

Matematicko-fyzikálny časopis

Mária Adlerová; Štefan Veis
Poznámka ku kalibrácii ionizačného manometra

Matematicko-fyzikálny časopis, Vol. 10 (1960), No. 1, 30--41

Persistent URL: <http://dml.cz/dmlcz/126927>

Terms of use:

© Mathematical Institute of the Slovak Academy of Sciences, 1960

Institute of Mathematics of the Academy of Sciences of the Czech Republic provides access to digitized documents strictly for personal use. Each copy of any part of this document must contain these *Terms of use*.



This paper has been digitized, optimized for electronic delivery and stamped with digital signature within the project *DML-CZ: The Czech Digital Mathematics Library* <http://project.dml.cz>

POZNÁMKA KU KALIBRÁCII IONIZAČNÉHO MANOMETRA

MÁRIA 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 sa v práci uvádza, že na kalibráciu ionizačného manometra možno veľmi výhodne použiť kombinovaný Mac Leodov manometer s Piraniho alebo termočlánkovým manometrom, umiesteným 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 okalibrovať pre každý plyn zvlášť.

Ionizačný manometer kalibrujeme porovnávaním jeho údajov s tlakmi určenými Mac Leodovým kompresným manometrom. Presnosť merania tlakov Mac Leodovým manometrom sa znižuje s klesajúcim tlakom. Pod 10^{-5} mm Hg je už veľmi malá, a preto kalibrovať ionizačný manometer pod túto hranicu tlakov priamym porovnávaním jeho údajov s tlakmi určenými Mac Leodovým 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 odchýlky od lineárnej závislosti $\log i$ od $\log P$ pri konštantnom elektrónovom prúde [1], kde i je prúd kladných iónov a P tlak, vidíme, že pre určenie sklonu lineárnej závislosti $\log i$ od $\log P$ ostávajú k dispozícii len experimentálne body tejto závislosti v intervale tlakov od 10^{-4} — 10^{-5} mm Hg. Na základe takéhoto úzkeho tlakového intervalu nemožno určiť sklon priamkovej časti tejto závislosti s dostatočnou presnosťou. Pochopiteľne aj predĺženie lineárnej závislosti $\log i$ od $\log P$ smerom k nižším tlakom nemôže byť potom dostatočne presné.

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

10^{-2} — 10^{-3} mm Hg, kde možno určiť tlak Mac Leodovým 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 Mac Leodovým 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 okalibrovať a na nádobu 2 kompresný Mac Leodov manometer s napúšťacím ventilom pre plyn R . Obe nádoby možno vyčerpať cez vymrzávačky a vákuové kohúty K_1 a K_2 vysokovákuovou vývevou.

Pri kalibrácii najprv obe nádoby vyčerpáme s použitím vymrzávačiek na najnižší dosiahnuteľný tlak a ionizačný manometer s nádobou 1 dobre odplyníme. Potom uzavrieme vákuové kohúty K_1 a K_2 a do nádoby 2 napustíme cez napúšťací ventil R plyn, pre ktorý chceme okalibrovať 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 činnosťou [5, 6, 7, 8]. Situácia je o to komplikovanejšia, že tlak P sa mení, v dôsledku čoho sa časom budú meniť aj čerpacie vlastnosti ionizačného manometra.

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

Predpokladajme, že čerpacia rýchlosť ionizačného manometra S v uvažovanom tlakovom intervale je konštantná. Tento predpoklad nie je síce v ionizačnom manometri splnený, ale dovoľí nám ukázať, že čerpacie 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 za jednotku času cez kapiláru. Pretože objem v je uzavrený, bude tlak p klesať s časom rýchlejšie v prípade čerpania ionizačného manometra ako bez čerpania. Z uvedeného je zrejmé, 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

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

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

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

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

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

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

Predpokladajme 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

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

kde p° je tlak v čase $t = 0$ v nádobe 2, P° 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° , P° , p , P spĺňať podmienku

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

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

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

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

$$p_c = P_c = \frac{vp^\circ + VP^\circ}{v+V}, \quad (8)$$

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 počiatočného tlaku P° len v dôsledku čerpania ionizačného manometra. Ak dosadíme za P° do rovnice (7) P' dané rovnicou (2) a označíme tlak p v nádobe 2 v prípade čerpania p' , dostaneme

