

Een systeem voor het ijken van vacuümmeters in het drukgebied van 10^{-3} - 10^{-5} torr.

A calibration system for total-pressure gauges in the range 10^{-3} - 10^{-5} torr

J.G. Bannenberg, F.W. Saris en A. Tip

FOM-Instituut voor Atoom- en Molecuulfysica,
Kruislaan 407, Amsterdam.

Abstract

A calibration system based on the continuous-flow method is described. A calibration pressure $p = Q/S$ is obtained in a test dome by introducing a constant gas flow Q into the dome and pumping with a large diffusion pump through a calibrated orifice (pumping speed S). The gas flows from a chamber at higher pressure through a leak valve. The pressure in the chamber is kept constant by means of a moving plunger, controlled by a differential membrane manometer. The value of Q is obtained from the plunger displacement over a measured time interval multiplied by the chamber pressure as measured on a U-tube manometer. The absolute accuracy is estimated to be better than 2% in the pressure range 10^{-3} - 10^{-5} torr.

INLEIDING

Het onderzoek naar de structuur van atomen en moleculen, door middel van verstrooiingsexperimenten, vormt het centrale thema in ons Instituut. Veelvuldig wordt gebruik gemaakt van bundeltechnieken, waarbij een bundel deeltjes geschoten wordt op een gasvormig doelwit, met een dichtheid van 10^{13} - 10^{11} atomen/cm³. Van daar dat een nauwkeurige kennis van de druk in het gebied van 10^{-3} - 10^{-5} torr een eerste vereiste is voor het meten van absolute werkzame doorsneden. Daarom is er een apparaat geconstrueerd voor het ijken van vacuümmeters met een nauwkeurigheid van 2% (1). De dynamische ijkmethode is gekozen.

DYNAMISCHE METHODE

Een vat, waarop de te ijken manometer is aangesloten, is via een klein diafragma verbonden met een pomp met grote pompsnelheid. Door het oppervlak van de opening nauwkeurig op te meten kan men het geleidingsvermogen C bepalen. Anderzijds wordt er voor gezorgd, dat er een nauwkeurig bekende gasstroom Q het vat instroomt. Er stelt zich dan een druk in het vat in, die gegeven wordt door $p = Q/S$. Door Q te variëren kan men p eveneens veranderen en zo is het mogelijk nauwkeurige ijkingen te verrichten (2, 3, 4, 5, 6).

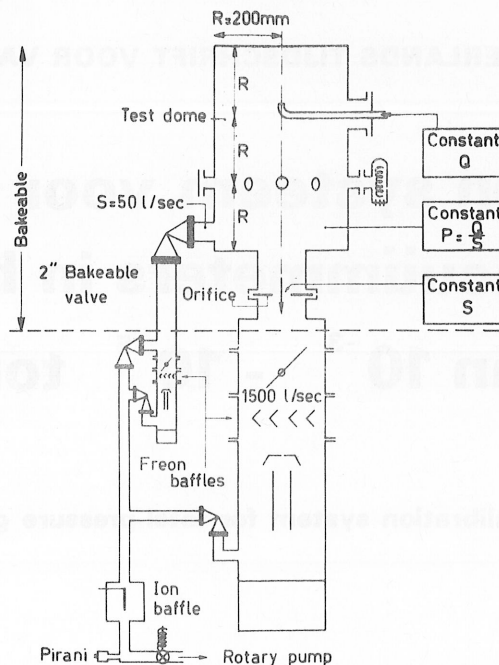
* Voordracht gehouden op de Algemene ledenvergadering van de NEVAC te Amsterdam op 28-3-'69.

VACUUMSYSTEEM (figuur 1 en 2)

Een constante pompsnelheid S wordt verkregen door een grote oliediffusiepomp (Edwards F 1203), die pompt door een verwisselbare pompweerstand. De pompsnelheid boven de freon gekoelde baffle, is ongeveer 1500 l/s. De pompweerstand bestaat uit een vlakke roestvrijstalen schijf, waarin centraal een ronde opening met zeer dunne rand ($< 0,1$ mm) is aangebracht. Het geleidingsvermogen is 5,85 of 52,65 l/s voor Ar bij 25°C . Om het leegpompen van het systeem te versnellen is een tweede oliediffusiepomp (Edwards F 403) verbonden met de testruimte via een 2" uitstootbare klep (Vacuum Generators). Alle onderdelen boven de vlinderkleppen zijn voorzien van metaalafdichtingen en bevinden zich in een oven, die gethermosteert is. De einddruk van het systeem is $8 \cdot 10^{-8}$ torr.

