozdielu z nádoby 2 do nádoby 1 s ionizačným manometrom. Pretože prúdenie plynu cez kapiláru je molekulárne a tlak P v nádobe 1 je na počiatku kalibrácie veľmi malý v porovnaní s tlakom p v nádobe 2, platí pre prúdenie plynu cez kapiláru vzťah

$$V \frac{dP}{dt} = C(p - P), \quad (1)$$

kde C je vodivosť kapiláry pre daný plyn. Tento vzťah však platí len približne.

Ak predpokladáme, že v čase $t = 0$ je $P = 0$ (zanedbateľne malý), možno pomocou vzťahu (1) určiť tlak P v ľubovoľnom časovom okamihu t .

Vzťah (1) ostáva v platnosti len za predpokladu, že tlak v nádobe 1 vzrastá skoro lineárne. Tento predpoklad nemôže byť vôbec splnený v prípade čerpania ionizačného manometra, pretože tlak P musí v dôsledku čerpania stúpať pomalšie, ako v prípade, keď ionizačný manometer nečerpá. Vo vše-

obecnosti každý ionizačný manometer sa vyznačuje určitou čerpacou účinnosťou [5, 6, 7, 8]. Situácia je o to komplikovanejšia, že tlak P sa mení, v dôsledku čoho sa časom budú meniť aj čerpace vlastnosti ionizačného manometra.

Pokúsime sa za určitých zjednodušujúcich predpokladov teoreticky spočítať vplyv čerpania ionizačného manometra na tlak P , respektíve na tlak p .

Predpokladáme, že čerpacia rýchlosť ionizačného manometra S v uvažovanom tlakovom intervale je konštantná. Tento predpoklad nie je síce v ionizačnom manometri splnený, ale dovolí nám ukázať, že čerpace vlastnosti ionizačného manometra musia ovplyvňovať priebeh kalibračnej krivky. Keby bola známa závislosť čerpacej rýchlosti ionizačného manometra od tlaku, bolo by možné presne vypočítať priebeh kalibračnej krivky. Vo väčšine prípadov čerpacia rýchlosť ionizačných manometrov je veľmi malá, v každom prípade však znižuje tlak P v nádobe 1 a tým zväčšuje tlakový rozdiel na koncoch kapiláry, čoho dôsledkom je väčšie preprúdené množstvo plynu s časom rýchlejšie v prípade čerpania ionizačného manometra ako bez čerpania. Z uvedeného je zrejme, že v prípade čerpania ionizačného manometra nie je splnená rovnica (1) a tak nemožno podľa nej určovať tlak P v nádobe 1 s ionizačným manometrom.

Tlak v nádobe 1 v čase t len v prípade čerpania ionizačného manometra možno vyjadriť vzťahom

$$P' = P^0 e^{-\frac{S}{V}t} \quad (2)$$

kde S je čerpacia rýchlosť ionizačného manometra a P^0 je počiatkový tlak v čase $t = 0$ v nádobe 1. Tlak P^0 však v dôsledku natekania plynu cez kapiláru bude vzrastať. Ak prepíšeme rovnicu (1) do tvaru

$$p = P^0 + \frac{V}{C} \frac{dP^0}{dt} \quad (3)$$

a dosadíme z (2) za P^0 , dostaneme pre p' výraz

$$p' = P^0 e^{-\frac{S}{V}t} \left(1 + \frac{S}{C} + \frac{V}{P^0 C} \frac{dP^0}{dt} \right) \quad (4)$$

Z tohto vzťahu ihneď vidieť, že rovnica (1) nemôže byť splnená v prípade od nuly rôznej čerpacej rýchlosti ionizačného manometra.

Predpokladáme na začiatok, že $S = 0$, t. j. že ionizačný manometer nečerpá, vtedy tlak p v nádobe 2 bude klesať v dôsledku molekulárneho prúdenia plynu cez kapiláru a možno ho vyjadriť vzťahom

$$p = (p^0 - P^0) e^{-c\left(\frac{1}{v} + \frac{1}{V}\right)t} + P^0 \quad (5)$$

kde p^0 je tlak v čase $t = 0$ v nádobe 2, P^0 tlak v čase $t = 0$ v nádobe 1 a p, P tlaky v čase t , keď $S = 0$.