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

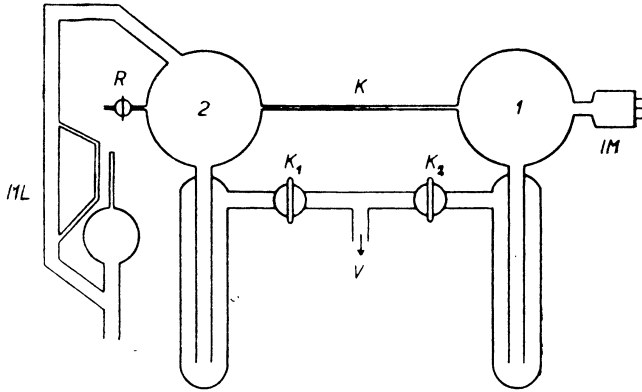
Z porovnania rovníc (7) a (9) vyplýva, že tlak p' musí byť v ľubovoľnom čase t menší ako p a tiež výsledný tlak p'_c , ktorý sa v systéme dosiahne za dostatočne dlhý čas, je menší ako tlak p_c daný rovnicou (8) v prípade $S = 0$, pretože je

$$p'_c = \frac{v}{v+V} p^\circ < \frac{vp^\circ + VP^\circ}{v+V} = p_c. \quad (10)$$

Treba však poznamenať, že sme v našich úvahách predpokladali konštantnú čerpaciu rýchlosť S ionizačného manometra v intervale tlakov, v ktorom robíme kalibráciu 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 kalibrácii ani pre ten istý ionizačný manometer, práve v dôsledku rôzneho stupňa odplynenia, poprípade nasýtenia elektród a stien banky ionizačného manometra.

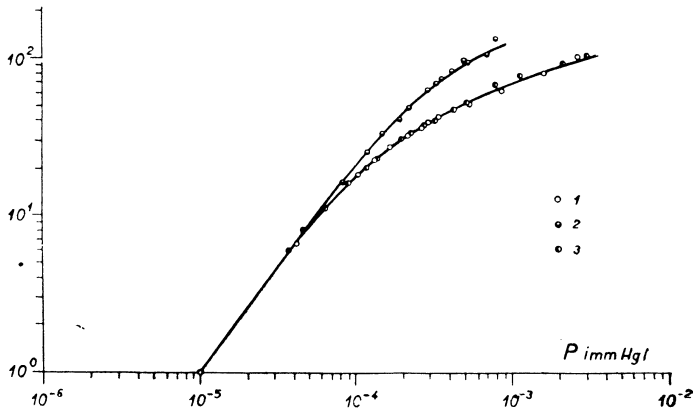
3. Porovnanie experimentálnych výsledkov

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



Obr. 1. Schéma vákuového 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 ťažko určiť sklon priamkovej časti kalibračnej krivky, pretože pri použití kapiláry získané

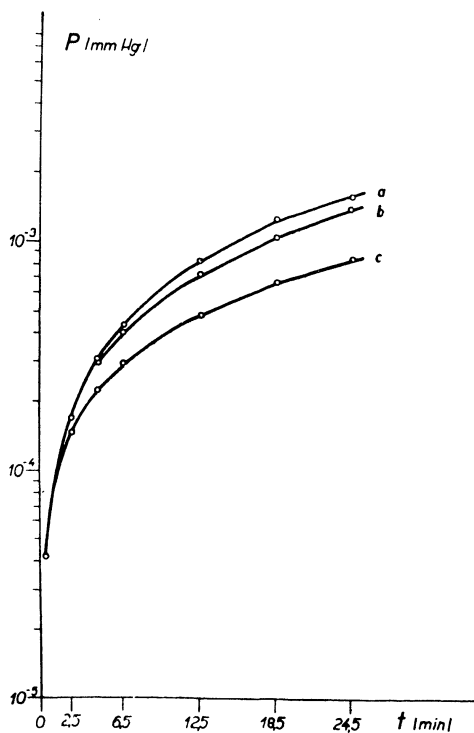


Obr. 2. Kalibračné krivky ionizačného manometra získané metódou kapiláry pre vzduch: 1 – prvé meranie, 2 – druhé meranie, 3 – tretie meranie.

experimentálne body sú redšie v oblasti nízkych tlakov a začínajú sa zhusťovať len pri vyšších tlakoch. Počet experimentálnych bodov kalibračnej krivky v intervale nízkych tlakov je obmedzený MacLeodovým 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 nepoužitelnosti metódy kapiláry ku kalibrácii ionizačného manometra.

