

EUR 4797 d

KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN

KALIBRIERUNG VON VAKUUMMESSGERÄTEN

von

H.L. ESCHBACH

1972



Gemeinsame Kernforschungsstelle
Forschungsanstalt Geel - Belgien

Zentralbüro für Kernmessungen - ZBKM

HINWEIS

Das vorliegende Dokument ist im Rahmen des Forschungsprogramms der Kommission der Europäischen Gemeinschaften ausgearbeitet worden.

Es wird darauf hingewiesen, daß die Kommission der Europäischen Gemeinschaften, ihre Vertragspartner und die in deren Namen handelnden Personen :

keine Gewähr dafür übernehmen, daß die in diesem Dokument enthaltenen Informationen richtig und vollständig sind oder daß die Verwendung der in diesem Dokument enthaltenen Informationen oder der in diesem Dokument beschriebenen technischen Anordnungen, Methoden und Verfahren nicht gegen gewerbliche Schutzrechte verstößt;

keine Haftung für die Schäden übernehmen, die infolge der Verwendung der in diesem Dokument enthaltenen Informationen oder der in diesem Dokument beschriebenen technischen Anordnungen, Methoden oder Verfahren entstehen könnten.

Dieser Bericht wird in den auf der vierten Umschlagseite genannten Vertriebsstellen

zum Preise von BF 50.—

verkauft.

**Kommission der
Europäischen Gemeinschaften
GD XIII - ZID
29, rue Aldringen
L u x e m b o u r g**

August 1972

Das vorliegende Dokument wurde an Hand des besten Abdruckes vervielfältigt, der zur Verfügung stand.

EUR 4797 d

KALIBRIERUNG VON VAKUUMMESSGERÄTEN von H.L. ESCHBACH

Kommission der Europäischen Gemeinschaften
Gemeinsame Kernforschungsstelle - Forschungsanstalt Geel (Belgien)
Zentralbüro für Kernmessungen - ZBKM
Luxemburg, August 1972 - 34 Seiten - 10 Abbildungen - BF 50,—

Die Möglichkeiten zum Kalibrieren von Vakuummessröhren und deren Nachkalibrierung haben in den letzten Jahren besondere Bedeutung erlangt. Einmal hängt die Auswertung von wissenschaftlichen Versuchsergebnissen bei niedrigen Drücken oft von einer genauen Kenntnis der Gasdichte ab (Sorptionerscheinungen, Diffusionsprozesse, heterogene Katalyse). Zum anderen sind genaue Druckmessungen auch für viele industrielle Anwendungen der Vakuumtechnik wichtig (Messung von Saugvermögen, Leitwerten, Gasabgabe).

Seit einer Reihe von Jahren bemühen sich nationale und internationale Ausschüsse (PNEUROP, ISO) darum, Vorschläge für einheitliche Verfahren für zuverlässige Druckmessungen zu erarbeiten. Zum Teil sind diese schwierige Untersuchungen abgeschlossen und internationale Normen verabschiedet; teilweise liegen erst Vorentwürfe vor.

EUR 4797 d

CALIBRATION METHODS OF VACUUM TECHNIQUE by H.L. ESCHBACH

Commission of the European Communities
Joint Nuclear Research Centre - Geel Establishment (Belgium)
Central Bureau for Nuclear Measurements - CBNM
Luxembourg, August 1972 - 34 Pages - 10 Figures - B.Fr. 50.—

The calibration of vacuum gauges and their recalibration have in recent years become more and more important. On one hand the evaluation of scientific experiments at low pressures very often depends on a precise knowledge of the actual gas density (sorption, diffusion, heterogeneous catalysis). On the other hand precise pressure measurements are for many industrial applications of vacuum technique of equal importance (determination of pumping speed, conductance, outgassing rates).

For some years national and international organisations (PNEUROP, ISO) have been collaborating to establish general rules and regulations to ensure unambiguous and reliable pressure measurements. These difficult investigations have partly led to internationally acknowledged norms; partly only preliminary proposals are available.

EUR 4797 d

CALIBRATION METHODS OF VACUUM TECHNIQUE by H.L. ESCHBACH

Commission of the European Communities
Joint Nuclear Research Centre - Geel Establishment (Belgium)
Central Bureau for Nuclear Measurements - CBNM
Luxembourg, August 1972 - 34 Pages - 10 Figures - B.Fr. 50.—

The calibration of vacuum gauges and their recalibration have in recent years become more and more important. On one hand the evaluation of scientific experiments at low pressures very often depends on a precise knowledge of the actual gas density (sorption, diffusion, heterogeneous catalysis). On the other hand precise pressure measurements are for many industrial applications of vacuum technique of equal importance (determination of pumping speed, conductance, outgassing rates).

For some years national and international organisations (PNEUROP, ISO) have been collaborating to establish general rules and regulations to ensure unambiguous and reliable pressure measurements. These difficult investigations have partly led to internationally acknowledged norms; partly only preliminary proposals are available.

EUR 4797 d

CALIBRATION METHODS OF VACUUM TECHNIQUE by H.L. ESCHBACH

Commission of the European Communities
Joint Nuclear Research Centre - Geel Establishment (Belgium)
Central Bureau for Nuclear Measurements - CBNM
Luxembourg, August 1972 - 34 Pages - 10 Figures - B.Fr. 50.—

The calibration of vacuum gauges and their recalibration have in recent years become more and more important. On one hand the evaluation of scientific experiments at low pressures very often depends on a precise knowledge of the actual gas density (sorption, diffusion, heterogeneous catalysis). On the other hand precise pressure measurements are for many industrial applications of vacuum technique of equal importance (determination of pumping speed, conductance, outgassing rates).

For some years national and international organisations (PNEUROP, ISO) have been collaborating to establish general rules and regulations to ensure unambiguous and reliable pressure measurements. These difficult investigations have partly led to internationally acknowledged norms; partly only preliminary proposals are available.