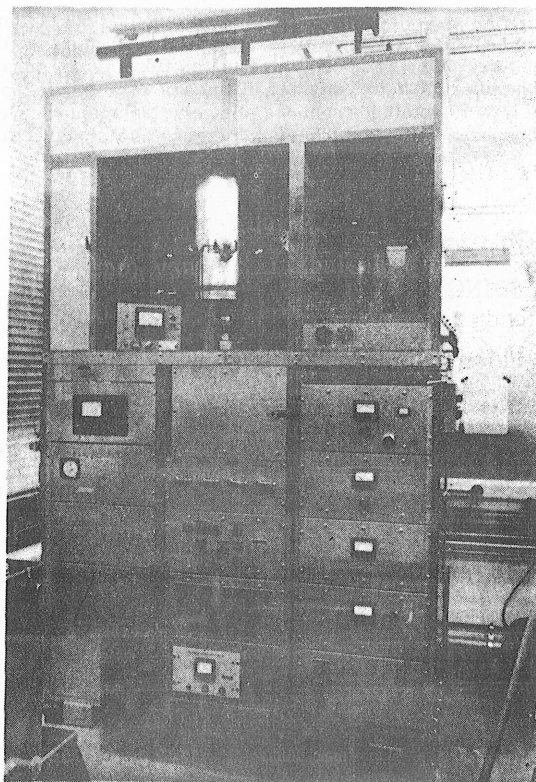
GASINLAAT-SYSTEEM (figuur 3 en 4)

Dit systeem bestaat uit een contr lekamer $V_2 \approx 100 \text{ cm}^3$, waaraan een differenti le membraanmanometer (Ateliers de Construction de Bagnoux, H 5112) is verbonden. Het manometersignaal stuurt een motor die via een versnellingsbak een cilindervormige staaf (plunjer) aandrijft, waarmee het volume V_2 verkleind of vergroot kan worden. Het systeem kan ge vacueerd worden met een kleine oliediffusiepomp, de restgasdruk wordt gemeten met een Penning ionisatievacu mmeter. V_1 en V_3 zijn buffervaten. Voor de werkelijke ijking worden de kranen 7 en 5 gesloten terwijl alle andere kranen geopend zijn. Het gas, waarvoor de drukmeter in de testruimte geijkt moet worden, wordt nu via rediverventiel 6 ingelaten tot de gewenste druk in het gasinlaatsysteem is bereikt. Deze druk, naar keuze tussen 10 en 760 torr, afhankelijk van het drukgebied waarin men wil ijken, wordt afgelezen met een U-buismanometer en een cathetometer. Daarna worden de kleppen 1, 2,



Figuur 1.

Systeem voor het ijken van vacu mmeters. De druk in de testruimte wordt berekend uit de gasstroom en de pompsnelheid.

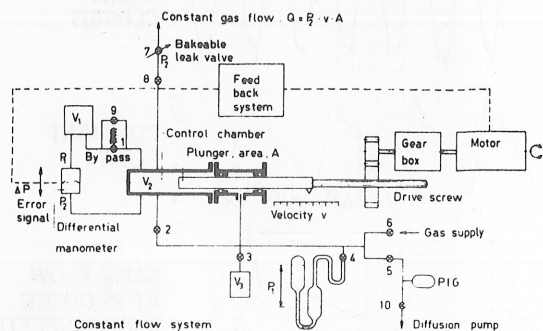


Figuur 2.

Het systeem van fig. 1 zoals het in werkelijkheid er uit ziet.