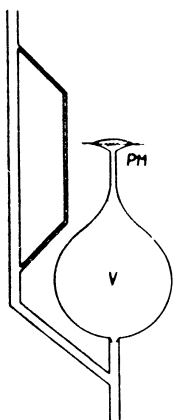
Ak vynesieme experimentálne body kalibračnej krivky ionizačného manometra pre vzduch v závislosti od času t , môžeme túto závislosť porovnať so závislosťou určenou na základe rovnice (7) pre prípad, že ionizačný manometer nečerpá a so závislosťou určenou na základe rovnice (9) pre prípad, že ionizačný 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.



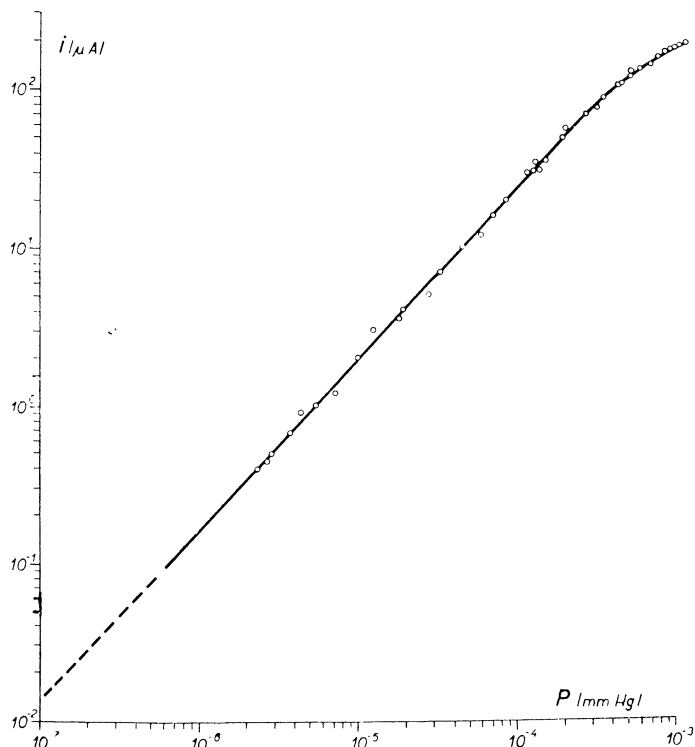
Obr. 3. Závislosť tlaku P v ionizačnom manometri od času t : a – teoretická krivka pre $S = 0$, b – experimentálna krivka, c – teoretická krivka pre $S = 2 \cdot 10^{-2}$ l/s.

Aby 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 Piraninim manometrom.