Der Seminarbeitrag soll zunächst die Problematik der genauen (absoluten) Messung physikalischer Größen allgemein erörtern und dann näher auf die besonderen Schwierigkeiten bei Druck- bzw. Gasdichtemessungen eingehen. Die Bemühungen um primäre Druckstandards für alle Druckbereiche werden besprochen. Besonders wichtig für viele praktische Anwendungen sind die Kalibrierverfahren für sekundäre Standards. Die Vor- und Nachteile der hierzu entwickelten Methoden werden diskutiert.

This contribution to the seminar will first of all give a short introduction into the problems of precise (absolute) physical measurements; it will then discuss the special difficulties encountered in the absolute measurement of gas densities. The efforts to arrive at primary standards for all pressure regions will be mentioned. Calibration methods for secondary standards are of special importance for many practical applications. Advantages and disadvantages of methods developed to this end will be discussed.

This contribution to the seminar will first of all give a short introduction into the problems of precise (absolute) physical measurements; it will then discuss the special difficulties encountered in the absolute measurement of gas densities. The efforts to arrive at primary standards for all pressure regions will be mentioned. Calibration methods for secondary standards are of special importance for many practical applications. Advantages and disadvantages of methods developed to this end will be discussed.

This contribution to the seminar will first of all give a short introduction into the problems of precise (absolute) physical measurements; it will then discuss the special difficulties encountered in the absolute measurement of gas densities. The efforts to arrive at primary standards for all pressure regions will be mentioned. Calibration methods for secondary standards are of special importance for many practical applications. Advantages and disadvantages of methods developed to this end will be discussed.

EUR 4797 d

KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN

KALIBRIERUNG VON VAKUUMMESSGERÄTEN

von

H.L. ESCHBACH

1972



Gemeinsame Kernforschungsstelle
Forschungsanstalt Geel - Belgien

Zentralbüro für Kernmessungen - ZBKM

ZUSAMMENFASSUNG

Die Möglichkeiten zum Kalibrieren von Vakuummessröhren und deren Nachkalibrierung haben in den letzten Jahren besondere Bedeutung erlangt. Einmal hängt die Auswertung von wissenschaftlichen Versuchsergebnissen bei niedrigen Drücken oft von einer genauen Kenntnis der Gasdichte ab (Sorptionserscheinungen, Diffusionsprozesse, heterogene Katalyse). Zum anderen sind genaue Druckmessungen auch für viele industrielle Anwendungen der Vakuumtechnik wichtig (Messung von Saugvermögen, Leitwerten, Gasabgabe).

Seit einer Reihe von Jahren bemühen sich nationale und internationale Ausschüsse (PNEUROP, ISO) darum, Vorschläge für einheitliche Verfahren für zuverlässige Druckmessungen zu erarbeiten. Zum Teil sind diese schwierige Untersuchungen abgeschlossen und internationale Normen verabschiedet; teilweise liegen erst Vorentwürfe vor.

Der Seminarbeitrag soll zunächst die Problematik der genauen (absoluten) Messung physikalischer Größen allgemein erörtern und dann näher auf die besonderen Schwierigkeiten bei Druck- bzw. Gasdichtemessungen eingehen. Die Bemühungen um primäre Druckstandards für alle Druckbereiche werden besprochen. Besonders wichtig für viele praktische Anwendungen sind die Kalibrierverfahren für sekundäre Standards. Die Vor- und Nachteile der hierzu entwickelten Methoden werden diskutiert.

SCHLAGWÖRTER

VACUUM	SEALS
CALIBRATION	PUMPS
INSTRUMENTS	DIFFUSION
PRESSURE GAGES	CATALYSTS
GASES	ERRORS
LEAKS	

KALIBRIERUNG VON VAKUUMMESSGERÄTEN*

H. L. ESCHBACH

Zentralbüro für Kernmessungen ZBKM

EURATOM

GEEL - BELGIEN

1. Vorbemerkungen.

Lange Zeit hat man damit genüge genommen, den Druck in Vakuumbehältern - vor allem wenn es sich um niedrige Drücke handelte - der Grössenordnung nach bestimmen zu können, und Druckmessungen, die auf einen Faktor 2 genau waren, wurden schon als gut bezeichnet. Auch heute genügen solche Druckbestimmungen noch bei vielen Anwendungen der Vakuumtechnik, und es wäre oft sowohl physikalisch als auch wirtschaftlich unvertretbar, wollte man nach höherer Genauigkeit streben. Für eine Reihe von Untersuchungen ist eine solche Situation jedoch höchst unbefriedigend, und man hat besonders in neuerer Zeit grosse Anstrengungen unternommen, um zu zuverlässigen Druckmessungen zu gelangen. Sehr genaue Druckmessungen (bzw. besser Gasdichtemessungen) werden z. B. benötigt bei der Bestimmung der verschiedenen Wirkungsquerschnitte für Stossprozesse in Gasen sowie bei der Untersuchung der Wechselwirkung von Gasen mit Festkörperoberflächen (Adsorptions-, Akkommodations- und Hafkoeffizient). Auf die Bedeutung einer genauen Kenntnis des Gasdruckes bei Saugvermögensmessungen sei hier besonders hingewiesen.

Um zu genauen Druckangaben zu gelangen, gelten in der Vakuumtechnik die gleichen Regeln, wie sie überall beim Messen absoluter Werte berücksichtigt werden müssen. Eine sorgfältige Beurteilung aller statistischen Fehler, die das Messergebnis beeinflussen können, ist ebenso sehr erforderlich, wie ein intensives Bestreben, systematische Fehler

* Zusammenfassende Darstellungen : STECKELMACHER (1967), SCHRAM (1965), LECK (1964).

zu vermeiden. Ein instruktives Beispiel dafür, dass gerade systematische Fehler oft nur schwierig zu erkennen sind und doch wesentliche Fehlmessungen verursachen können, liefert die erst seit einigen Jahren näher untersuchte Messwertverfälschung bei Messungen mit einem McLeod durch den zur vorgelegten Kühlfalle strömenden Quecksilberdampf. In der Regel kann die Abwesenheit systematischer Fehler bei absoluten Messungen mit einiger Sicherheit nur durch die Verwendung mehrerer verschiedener Messverfahren mit vergleichbarer Genauigkeit festgestellt werden.