V ľubovoľnom časovom okamihu musia však tlaky p^0, P^0, p, P spĺňať podmienku

$$pv + PV = p^0v + P^0V \quad (6)$$

Ak uvážime túto podmienku, možno výraz (5) pre tlak p prepísať do tvaru

$$p = \frac{V}{v+V} p^0 e^{-c\left(\frac{1}{v} + \frac{1}{V}\right)t} + \frac{v}{v+V} p^0 + \frac{V}{v+V} P^0 \left[1 - e^{-c\left(\frac{1}{v} + \frac{1}{V}\right)t} \right] \quad (7)$$

Za nekonečne dlhý čas sa tlaky v oboch nádobách vyrovnajú a výsledný tlak bude daný vzťahom

$$p_0 = P_0 = \frac{vp^0 + VP^0}{v+V} \quad (8)$$

čo plynie tiež z podmienky (6).

Ak však $S \neq 0$, t. j. ak ionizačný manometer sa vyznačuje určitou čerpacou rýchlosťou, potom tlak P v nádobe 1 bude v ľubovoľnom časovom okamihu t menší ako bez čerpania. Tento pokles tlaku P možno vyjadriť pomocou rovnice (2), a to ako pokles počiatkového tlaku P^0 len v dôsledku čerpania ionizačného manometra. Ak dosadíme za P^0 do rovnice (7) P' dané rovnicou (2) a označíme tlak p v nádobe 2 v prípade čerpania p' , dostaneme

$$p' = \frac{V}{v+V} p^0 e^{-c\left(\frac{1}{v} + \frac{1}{V}\right)t} + \frac{v}{v+V} p^0 + \frac{V}{v+V} P^0 e^{-\frac{S}{V}t} \left[1 - e^{-c\left(\frac{1}{v} + \frac{1}{V}\right)t} \right] \quad (9)$$

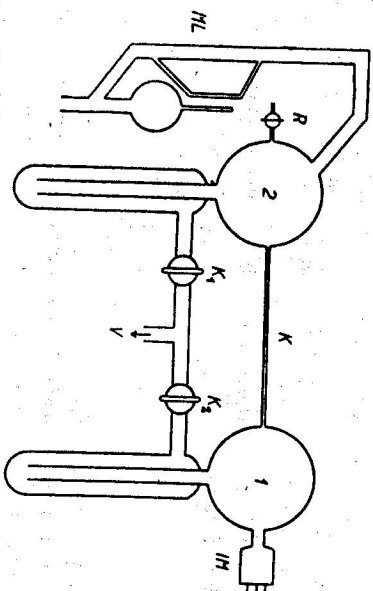
Z porovnania rovnice (7) a (9) vyplýva, že tlak p' musí byť v ľubovoľnom čase t menší ako p a tiež výsledný tlak p_0 , ktorý sa v systéme dosiahne za dostatočne dlhý čas, je menší ako tlak p_0 daný rovnicou (8) v prípade $S = 0$, pretože je

$$p'_0 = \frac{v}{v+V} p^0 < \frac{vp^0 + VP^0}{v+V} = p_0 \quad (10)$$

Treba však poznamenať, že sme v našich úvahách predpokladali konštantnú čerpaciu rýchlosť S ionizačného manometra v intervale tlakov, v ktorom robíme kalibračiu ionizačného manometra. Tento predpoklad nie je v žiadnom prípade splnený, a to jednak preto, že S je funkciou tlaku a jednak že závisí od stupňa odplynenia elektród a stien banky ionizačného manometra. Z tohto dôvodu závislosť čerpacej rýchlosti v uvažovanom tlakovom intervale nebude rovnaká. V prípade viac kalibrácií ani pre ten istý ionizačný manometer, práve v dôsledku rôzneho stupňa odplynenia, poprípade nasýtenia elektród a stien banky ionizačného manometra.