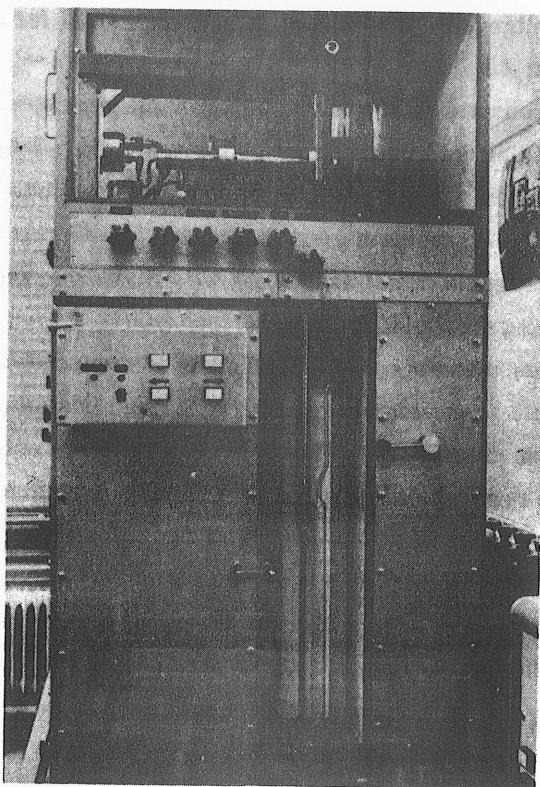
3,9 gesloten, 7 geopend en de motorbesturing gestart. De druk in de contrôlekamer V_2 zal zakken als gevolg van het wegstromen van het gas naar de testruimte. Deze drukverlaging wordt gemeten door de differentiële manometer, die via een elektronisch terugkoppelsysteem de motor opdracht geeft om de cilindervormige staaf in het volume V_2 te schuiven. Door de volumeverkleining van V_2 wordt de druk in deze kamer dus weer verhoogd totdat de differentiële manometer het sein geeft dat de druk te hoog is geworden en de staaf weer iets wordt teruggetrokken. In fig. 5 is het drukverschil als functie van de tijd in de differentiële manometer gedemonstreerd tijdens drie stadia van het experiment. Als het systeem lekdicht is zal de plunjer heen en weer bewegen om een vast punt, wanneer het naaldventiel 7 gesloten is. Wordt dit ventiel geopend, dan zal de zuiger in een heen-en-weer gaande beweging langzaam naar binnen bewegen. De drukvariaties ten gevolge van deze oscillerende beweging zijn $< 10^{-3}\%$ zowel in het gasinlaatsysteem als in de testruimte. Het ritme van de plunjerbeweging is afhankelijk van de snelheid van de motor. De staaf is afgedicht door twee O-ringen. Het volume tussen de O-ringen is verbonden met V_3 (2000 cm^3), dat op dezelfde druk is gebracht als het gasinlaatsysteem. Zo is het drukverschil over de binnenste O-ring nihil, terwijl een lek via de tweede O-ring niet kan leiden tot een groot drukverschil over de eerste.

De gasstroom die op bovenbeschreven wijze in de testruimte stroomt, is dus constant en wordt gegeven door $Q = P \cdot A \cdot v$, waarin P de druk is gemeten met de U-buis-manometer en een cathetometer, A is het oppervlak van de doorsnede van de cilindervormige staaf ($2,84 \text{ cm}^2$ of $0,29 \text{ cm}^2$), terwijl v wordt bepaald door de verplaatsing l ($\approx 100 \text{ mm}$) van de staaf gedurende een tijd t ($> 600 \text{ sec}$) te meten. De drukmeting is aldus herleid tot lengte- en tijdmeting.



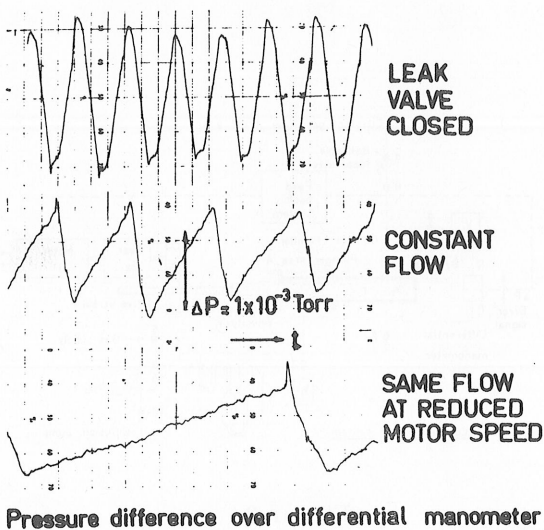
Figuur 3.

Het gasinlaatsysteem. De gasstroom naar de testruimte wordt berekend uit de verplaatsing van de plunjer en de druk P_1 .



Figuur 4.

Het gasinlaatsysteem.



Pressure difference over differential manometer

Figuur 5.

Het drukverschil over de differentiële membraan-manometer, terwijl:
 -het naaldventiel gesloten is;
 -een constante gasstroom naar de testruimte stroomt;
 -dezelfde constante gasstroom bij gereduceerde snelheid van de motor naar de testruimte stroomt.

FOUTENDISCUSSIE

De nauwkeurigheid waarmee de ijking kan worden uitgevoerd is afhankelijk van een aantal factoren:

- Adsorptie en desorptie van gas zal geen aanleiding geven tot ernstige fouten. Dit is te danken aan de gekozen dynamische methode. Als het systeem goed is ontgast, is de restgasdruk vrijwel konstant en de ijkdruk wordt dan gegeven door $P_{ijk} = P_{rest} + Q/S$.
- Een inhomogene verdeling van de gasdichtheid in de testruimte zal inderdaad bestaan. Een uitgebreide discussie over dit probleem is gegeven door Haefer (7). Het ijksysteem is gekonstrueerd overeenkomstig PNEUROP standaards.
- De pompsnelheid S door de opening met geleidingsvermogen C wordt gegeven door $S^{-1} = S_p^{-1} + C^{-1}$. Voor een berekening van $\Delta S/S = 6 \cdot 10^{-3}$, zie figuur 6 en 7.
- Uit de relatie $\langle Q \rangle = p_2 \cdot A \cdot l/t$ wordt berekend $\Delta \langle Q \rangle / \langle Q \rangle = 7 \cdot 10^{-3}$, zie fig. 8.