Bezüglich der Notwendigkeit einer Kalibrierung kann man im wesentlichen zwei Arten von Vakuummetern unterscheiden. Es gibt Instrumente, bei denen der gemessene Druck aus den Gerätedimensionen und der Messwertanzeige direkt abgeleitet werden kann. Solche Systeme benötigen im Prinzip keine Druckeichung, sondern können selbst als primäre Standards (Eichnormale) dienen; man bezeichnet sie gelegentlich auch als absolute Vakuummeter. Hierzu zählen die U-Rohr-Vakuummeter, das Membran- und das Radiometervakuummeter und das Vakuummeter nach McLeod. Wie aus der Besprechung dieser Instrumente hervorgeht, ist ihr Messbereich nach niedrigen Drücken hin sehr begrenzt, und man wird daher mit ihrer Hilfe sekundäre Standards herstellen, die auch noch im Ultrahochvakuum verwendbar sind. Als sekundäre Standards werden vor allem Ionisationsvakuummeter mit heisser Kathode eingesetzt.

Zu den Vakuummetern, die kalibriert werden müssen, gehören schliesslich auch die Massenspektrometer, soweit sie zum Messen von Gasdichten verwendet werden, sowie alle Lecksucher, die eine quantitative Bestimmung der Undichtheit gestatten sollen. Bei diesen Geräten kann man ähnlich wie z.B. bei der Kalibrierung von Ionisationsvakuummetern mit heisser Kathode verfahren. Auf Besonderheiten, die beim Kalibrieren von Massenspektrometern und Lecksuchern zu beachten sind, kann im folgenden nicht näher eingegangen werden.

Es sind nun hauptsächlich drei Wege beschritten worden, um die Empfindlichkeitsfaktoren von sekundären Standards (und anderer Vakuummeter) zu ermitteln. Einmal kann man in einem geeigneten Druckbereich einen direkten Vergleich mit einem primären Standard durchführen. Dabei muss man allerdings untersuchen, wie weit eine Extrapolation der so gewonnenen Messkurve nach niedrigen Drücken hin zulässig ist. Zweitens kann man eine genau bekannte Gasmenge durch stufenweise Expansion immer weiter verdünnen und so bekannte niedrige Drücke herstellen (statische Expansionsmethode). Drittens kann man bekannte niedrige Drücke auch dadurch erzeugen, dass man eine wohldefinierte Gasmenge über eine Drosselstelle mit gut berechenbarem Leitwert in einen Rezipienten strömen lässt (dynamische Expansionsmethode, Leitwertmethode). Auf die einzelnen Kalibrierverfahren und die damit verbundenen Schwierigkeiten soll im folgenden etwas näher eingegangen werden. Dabei werden wir weitgehend die Vorschläge, die zur Zeit bei der ISO diskutiert werden, berücksichtigen.

2. Vergleich mit einem absoluten Vakuummeter.

Die Kalibrierung bei relativ hohen Drücken (einige hundert bis etwa 10^{-2} Torr) kann durch direkten Vergleich mit einem U-Rohr-Vakuummeter vorgenommen werden. Vakuumtechnisch bietet diese Methode - vor allem im oberen Druckbereich - wenig Schwierigkeiten, da Störungen durch Gasabgabe, Lecks und Strömungseffekte verhältnismässig einfach eliminiert werden können. Messtechnisch sind jedoch eine Reihe von Vorsichtsmaßnahmen zu beachten, wenn man die höchste Empfindlichkeit erzielen will.

Die verschiedenen Fehlerquellen und die erreichbaren Genauigkeiten sind für ein U-Rohr-Vakuummeter, das speziell für Eichzwecke entwickelt wurde, von THOMAS und CROSS (1967) erörtert worden. In Fig. 1 wird der Aufbau dieses Vakuummeters schema-

tisch wiedergegeben. Die Durchmesser der beiden mit Quecksilber gefüllten Schenkel des U-Rohres sind besonders gross gewählt (etwa 40 mm), um Fehler durch Änderungen der Kapillarkräfte weitgehend auszuschalten. Die Höhendifferenz der Quecksilbersäulen in den beiden Schenkeln wird mit zwei feinen Metallspitzen gemessen, die mit Hilfe von Mikrometerschrauben solange verstellt werden, bis sie die Quecksilberoberfläche soeben berühren. Dieser Kontaktpunkt ist mit einer Reproduzierbarkeit von besser als 10^{-3} mm feststellbar. Andere Fehler, die auftreten können, sind kleine Neigungen der Mikrometerachse gegen die Vertikale und Änderungen der Horizontaleinstellung des Vakuummeters zwischen einer Nullpunktbestimmung und einer Druckmessung. Weitere Fehlerquellen sind Änderung der Dichte der Füllflüssigkeit und Temperaturschwankungen.

Es wurden von THOMAS und CROSS (1967) auch U-Rohr-Vakuummeter mit Öl (DC 704) oder Wasser als Füllflüssigkeit untersucht. Hierbei wurden im Gegensatz zu der in Fig. 1 gezeigten Ausführung, die Mikrometerschrauben unter die Bodenplatte des Vakuummeters montiert, so dass die Spindel mit der Spitze von unten durch die Vakuummeterflüssigkeit gegen die Oberfläche geführt wird. Durch diesen Aufbau wird der Einfluss von Temperaturschwankungen auf die Mikrometer stark vermindert.

Eine Analyse der Fehler, die bei diesen Eichgeräten auftreten können, ist in Tabelle 1 durchgeführt.

Tabelle 1 Zusammenstellung der Fehler, die bei absoluten Druckmessungen mit U-Rohr-Vakuummetern zu berücksichtigen sind (THOMAS und CROSS 1967).