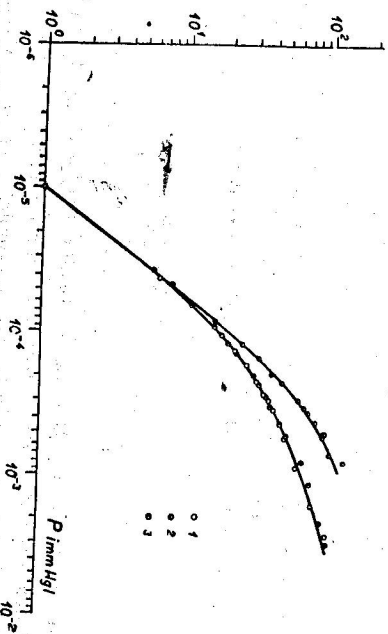
3. Porovnanie experimentálnych výsledkov

Mierku ionizačného manometra sme kalibrovali metódou kapiláry, t. j. v usporiadaní podľa obr. 1, pričom prirastok tlaku P sme určovali podľa rovnice (1). Kalibračné krivky ionizačného manometra pre vzduch metódou



Obr. 1. Schéma vakuového zariadenia pre kalibráciu ionizačného manometra metódou kapiláry.

kapiláry sú na obr. 2. Z obrázku vidieť, že z experimentálne získaných bodov v tlakovom intervale 10^{-5} – 10^{-4} mm Hg veľmi ľahko určíš sklon priamkovej časti kalibračnej krivky, pretože pri použití kapiláry získané

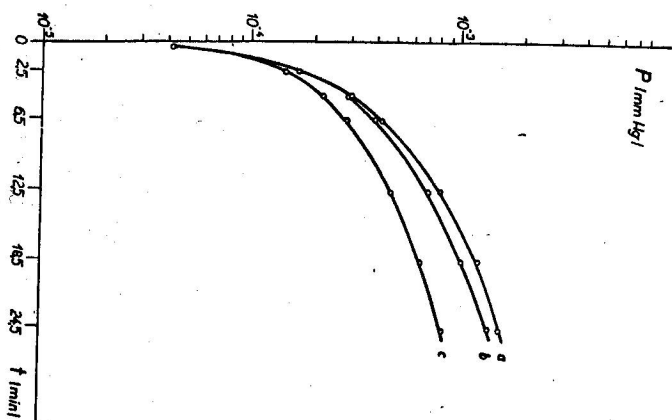


Obr. 2. Kalibračné krivky ionizačného manometra získané metódou kapiláry pre vzduch: 1 — prvé meranie, 2 — druhé meranie, 3 — tretie meranie.

experimentálne body sú redšie v oblasti nízkych tlakov a začínajú sa zhrusťovať len pri vyšších tlakoch. Počet experimentálnych bodov kalibračnej krivky v intervale nízkych tlakov je obmedzený Mac Leodovým manometrom. Tlak v nádobe 1 s ionizačným manometrom stúpne na tlak 10^{-4} mm Hg za pomerne

krátky čas, za ktorý nemožno urobiť Mac Leodovým manometrom viac ako 3–4 merania tlaku p v nádobe 2. A tak ani metóda kapiláry nedáva možnosť získať dostatočný počet experimentálnych bodov, z ktorých by bolo možné presne určiť sklon priamkovej závislosti. Okrem toho rôzne experimentálne kalibračné krivky pre rôzne merania získané metódou kapiláry pre ten istý ionizačný manometer potvrdzujú naše tvrdenie o neupotreďiteľnosti metódy kapiláry ku kalibrácii ionizačného manometra.

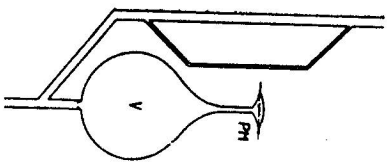
Ak vynesieme experimentálne body kalibračnej krivky ionizačného manometra pre vzduch v závislosti od času t , môžeme túto závislosť porovnať so závislosťou určenou na základe rovnice (7) pre prípad, že ionizačný manometer nečerpá a so závislosťou určenou na základe rovnice (9) pre prípad, že ionizačný manometer čerpá. Hodnoty tlakov P a P' pre rôzne časy sme počítali z rovnice (1) dosadením za p a p' vypočítaných z (7), respektíve (9) pre odpovedajúce časy.