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

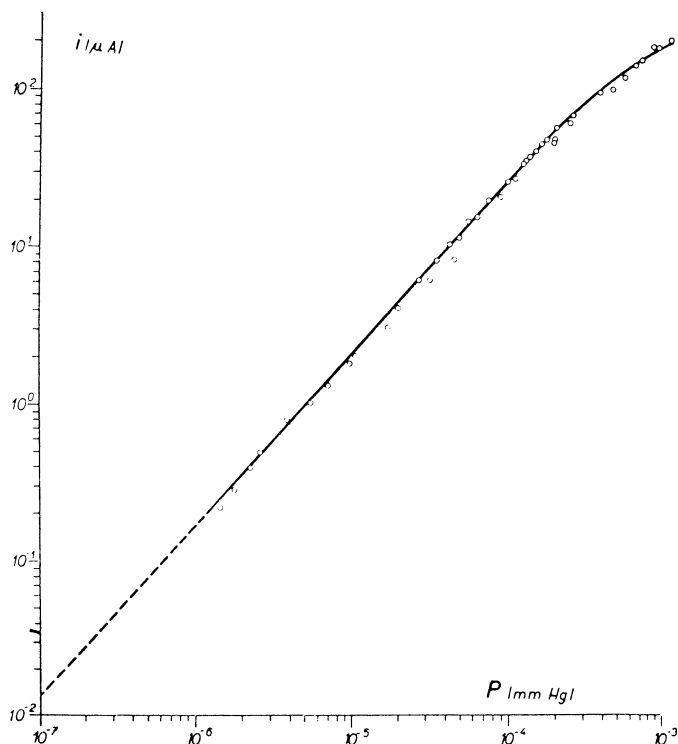
rovný (na počiatku kalibrácie) tlaku P , ktorý odpovedá prípadu, keď ionizačný manometer nečerpá. V našom prípade bola čerpacia rýchlosť ionizačného manometra menšia ako $2 \cdot 10^{-2}$ l/s, pretože experimentálna závislosť leží medzi krivkou a a krivkou c .

Nesúlads 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 Piraniho 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 Piraniho manometer. Najvýhodnejší sa javí Piraniho 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.

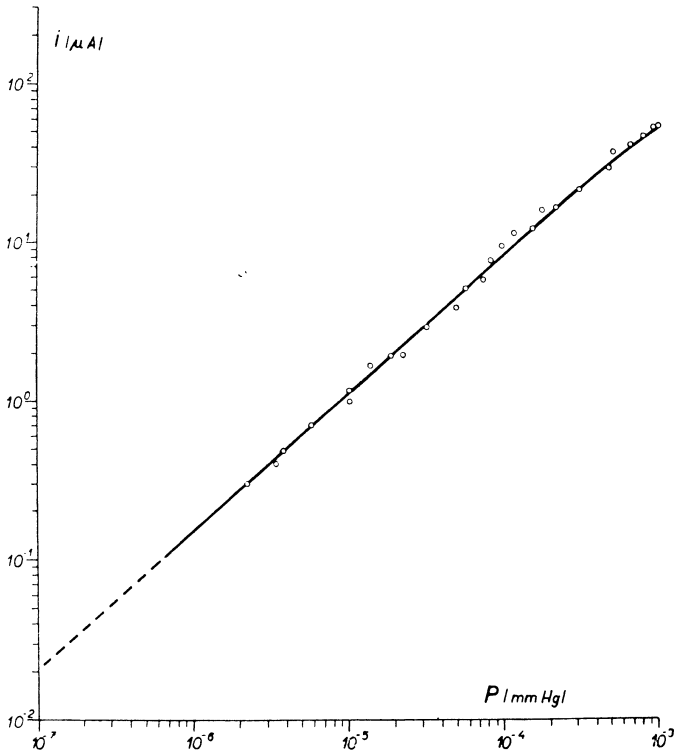


Obr. 6. Kalibračná krivka ionizačného manometra pre hélium získaná pomocou kombinovaného Mac Leodovho manometra s Piraniho manometrom.

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

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

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 $5 \cdot 10^{-4}$.



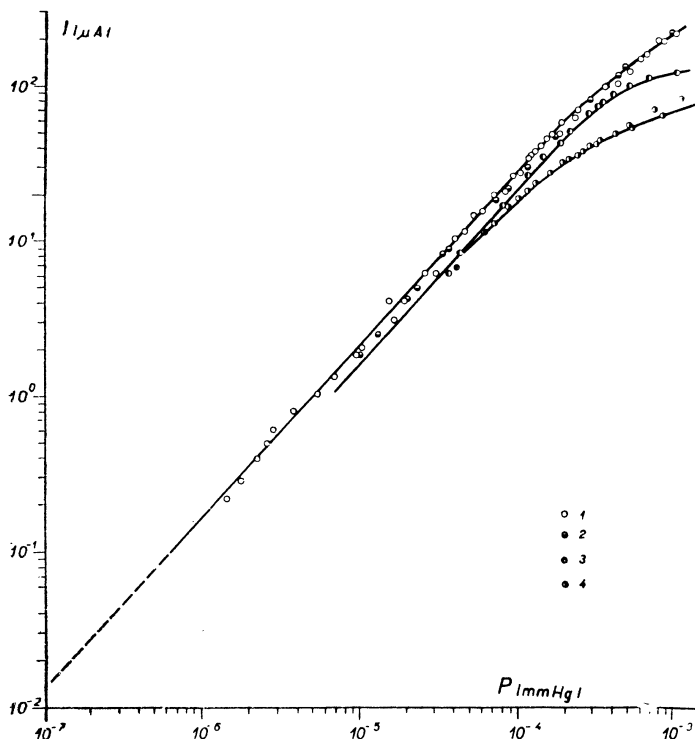
Obr. 7. Kalibračná krivka ionizačného manometra pre argón získaná pomocou kombinovaného Mac Leodovho manometra s Piraniho manometrom.