	Füllflüssigkeit		
	Ol	H ₂ O	Hg
I. Vom Messwert unabhängige Fehler	Fehler σ_k in 10^{-3} Torr		
1. Änderung der Horizontaleinstellung	0,06	0,05	0,74
2. Kapillarkräfte	0,01	0,2	0,3
3. Einstell- und Ablesefehler	0,16	0,15	2,0
4. Dichteänderung	0,32	0,15	1,5
5. Temperaturänderung der Mikrometer	<u>0,20</u>	<u>0,19</u>	<u>2,6</u>
Theoretischer Gesamtfehler $\Sigma \sigma_k^2)^{1/2}$	0,41	0,35	3,7
Beobachteter Fehler (3σ)	0,3		

II. Dem Messwert proportionale Fehler	Fehler σ_p in ‰ vom Messw.		
6. Dichtebestimmung	0,1	0,05	0,04
7. Mikrometertemperatur	0,020	0,02	0,02
=====			

Die Angaben für das ölgefüllte Vakuummeter bedeuten z.B., dass ein Druck von 1 Torr mit einer absoluten Genauigkeit von $6,7 \cdot 10^{-4}$ Torr gemessen werden kann. RUTHBERG (1969) konnte mit dem gleichen Instrument an einer speziellen Vakuumapparatur, in der durch eine Regelung der Druck mit sehr hoher Genauigkeit konstant gehalten wurde, bei 1 Torr den Fehler in der absoluten Druckangabe auf $1,8 \cdot 10^{-4}$ Torr reduzieren. Im Druckbereich zwischen 10^{-4} Torr und einigen Torr konnte RUTHBERG (1969) eine Genauigkeit von $1,2 \cdot 10^{-4}$ Torr plus 0,06 ‰ vom Messwert erzielen.

Eine andere Art U-Rohr-Vakuummeter, die gleichermassen als Eichinstrument zur genauen Bestimmung von Absolutdrücken geeignet ist, benutzt die Verschiebung von Interferenzlinien zur Messung der Höhendifferenz in den beiden Schenkeln. Eine Diskussion dieses Messverfahrens findet man bei TERRIEN (1959). PEUBE (1963, 1964 a, b) hat ein Vakuummeter beschrieben, dessen optischer Teil wie ein Fabry-Perot Interferometer angeordnet ist (Fig. 2).

AUBRY und DELBART (1965) sowie DELBART (1965) haben das Instrument weiter geprüft. Dabei war in einer Versuchsreihe das Vakuummeter im wesentlichen mit Quecksilber gefüllt, das jedoch von einer dünnen (0,3 bis 0,5 mm) Ölschicht überlagert war, in anderen Versuchen wurde

ein U-Rohr-Vakuummeter ausschliesslich mit Ölfüllung verwendet. Die Verschiebung um eine Interferenzstreifenbreite entspricht bei der quecksilbergefüllten Ausführung einem absoluten Druckunterschied über den beiden Flüssigkeitssäulen von $2.43 \cdot 10^{-4}$ Torr und bei vollständiger Ölfüllung $1.965 \cdot 10^{-5}$ Torr. Die Autoren geben an, dass 0,1 Streifenverschiebung noch gut nachgewiesen werden kann und dass bei photographischer Registrierung 0,05 Streifenverschiebung noch erfassbar ist. Ähnliche U-Rohr-Vakuummeter mit interferometrischer Ablesung wurden von STEVENSON und McFADDEN (1965) und THOMAS et al. (1962) untersucht. Nach niedrigen Drücken zu sind im Prinzip auch Membranvakuummeter als Absolutinstrumente verwendbar (DRAWIN 1960). Allerdings sind die Verhältnisse zwischen Apparatekonstanten und sonstigen Parametern, die in die Berechnung des Absolutdruckes eingehen, weniger leicht zu überschauen als bei anderen Absolutinstrumenten. Man vergleicht daher in der Regel die Membranvakuummeter z.B. mit einem McLeod (BROMBERG 1969).

In weitaus den meisten Fällen werden zu direkten Vergleichsmessungen im Druckbereich zwischen 10^{-5} Torr und 10^{-2} Torr Vakuummeter nach McLeod als primäre Standards verwendet (JANSEN und VENEMA 1959, MONK et al. 1961, NOTTINGHAM und TORNEY 1960 a, b, PODGURSKI und DAVIS 1960, SIMONS 1963). Wie aus der Theorie der Instrumente bekannt ist, kann der zu messende Druck p berechnet werden, wenn die Höhe h des in der Kapillare komprimierten Gases, der Querschnitt A der Kapillare und das Volumen V des Vakuummeters gemessen werden (quadratische Anzeige). Eine Aufstellung der Fehler, wie sie bei sorgfältigen Messungen mit einem McLeod vorkommen können, wurde nach Abschätzungen und Experimenten von SIMONS (1963) vorgenommen (vergl. auch die Diskussion bei SIMONS und KING 1965).

Tabelle 2 Fehlerabschätzung für Absolutmessungen mit einem Vakuummeter nach McLeod (SIMONS 1963)

Fehlerquelle	Beitrag zum relativen Fehler, 95% statistische Sicherheit.
I. Systematische Fehler bei der Ermittlung folgender Grössen :	
1. Querschnitt der Kapillare (A)	$\pm 0,01$
2. Volumen des Vakuummeters (V)	$\pm 0,001$
3. Aufstellung	$\pm 0,001$
4. Abweichung vom idealen Gas	$\pm 0,002$
5. Kapillarenabschluss	$\pm 0,3 \text{ mm} \sqrt{K/p}$
II. Fehler, die durch die Kapillardepression bedingt werden :	
6. Änderung der Kapillardepression, abhängig vom Ort des Hg-Meniskus in der Kapillare (zeitunabhängig)	$\pm 0,6 \text{ mm} \sqrt{K/p}$
7. Zeitliche Änderung der Kapillardepression (hängt auch vom Ort des Meniskus ab)	$\pm 0,6 \text{ mm} \sqrt{K/p}$
8. Schwankungen der Kapillardepression als Folge der Betriebsweise des Vakuummeters (Klopfen, Geschwindigkeit des Hg-Anstiegs)	$\pm 0,2 \text{ mm} \sqrt{K/p}$
III. Statische Fehler :	
9. Ablesefehler bei der Bestimmung des Hg-Niveaus in der Messkapillare	$\pm 0,2 \text{ mm} \sqrt{K/p}$
10. Ablesefehler im Referenzarm	$\pm 0,2 \text{ mm} \sqrt{K/p}$
11. Änderung der Gastemperatur infolge der Kompression	$\pm 0,003$
$p = K h^2$ $K = A/V = 3,53 \cdot 10^{-6} \text{ Torr mm}^{-2}$	