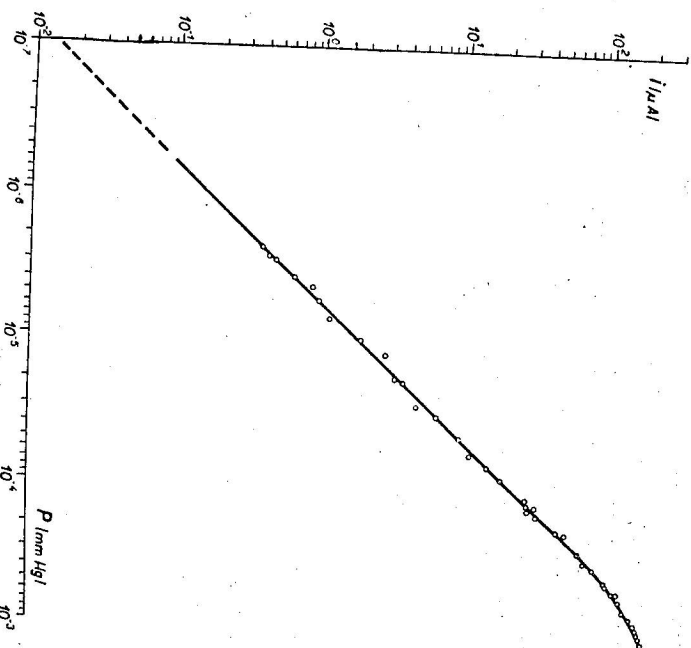
Obr. 3. Závislosť tlaku P v ionizačnom manometri od času t : a — teoretická krivka pre $S = 0$, b — experimentálna krivka, c — teoretická krivka pre $S = 2 \cdot 10^{-2}$ l/s.

Abý bolo možné porovnať tieto teoretické závislosti s experimentálnou, volili sme počiatočné hodnoty tlakov P^0 a p^0 , vystupujúce v (7) a (9) také isté ako pri experimentálnej závislosti. Tieto závislosti pre vzduch pri $P^0 = 10^{-5}$ mm Hg a $p^0 = 2,1 \cdot 10^{-2}$ mm Hg sú na obr. 3. Krivka a je teoretická

závislosť tlaku P od času pre $S = 0$, krivka b je experimentálna závislosť tlaku P od času a krivka c je teoretická závislosť tlaku P od času pre $S = 2 \cdot 10^{-2}$ l/s. Z obrázku vidieť, že experimentálne určený tlak P v ionizačnom manometri je v každom časovom okamihu nižší, v krajnom prípade



Obr. 4. Kombinovaný Mac Leodov manometer s Piraním manometrom.



Obr. 5. Kalibračná krivka ionizačného manometra pre vzduch získaná pomocou kombinovaného Mac Leodovho manometra s Piraním manometrom.

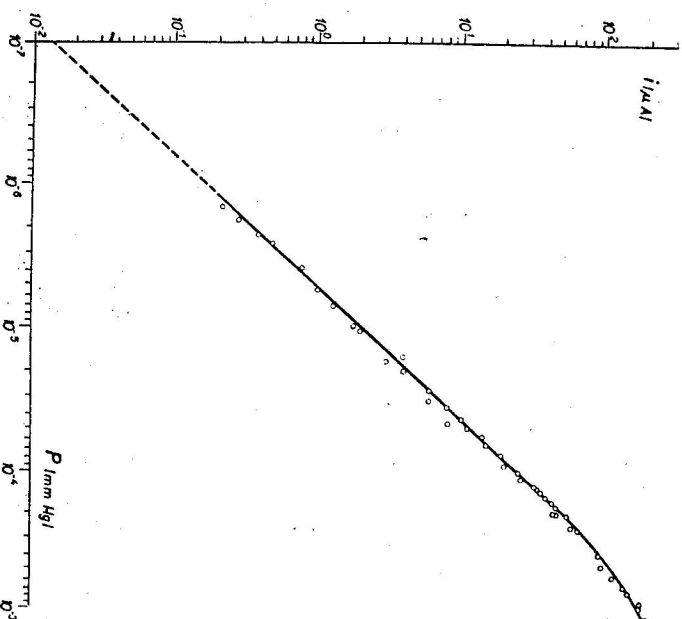
rovný (na počiatku kalibrácie) tlaku P , ktorý odpovedá prípadu, keď ionizačný manometer nečerpá. V našom prípade bola čerpania rýchlosť ionizačného manometra menšia ako $2 \cdot 10^{-2}$ l/s, pretože experimentálna závislosť leží medzi krivkou a a krivkou c .