Kalibráciu ionizačného manometra sme urobili aj pomocou kombinovaného Mac Leodovho manometra s Piraniho 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 obyčajného alebo kombi-

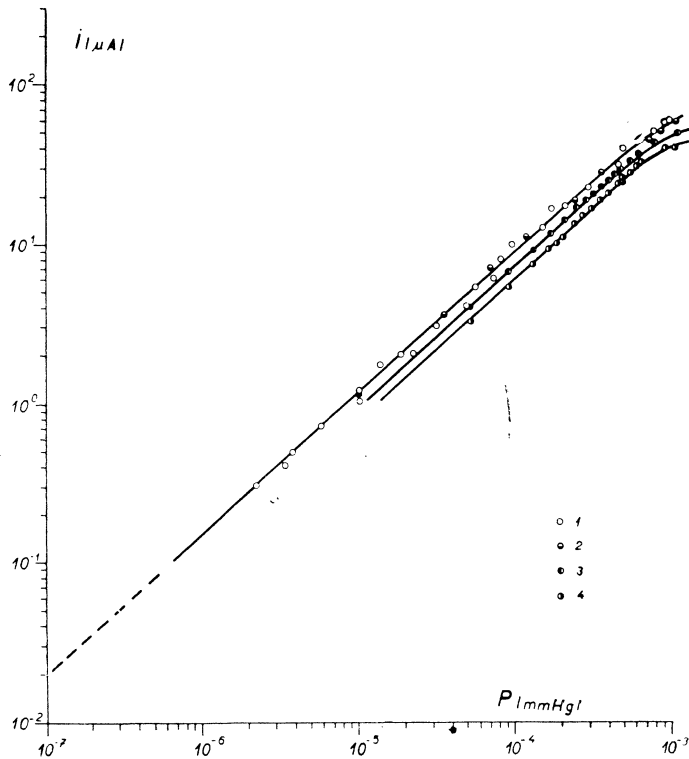
novaného Mac Leodovho manometra ležia na tejže kalibračnej krivke, zatiaľčo experimentálne body získané metódou kapiláry neležia.

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



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

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.



Obr. 9. Kalibračné krivky ionizačného manometra pre argón: krivka 1 získaná priamou metódou kombinovaným Mac Leodovým manometrom, krivka 2 získaná priamou metódou obyčajným Mac Leodovým manometrom a krivky 3, 4 získané metódou kapiláry.

LITERATÚRA

- [1] Riddiford L., J. Sci. Instr. 28, (1951), 375.
- [2] Engel A., Vacuum 1, (1951), 257.
- [3] Zobač L., *Základy vakuové 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 fyziky Univerzity Komenského
v Bratislave*

ЗАМЕЧАНИЕ К ГРАДУИРОВКЕ ИОНИЗАЦИОННОГО МАНОМЕТРА

МАРИЯ АДЛЕРОВА и ШТЕФАН ВЕЙС

Выводы

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

NOTE ON THE CALIBRATION OF AN IONIZATION GAUGE

MARIA ADLEROVÁ and ŠTEFAN 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 cleanup of gases) of the ionization gauge. Further it is shown, that, for the calibration of the ionization gauge, a combined MacLeod gauge with Pirani gauge or thermocouple gauge placed on the end of enclosed capillary may be advantageously used.