Den Überlegungen zu Tabelle 2 liegt ein Vakuummetervolumen von 500 cm^3 und ein Kapillarendurchmesser von $1,5 \text{ mm}$ zugrunde. Die Vergleichs-"kapillare" hat einen Durchmesser von mindestens 10 mm , um Effekte infolge Änderungen der Kapillarkräfte im Referenzarm wegehend zu reduzieren. Wegen der grossen Unterschiede der Kapillarkräfte in den beiden Rohren müssen die Anzeigen erst um die Kapillardepression reduziert werden. Diese beträgt nach SIMONS für das angegebene McLeod etwa 7 mm . In Tabelle 2 wurde der oben erwähnte systematische Fehler der durch den von McLeod zur Kühlfalle strömenden Quecksilberdampf hervorgerufen wird und eine zu niedrige Druckanzeige verursacht, nicht berücksichtigt.

Neben den Bestrebungen die Fehler bei einer Absolutmessung mit dem McLeod genau zu erfassen, hat man sich bemüht, die Störungen durch experimentelle Massnahmen zu reduzieren. MEINKE und REICH (1963) haben das Steigrohr für das Quecksilber ziemlich eng ausgeführt, so dass es für den Quecksilberdampf einen grossen Strömungswiderstand darstellt (Fig. 3). Ausserdem haben sie zwischen McLeod und Kühlfalle ein Kugelschliffventil angebracht. Dieses kann nach Durckausgleich zum Messen geschlossen werden. ROTHE (1964) hat durch Abkühlen des McLeod McLeod auf 0°C den Strömungseffekt drastisch reduziert, so dass die noch zu erwartende Störung vernachlässigbar wurde.

Nach dem jüngsten ISO-Entwurf (Sept. 1971), der ganz besonders als einfaches Verfahren zum Kalibrieren von Wärmeleitungsvakuummetern aufgestellt wurde, sollte die Messanordnung nach dem in Fig. 4 angegebenen Schema aufgebaut werden. An das Vakuumsystem stellt der Entwurf folgende Anforderungen :

- Das Volumen der Messkammer R soll gross sein gegenüber dem Volumen das insgesamt von den Messvorrichtungen und den Verbindungsleitungen eingenommen wird (mindestens 50 mal so gross).
- Die Form der Messkammer sollte so gewählt werden, dass das Verhältnis von Oberfläche zu Volumen möglichst klein wird. In keinem Fall sollte dieses Verhältniss grösser sein als das eines geraden Kreiszyinders, dessen Durchmesser $\frac{3}{4}$ der Höhe des Zylinders beträgt.
- Der erreichbare Enddruck sollte gleich oder kleiner sein als 0,01 des niedrigsten Druckes bei dem die Röhre kalibriert werden soll. Während des Kalibrierens sollte die Umgebungstemperatur im Bereich $23^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}$ liegen.
- Alle Messröhren sind so mit dem Testdom zu verbinden, dass Druck- und Temperaturunterschiede keine nennenswerten Fehler verursachen.
- Der Gaseinlass muss so geführt werden, dass weder Messsysteme noch Leitungen zu Messröhren direkt vom Gasstrom getroffen werden.
- Ein geeignetes McLeod und/oder ein entsprechendes Mikrometer-Vakuummeter soll als Vergleichsnorm (ST) dienen.
- Ein abspergbares Ionisationsvakuummeter (VMI) ist vorzusehen.
- Für den Fall, dass kondensierbare Gase verwendet werden, muss ein Mess-

wandler (VM2) verwendet werden.

- In den meisten Fällen wird wohl Stickstoff, der dann eine Reinheit von 99,99 % haben sollte, zum Kalibrieren verwendet.

3. Statische Expansion

Die isothermische Expansion einer genau bekannten Gasmenge aus einem kleinen Volumen in ein grosses evakuiertes Volumen wurde zum ersten Mal von KNUDSEN (1914) zur Erzeugung eines sehr gut definierten Druckes verwendet. Im Prinzip beruht diese Methode ebenso wie die Druckmessung mit einem McLeod auf der Anwendung des Boyle-Mariotte'schen Gesetzes. Gegenüber dem McLeod hat die Expansionsmethode jedoch einige Vorteile, die bewirken, dass sie auch noch unterhalb 10^{-4} Torr angewendet werden kann. Einmal bedeutet die Abwesenheit von Quecksilber, dass man (auch bei Glasgefässen) ohne grössere Schwierigkeiten grosse Expansionsvolumina verwenden kann. Zum anderen fällt natürlich auch der störende Strömungseffekt weg. Schliesslich kann man mehrere Expansionen hintereinander durchführen und so die Druckskala durchlaufen.

Die Anlagen zur Kalibrierung durch Expansion sind alle in derselben Art aufgebaut, ob sie nun aus Glas (BARTON und CHUBB 1965, SCHUHMANN 1962, KREISMAN 1960, MEINKE und REICH 1962) oder ganz aus Metall (HOLANDA 1965, SMETANA und CARLEY 1966) aufgebaut sind.

Fig. 5 zeigt schematisch die von SCHUHMANN (1962) verwendete Anordnung.

C_0 ist das grosse Expansionsvolumen mit etwa 10 l Inhalt. Die kleineren Volumina C_2 , C_3 , C_4 verhalten sich zu C_0 wie $10^{-2}:1$, $10^{-3}:1$ und $10^{-4}:1$.

M ist ein sehr genaues U-Rohr-Vakuummeter und das Eichvolumen V_s hat mindestens den Inhalt $0,1 C_0$, es muss besonders genau bestimmt werden.