Nesúlad experimentálnej krivky b s krivkou a potvrdzuje naše tvrdenie, že metóda kapiláry sa nehodí na kalibráciu ionizačného manometra, a to nielen preto, že podstatne nerozširuje tlakový interval pre kalibráciu, ale hlavne v dôsledku čerpacej činnosti ionizačného manometra, ktorá vedie k nesprávnym hodnotám a tak kalibračná krivka ionizačného manometra získaná metódou kapiláry nie je reprodukovateľná, čo vidieť priamo z obr. 2, kde sú uvedené kalibračné krivky ionizačného manometra pre vzduch.

Pre kalibráciu ionizačného manometra ostáva teda najvhodnejšou metódou

kalibrácie priame porovnávanie údajov ionizačného manometra s tlakmi určenými Mac Leodovým manometrom. Nevýhoda tejto metódy, spočívajúca v nepresnom meraní tlakov pod 10^{-5} mm Hg, sa dá odstrániť vhodnou kombináciou Mac Leodovho manometra s Piraním alebo termočlánkovým manometrom.

Kombinovaný Mac Leodov manometer je na obr. 4. Je to vlastne obyčajný Mac Leodov manometer, ktorý však na konci zatavenej kapiláry má Piraním manometer. Najvýhodnejší sa javí Piraním manometer s termistorom [9, 10], pretože pri jeho použití možno podstatne zmenšiť objem, v ktorom je zatavený a tak rozšíriť interval merania tlakov Mac Leodovým manometrom.

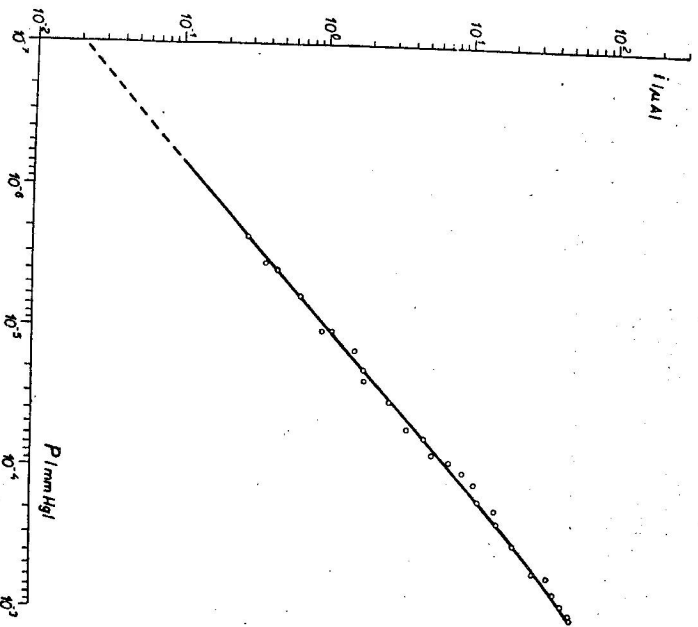


Obr. 6. Kalibračná krivka ionizačného manometra pre hélium získaná pomocou kombinovaného Mac Leodovho manometra s Piraním manometrom.