Alle fouten bij elkaar opgeteld levert $\Delta(Q/S)/(Q/S) < 13 \cdot 10^{-3}$. Dus kunnen wij concluderen dat de ijkdruk met het huidige systeem bepaald kan worden met een fout $< 2\%$.

Error in S

$$\frac{1}{S} = \frac{1}{S_p} + \frac{1}{C}$$

$$\frac{\Delta S}{S^2} = \frac{\Delta S_p}{S_p^2} + \frac{\Delta C}{C^2}$$

$$\frac{\Delta S}{S} = \frac{S}{S_p} \cdot \frac{\Delta S_p}{S_p} + \frac{S}{C} \cdot \frac{\Delta C}{C}$$

$$\frac{\Delta S}{S} = \frac{1}{30} \cdot 10^{-1} + \frac{1}{1} \cdot 2.5 \cdot 10^{-3}$$

$$\frac{\Delta S}{S} \approx 6 \cdot 10^{-3}$$

$$S_p = 1500 \text{ l sec}^{-1}$$

$$\frac{\Delta S_p}{S_p} = 10 \%$$

$$S \approx C = 50 \text{ l sec}^{-1}$$

$$\frac{\Delta C}{C} = 2.5 \cdot 10^{-3}$$

Figuur 6.

Berekening van de absolute fout in de pompsnelheid S .

Error in C

$$C \propto d^2 \sqrt{T}$$

$$\frac{\Delta C}{C} = 2 \frac{\Delta d}{d} + \frac{1}{2} \frac{\Delta T}{T}$$

$C = 50 \text{ l sec}^{-1}$	orifice: $d = 22 \text{ mm}$	$\Delta d < 0,01 \text{ mm}$	$0,9 \cdot 10^{-3}$
	$T = 300^\circ\text{K}$	$\Delta T < 1^\circ\text{K}$	$1,6 \cdot 10^{-3}$
			$\frac{\Delta C}{C} \approx 2,5 \cdot 10^{-3}$

Figuur 7.

Berekening van de absolute fout in het geleidingsvermogen C .

Error in Q

$$\langle Q \rangle = p_2 \cdot A \cdot \frac{l}{t}$$

$$\frac{\Delta \langle Q \rangle}{\langle Q \rangle} = \frac{\Delta p_2}{p_2} + \frac{\Delta A}{A} + \frac{\Delta l}{l} + \frac{\Delta t}{t}$$

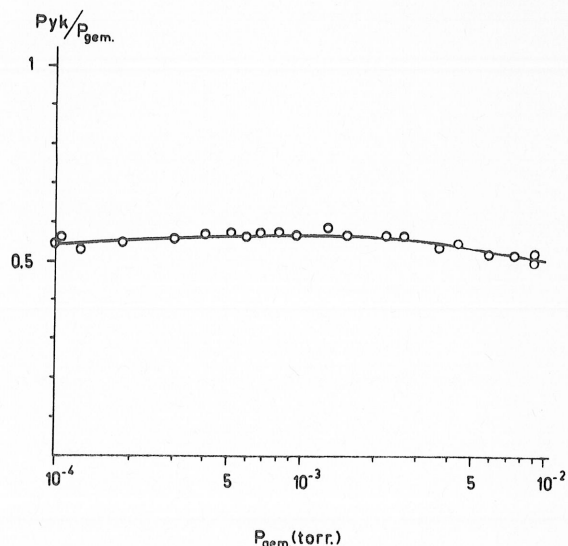
$\frac{\Delta p}{p} = \frac{\Delta h}{h} + \frac{\Delta T}{T}$	mercury: $h > 60 \text{ mm}$	$h < 10^{-1} \text{ mm}$	$1,6 \cdot 10^{-3}$
	$T = 300^\circ\text{K}$	$T < 0,5^\circ\text{K}$	$1,6 \cdot 10^{-3}$
$\frac{\Delta A}{A} = 2 \frac{\Delta \beta}{\beta}$	plunger: $\beta = 6 \text{ mm}$	$\beta = 10^{-2} \text{ mm}$	$3 \cdot 10^{-3}$
$\frac{\Delta l}{l}$	displacement: $l > 100 \text{ revol.}$	$\Delta l < 0,1 \text{ revol.}$	$1 \cdot 10^{-3}$
$\frac{\Delta t}{t}$	elapsed time: $t > 1000 \text{ sec.}$	$\Delta t < 0,1 \text{ sec}$	$0,1 \cdot 10^{-3}$
			$\frac{\Delta \langle Q \rangle}{\langle Q \rangle} \approx 7 \cdot 10^{-3}$

Figuur 8.