Vor dem Zusammenbau werden die Volumina C_3 und C_4 durch Auswiegen mit Quecksilber und C_2 durch Auswiegen mit Wasser bestimmt. C und der Inhalt der Verbindungsleitungen werden durch wiederholte Expansion auf folgende Weise bestimmt. Zunächst wurde das Standardvolumen V_s bis zu einem genau gemessenen Druck p_1 (etwa 760 Torr) gefüllt und der Rest der Apparatur soweit wie möglich evakuiert. Durch Öffnen von Hahn 1 expandiert das Gas in den durch die anschließenden Leitungen gegebenen Raum (S_1) und es stellt sich der Druck p_2 ein, der mit dem U-Rohr-Vakuummeter genau gemessen wird. Danach öffnet man Hahn 2 und erhält den Druck p_3 für den Volumenzuwachs S_2 , schliesslich öffnet man Hahn 3 und erhält bei der Volumenzunahme C_o den Enddruck p_f . Nun lassen sich die Unbekannten S_1 , S_2 und C_o aus folgendem einfachen Gleichungssystem bestimmen:

$$\begin{aligned} V_s p_1 &= (V_s + S_1) p_2 \\ &= (V_s + S_1 + S_2) p_3 \\ &= (V_s + S_1 + S_2 + C_o) p_f \end{aligned} \quad (1)$$

Analog werden nun durch Zuhilfenahme der Volumina C_2 , C_3 und C_4 die verschiedenen Drücke zum Eichen der Bayard-Alpert Röhre hergestellt und berechnet.

Die in (1) angegebenen einfachen Beziehungen gelten allerdings nur im Idealfall, wenn man von Gasabgabe und Einströmen durch Lecks, aber auch von einer Gasaufzehrung der zu kalibrierenden Röhre, absehen kann. Dies ist bei verhältnismässig hohen Drücken und entsprechender Behandlung des Systems weitgehend der Fall. Bei niedrigen Drücken kann man nicht mehr so einfach dafür sorgen, dass die expandierende Gasmenge konstant bleibt. Bei kleinen Störungen durch desorbierende Gase können Korrekturen angebracht werden (FLANICK und AINSWORTH 1961, SMETANA und CARLEY 1966). Im allgemeinen wird jedoch empfohlen, die statische Expansionsmethode nur bis zu Drücken von etwa 10^{-6} Torr anzuwenden. Bei niedrigeren Drücken werden die Fehlereinflüsse durch Sorptionser-

scheinungen und Lecks zu gross, und man wird die dynamische Expansion zur Eichung sekundärer Standards benutzen.

4. Dynamische Expansion

Wegen der angeführten Beschränkungen der isothermen, statischen Expansion nach niedrigen Drücken zu, wird vielfach der Einstellung einer Druckdifferenz über einer Drosselstelle mit wohldefiniertem Leitwert der Vorzug gegeben. Diese Methode der dynamischen Expansion ist, soweit es das Erfassen kleiner und kleinster Gasmengen betrifft, mit einigen Verfahren zur Messung des Saugvermögens verwandt, sie wurde erstmals von DUSHMAN und FOUND (1921) zur Kalibrierung von Ionisationsvakuummetern benutzt.

Die beiden Anordnungen, die im wesentlichen verwendet werden, sind in Fig. 6 a und b schematisch skizziert. In Fig. 6 a strömt eine wohldefinierte Gasmenge Q pro Zeiteinheit in den Rezipienten, der von einer Blende mit dem Leitwert C_1 zur Hochvakuumpumpe hin abgeschlossen ist. Es wird vorausgesetzt, dass die Hochvakuumpumpe ein genügend grosses Saugvermögen S hat, so dass stets $p_2 \ll p_1$ gilt. Als zu kalibrierende Röhre sei ein Ionisationsvakuummeter IM an den Messraum angeschlossen.

Im Gleichgewicht entspricht die durch die Blende abgepumpte Gasmenge $C_1(p_1 - p_2)$ der einströmenden Menge :

$$Q = C_1 (p_1 - p_2) \quad (2)$$

und es ergibt sich für den Messdruck :

$$p_1 = \frac{Q}{C_1 \left(1 - \frac{p_2}{p_1}\right)} \quad (3)$$

Mit dieser Beziehung kann man schon genaue Druckmessungen vornehmen, da das Druckverhältnis p_2/p_1 leicht mit genügender Genauigkeit zu ermitteln ist. Unter der oben gemachten Voraussetzung, dass p_2 gegen p_1 vernachlässigt werden kann, vereinfacht sich (3) noch zu :

$$p_1 = \frac{Q}{C_1} \quad (4)$$

Die dynamische Expansion mit einer Blende wurde von mehreren Autoren zum Kalibrieren benutzt (DAVIS 1963, HAYWARD und JEPSEN 1962, MONGODIN 1956, BANNENBERG und TIP 1968 und NORMAND 1961). Eine Anordnung, wie sie von BENNEWITZ und DOHMANN (1965) beschrieben wurde, ist Fig. 7 wiedergegeben. Die Einlassrate wird mit dem weitschenkigen U-Rohr-Vakuummeter ermittelt. Die Druckänderung ergibt sich mit grosser Genauigkeit aus der Kapazitätsänderung des Zylinderkondensators, der aus einem zentralen Edelstahlzylinder mit einem Glasmantel von 0,8 mm Dicke und dem ihn umgebenden Quecksilber gebildet wird. Es lassen sich noch Verschiebungen des Quecksilberspiegels von etwa 10^{-3} mm nachweisen. Der Leitwert der Blende und des Rohres, das die Vakuumkammer mit der Pumpe verbindet, wird nach einem von BUREAU et al (1952) ausgearbeiteten Verfahren berechnet. Mit der in Fig. 7 angegebenen Apparatur konnten im Bereich von 10^{-5} bis 10^{-3} Torr Gasdrücke mit einem Absolutfehler von 1,6 % eingestellt werden. Drücke verschiedener Gase liessen sich mit einer Relativgenauigkeit von 0,45 % realisieren. Wegen des hohen Gasdurchsatzes stellt sich in der Regel das Adsorptionsgleichgewicht auf allen Gefässwänden in kurzer Zeit ein, und es können auch stark adsorbierende Gase wie NH_3 und HCl verwendet werden.

Eine Reihe von Autoren benutzen auch die von OATLEY (1954) angegebene Methode in leichter Abwandlung zur genauen Ermittlung des Druckes (AUBRY und CHOUMOFF 1965, AUBRY et al. 1965, CHOUMOFF und AUBRY 1965a,b, HENRY 1965).