Ak objem Mac Leodovho manometra je V a tlak vo vakuovom systéme P , potom po stlačení objemu V' na nejaký konštantný objem ϑ' v konci zatavenej kapiláry stúpne tlak na p , ktorý možno určiť alebo z rozdielu hladín ortuťi, alebo pomocou Piraním manometra. Tlak P je určený vzťahom

$$P = \frac{\vartheta'}{V} p. \quad (11)$$

Z tohto vzťahu vyplýva, že takýmto kombinovaným Mac Leodovým manometrom možno merať tlaky 10^{-7} mm Hg s dostatočnou presnosťou, pretože celkom ľahko možno zhotoviť Mac Leodov manometer s kompresným pomerom 10^{-4} . V prípade nami použitého kombinovaného Mac Leodovho manometra bol kompresný pomer 5. 10^{-4} .



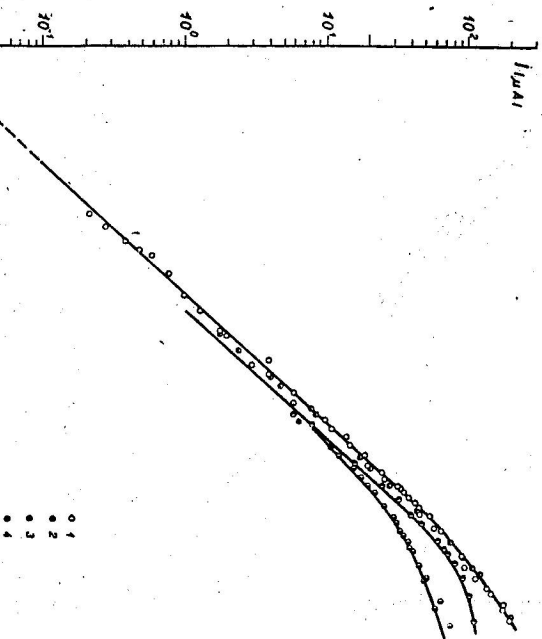
Obr. 7. Kalibračná krivka ionizačného manometra pre argón získaná pomocou kombinovaného Mac Leodovho manometra s Piranho manometrom.

Kalibráciu ionizačného manometra sme urobili aj pomocou kombinovaného Mac Leodovho manometra s Piranho manometrom. Kalibračná krivka pre vzduch je na obr. 5, pre hélium na obr. 6 a pre argón na obr. 7. Z obrázkov vidieť, že priamou metódou kalibrácie kombinovaným Mac Leodovým manometrom sa dá získať dostatočný počet experimentálnych bodov pod 10^{-4} mm Hg a tak možno určiť sklon priamkovej časti kalibračnej krivky s dostatočnou presnosťou.

Za účelom porovnania kalibračných kriviek ionizačného manometra získaných rôznymi spôsobmi sú uvedené na obr. 8 kalibračné krivky pre vzduch a na obr. 9 kalibračné krivky pre argón. Z oboch obrázkov vidieť, že experimentálne body získané priamou metódou pomocou obýčajného alebo kombi-

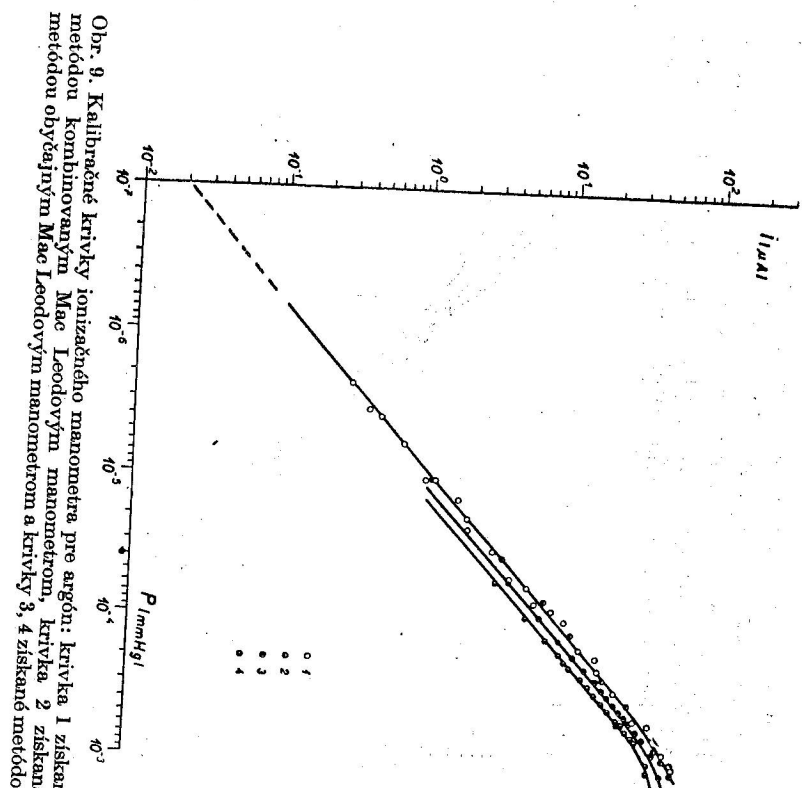
novaného Mac Leodovho manometra ležia na tejže kalibračnej krivke, zatiaľ čo experimentálne body získané metódou kapilárny neležia.