Berekening van de absolute fout in de constante gasstroom Q .

MEETRESULTATEN

In fig. 9 is het resultaat gegeven van een ijking van een General Electric ionisatievacuüm-meter + voeding voor argon. Op de horizontale as staat de argondruk p_{gem} die de meter aangeeft terwijl op de verticale as de ijkfactor staat. Dit is het quotiënt p_{ijk}/p_{gem} waarmee p_{gem} vermenigvuldigd moet worden om de werkelijke druk te



Figuur 9.

De ijking van een General Electric ionisatievacuüm-meter met voeding voor argon.

Om de werkelijke druk te kennen, wordt p_{ge} - meten vermenigvuldigd met de ijfactor bij die druk p_{ijk}/p_{gem} .

kennen. De ijfactor is dus voor deze G. E. -buis $\approx 0,55$. Voor een Balzers ionisatievacuüm-meter blijkt deze faktor drie maal zo groot te zijn namelijk 1,50. De ervaring leert dat deze getallen beslist niet specifiek zijn voor alle ionisatievacuüm-meters van een van beide fabrikanten. Het is misschien beter om de vacuüm-meter en de voeding apart te ijken (de laatste dus in een elektronisch laboratorium), zodat vacuüm-meters en voeding onderling verwisselbaar zijn.

Het bleek niet mogelijk om een goede calibratie

REFERENTIES

- (1) Bannenberg, J.G. en Tip, A., Proc. 4th. Int. Vac. Congr., The Institute of Physics and the Physical Society, Conference Series No. 6. (1968) 609.
- (2) Florescu, N.A., Trans. 8th. Nat. Vac. Symp., Pergamon Press (1962)504.
- (3) Roehrig, J.R. en Simons Jr., J.C., ibid., 511.
- (4) Normand, J.C.E., ibid., 534.
- (5) Jepsen, R.L. en Hayward, W.H., Trans. 9th. Nat. Vac. Symp., Pergamon Press (1963) 459.
- (6) Redhead, P.A., Hobson, J.P. en Kornelsen, E.V., The Physical Basis of Ultrahigh Vacuum, Chapman & Hall, Ltd., London (1968).
- (7) Haefler, R.H., Vakuüm-Technik 16 (1967) 149, 185, 210.
- (8) Politiek, J., Los, J. en Ikelaar, P.G., Vakuüm-Technik 17(1968) 150.

te doen met een Veeco meetkop, vanwege een instabiliteit bij een druk van $1 \cdot 10^{-4}$ torr. Deze instabiliteit schijnt veroorzaakt te worden door het zich opladen van de glazen wand van de buis, en kan verholpen worden door een koper-gaas aan te brengen langs de binnenkant van de glazen wand en dit gaas te verbinden met aarde. Een vergelijking is gemaakt tussen de ijking met het bovenbeschreven apparaat en een mcLeod bij een druk van $1 \cdot 10^{-3}$ torr. Deze mcLeod is een absolute drukstandaard met een fout $< 1\%$ bij $1 \cdot 10^{-3}$ torr (8). Een kleine ionisatievacuüm-meter van eigen fabrikaat (8) is eerst geijkt tegen de mcLeod, terwijl beide waren aangesloten aan de testruimte. Daarna is dezelfde ionisatievacuüm-meter geijkt met het kalibratie-apparaat, waarbij de mcLeod is afgesloten. De beide ijkingen verschillen slechts 1,5%, hetgeen inderdaad lager is dan de berekende absolute fout.

DANKBETUIGING

De auteurs willen Dr. P.K. Rol bedanken voor zijn bijdragen in een vroeg stadium van de ontwikkeling van het kalibratie-apparaat. De heren J. Huyboom en G. Frijlink willen wij bedanken voor het assembleren van het apparaat.

Dit onderzoek is een onderdeel van het wetenschappelijk programma van de Stichting voor Fundamenteel Onderzoek der Materie en wordt mogelijk gemaakt door financiële steun van de Nederlandse Organisatie voor Zuiver Wetenschappelijk Onderzoek.