Die nach OATLEY (1954) benannte Methode verwendet eine in Stufen verstellbare Blende, die einen Messdom B von dem Raum über der Hochvakuum-pumpe A trennt. In die Kammer B wird das Testgas eingelassen. Es gilt :

$$Q = Sp_2 = C(p_1 - p_2) \quad (5)$$

Darin bedeuten :

Q die von B nach A strömende Gasmenge; sie ist im Gleichgewicht mit der in B eingelassenen Gasmenge (Torr l s^{-1}),

S das Saugvermögen der Hochvakuum-pump (l s^{-1}); es wird als konstant vorausgesetzt,

p_1 den Druck in B (Torr),

p_2 den Druck über der Pumpe (Torr),

C den Leitwert der Blende (l s^{-1}).

Statt (5) kann man auch schreiben:

$$p_1 = Q \left(\frac{1}{S} + \frac{1}{C} \right) \quad (6)$$

Wird nun die einströmende Gasmenge konstant gehalten und der Leitwert variiert, so kann man den Druck $p_1 = f(1/C)$ bestimmen. Wie man aus Gleichung (6) entnimmt erhält man eine Gerade wenn man p_1 gegen $1/C$ aufträgt. Der Schnittpunkt der Geraden mit der Ordinate ergibt $p_1 = Q/S$.

Die von CHOUMOFF et al. angegebene Apparatur verwendet als variablen Leitwert eine Öffnung in Form eines gleichseitigen Dreiecks mit einer Seitenlänge von 100 mm. Der Schwerpunkt des Dreiecks liegt im Mittelpunkt der Scheibe von 312 mm Durchmesser, die den Gaseinlass von der Pumpe trennt. Die Anordnung ist in Fig. 8 skizziert. Zur Veränderung des Leitwertes wird eine Platte von aussen mit einer Präzisionsführung (3), so auf einer Höhenlinie des Dreiecks verschoben, dass die verbleibende Öffnung stets die Form eines gleichseitigen Dreiecks behält. Die Kanten der Blende und der Platte sind so abgeschrägt, dass tatsächlich eine Blendenöffnung in dünner Wand entsteht. Die Auswertung der Messung geschieht analog zur Bestimmung des Saugvermögens nach OATLEY (1954), die oben beschrieben wurde. Auch hier wurden zur rechnerischen Bestimmung des Leitwertes die von BUREAU et al. (1952) angegebenen Korrekturen berücksichtigt. Auf diese Weise konnten AUBRY und CHOUMOFF (1965) im Druckbereich von 10^{-4} bis 10^{-3} Torr für die Kalibrierung eines

Ionisationsvakuummeters eine Genauigkeit von 0,5 % erzielen.

Die in Fig. 6b skizzierte Methode benutzt zwei hintereinandergeschaltete Blenden; es ist im Prinzip auch eine Kaskadenschaltung mehrerer (n) Blenden möglich, wobei jede einzelne Stufe mit einer Hochvakuumpumpe verbunden ist (ROEHRIG und SIMONS 1961). Für die Anordnung der Fig. 6b gelten folgende Beziehungen :

$$Q = C_1 (p_1 - p_2) = C_2 (p_2 - p_3) \quad (7)$$

Setzt man voraus, dass p_3 um mindestens zwei Grössenordnungen kleiner als p_2 ist, so kann man es mit einem Fehler von höchstens 1 % vernachlässigen.

Damit ergibt sich :

$$p_2 = \frac{C_1}{C_1 + C_2} p_1 \quad (8)$$

Kann man es noch einrichten, dass C_1 klein gegen C_2 wird, so gilt :

$$p_2 = \frac{C_1}{C_2} p_1 \quad (9)$$

Beim Kalibrieren eines Ionisationsvakuummeters mit heisser Kathode muss der Leitwert C_2 gross gegen das Saugvermögen der Röhre sein, dies beträgt z.B. für Stickstoff nach einiger Pumpzeit etwa $0,1 \text{ l s}^{-1}$. Mit $C_2 = 10 \text{ l s}^{-1}$ würde sich also noch einmal ein Fehler von 1 % ergeben. Mit diesem Wert für C_2 und mit der oben gemachten Annahme $p_2 \gg p_3$ ergibt sich für das Saugvermögen der zu wählenden Pumpe $S \geq 1000 \text{ l s}^{-1}$.

Apparaturen, die zwei hintereinandergeschaltete Blenden verwenden, wurden von BERNADET et al. (1970), DAVIS (1968a, b) FEAKES und TORNEY (1963), FLETCHER und WATTS (1967), FLORESCU (1961) und OWENS (1965) beschrieben.

Während von den meisten Autoren Enddrücke von etwa 10^{-10} Torr erreicht werden und damit Kalibrierungen im 10^{-8} Torr-Bereich noch ausführbar sind, konnte DAVIS (1968) im Messvolumen Drücke unter 10^{-13} Torr erzielen, und FEAKES und TORNEY (1963) schätzen, dass in der von ihnen angegebenen Apparatur nach gründlicher Vorbehandlung der Enddruck unter 10^{-15} Torr lag.

Es sei hier noch vermerkt, dass für alle Methoden, die eine dynamische Expansion verwenden, vorausgesetzt wird, dass das Saugvermögen S der Pumpe konstant bleibt und dass der zusätzliche Gasfluss nicht die Sorptions- und Pumpmechanismen beeinflusst, die bei seiner Abwesenheit den Enddruck des Systems bestimmen.