Kalibračné krivky získané metódou kapilárny závisia od veľkosti čerpacej rýchlosti ionizačného manometra. Táto závislosť je však veľmi složitá a okrem toho čerpacia rýchlosť ionizačného manometra závisí od počiatkových podmie-



Obr. 8. Kalibračné krivky ionizačného manometra pre vzduch: krivka 1 získaná priamou metódou kombinovaným Mac Leodovým manometrom, krivka 2 získaná priamou metódou obýčajným Mac Leodovým manometrom a krivky 3, 4 získané metódou kapilárny.

nok, ktoré nemôžeme pri opakovaných meraniach dodržať rovnaké. Toto však vedie k nereprodukovateľnosti údajov ionizačného manometra, čo vidieť aj z obr. 2, 8 a 9.



Обр. 9. Калибражне кривке ионизацног манометра пре аргон: кривка 1 зискана припометоду комбинацијом Мас Леодовуи манометром, кривка 2 зискана припометоду обичајним Мас Леодовуи манометром а кривке 3, 4 зискане методом капилара.

LITERATURA

- [1] Riddiford L., J. Sci. Instr. 28, (1951), 375.
- [2] Engel A., Vacuum 1, (1951), 257.
- [3] Zobač L., *Zaklady vakuumové techniky*, Praha 1954.
- [4] Simon H., Exper. Techn. d. Phys. 4, (1956), 8.
- [5] Alpert D., J. Appl. Phys. 24, (1953), 860.
- [6] Young J. R., J. Appl. Phys. 27, (1956), 926.
- [7] Bloomer R. N., Haine M. E., Vacuum 3, (1953), 128.
- [8] Varnerin L. J., Carmichael J. H., J. Appl. Phys. 26, (1955), 782.
- [9] Bradley R. S., J. Sci. Instr. 31, (1954), 129.
- [10] Laporte H., *Vakuummessungen*, Berlin 1955.

Došlo 11. 7. 1958.

Katedra fiziky Univerzity Komenského
v Bratislave

ЗАМЕЧАНИЕ К ГРАДУИРОВКЕ ИОНИЗАЦИОННОГО МАНОМЕТРА

МАРИЯ АДЛЕРОВА и ШТЕФАН ВЕИС

Выводы

В этой статье критически исследованы методы градуировки ионизационного манометра и показывается, что метод градуировки ионизационного манометра методом капилара непригоден в случае откачки (электрического полупроводника газа) ионизационного манометра. Далее приводится, что для градуировки ионизационного манометра можно очень выгодно употребить комбинационный манометр Мак-Леода с манометром сопротивления (Пирани) или термодинамическим манометром, который находится в верхней части запаянного капиллара.

NOTE ON THE CALIBRATION OF AN IONIZATION GAUGE

MARIA ADLEVOVA and STEFAN VEIS

Summary

In this paper calibration methods of an ionization gauge are critically investigated and it is shown, that the calibration method of the ionization gauge with capillary is useless in the case of pumping (electrical cleaup of gases) of the ionization gauge. Further it is shown, that, for the calibration of the ionization gauge, a combined Mac-Leod gauge with Pirani gauge or thermocouple gauge placed on the end of enclosed capillary may be advantageously used.