Abschliessend sei die von DAVIS (1968) angegebene und von BERNADET et al. (1970) mit geringfügigen Änderungen übernommene Apparatur etwas näher beschrieben (Fig. 9). Die Anlage besteht im wesentlichen aus drei Teilen : der UHV-Pumpgruppe mit dem Messdom MD, dem Gaseinlasssystem GE und einem Hilfspumpsystem. Die UHV-Pumpgruppe umfasst eine Ionenzerstäubergruppe (Triode) mit einem Nennsaugvermögen von 100 l s^{-1} , einen Titanverdampfer TV, eine Kryopumpe, die aus einem inneren Behälter und äusseren konzentrischen Abschirmblechen besteht. Der innere Teil der Kryopumpe kann mit flüssigen Helium auf $T < 4\text{K}$ abgekühlt werden. Die Abschirmbleche werden dabei auf der Temperatur des flüssigen Stickstoffes gehalten. Die gesamte Pumpgruppe hat ein Saugvermögen von $S = 2000 \text{ l s}^{-1}$ für Stickstoff.

Über eine Blende (Leitwert $Y_2 = 100 \text{ l s}^{-1}$) ist die UHV-Pumpgruppe mit dem Messdom MD verbunden. Dieser hat einen Durchmesser von 150 mm und eine Länge von 450 mm und ist mit dem Vorpumpensystem über das Ventil V_2 und mit dem Gaseinlasssystem über die Kapillare Y_1 verbunden. Ausserdem enthält der Messdom noch sechs Flansche um die zu eichenden Röhren und Gasanalytoren anzuschliessen.

Der gesamte UHV-Teil der Apparatur ist doppelwandig und kann im Bedarfsfall auf niedrige Temperaturen gekühlt werden (Trockeneis oder flüssiger Stickstoff).

Das Gaseinlasssystem besteht aus einem Referenzgefäß, in dem der Druck p_1 gemessen wird und das über eine Kapillare ($Y_1 = 0,7 \text{ cm}^3 \text{ s}^{-1}$) mit dem Messdom verbunden ist. Zum Einlass sehr kleiner Gasmengen wird das Ventil V_1 geschlossen und das regelbare Nadelventil geöffnet. Damit lässt sich ein kleinster Leitwert von etwa $10^{-4} \text{ cm}^3 \text{ s}^{-1}$ einstellen.

Das Hilfspumpensystem wird von Sorptionspumpen und einer elektrostatischen Ionengetterpumpe gebildet. Mit deren Hilfe kann im Referenzvolumen eine Enddruck von 10^{-9} Torr erzeugt werden.

Für die Anordnung von DAVIS (1968) wurde die Blende 2 von einer Edeltahlscheibe mit einer kreisförmigen Öffnung von 20 mm Durchmesser gebildet; der berechnete Leitwert betrug $Y_2 = 37,3 \text{ l s}^{-1}$. Als Kapillare diente ein Rohr aus Edelstahl mit einem Durchmesser von 1,1 mm und einer Länge von 100 mm. Der Leitwert dieser Kapillare wurde zu $Y_1 = 1,7 \text{ cm}^3 \text{ s}^{-1}$ berechnet.

Wie oben schon angedeutet wurde, ist die Wahl des Leitwertes ein Kompromiss zwischen der Notwendigkeit, ein hohes Saugvermögen und damit ein niedriges Endvakuum zu erzielen und der Forderung nach grossen p_2/p_3 -Werten, damit der Einfluss von p_3 vernachlässigt werden kann. Sowohl bei DAVIS als auch bei BERNADET et al. sind die Betriebsbedingungen stets so, dass $p_2/p_3 \geq 10$.

Damit ergibt sich bei einem Fehler von 10% in der Bestimmung von p_3 nur ein Fehler von höchstens 1% für p_1 .

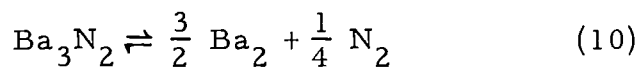
5. Spezielle Kalibriermethoden.

Neben den bisher diskutierten Kalibrierverfahren sind gelegentlich (meist für besondere Anwendungen) noch andere Methoden vorgeschlagen worden, von denen einige hier kurz erwähnt werden sollen. Ein einfaches und allgemein verwendbares Verfahren besteht darin, dass die Parameter des zu kalibrierenden Vakuummeters bei hohen Drücken genau bestimmt werden; nach niedrigen Drücken zu muss nur noch der Verlauf der Empfindlichkeitskurve ermittelt werden. Am einfachsten sind die Verhältnisse bei Ionisationsvakuummetern mit heisser Kathode. Von ihnen wird allgemein angenommen, dass der gemessene Ionenstrom bis zu niedrigen Drücken hin proportional der Gasdichte ist. Die Absoluteichung kann man mit hoher Genauigkeit im Bereich von 10^{-5} bis 10^{-3} Torr mit einem der beschriebenen Verfahren vornehmen. Zum Nachweis der Linearität lässt man über eine Drosselstelle, deren Leitwert nicht bekannt zu sein braucht, Gas in das weitgehend evakuierte Kalibriergefäss strömen. Nach einer kurzen Anlaufphase muss sich dann, solange die Anordnung im Bereich der Molekularströmung bleibt, ein Druckanstieg linear mit der Zeit ergeben. Dieses Verfahren wurde von ALPERT und BURITZ (1954) erweitert (ALPERT 1958). Sie liessen das Gas über zwei hintereinandergeschaltete Drosselstellen einströmen. Eine einfache Rechnung ergibt dann, dass unter bestimmten Voraussetzungen der Druck im Messvolumen quadratisch mit der Zeit ansteigt. Damit konnten sie ausgehend von Drücken im 10^{-10} Torr-Bereich nachweisen, dass die Anzeige der Bayard-Alpert-Röhre bis etwa 10^{-3} Torr dem Druck proportional ist.

Zwei weitere Verfahren, die hier erwähnt werden sollen, benutzen radioaktive Gase zum Kalibrieren von Vakuummetern bzw. Gasanalysatoren. Da bei ihnen die Kenntnis der Zerfallkonstante vorausgesetzt wird, handelt es sich bei diesen Methoden natürlich um Relativverfahren, die allerdings mit sehr hoher (relativer) Genauigkeit ausgeführt werden können. BARNES und GIBSON (1968) verwenden Tritium, um ein Massenspektrometer (Quadrupol) und eine Ionisations-

vakuummeterrohre für Wasserstoff und Tritium zu kalibrieren. Von DAVIS (1968) konnte die Linearität eines Massenspektrometers für Krypton mit ^{85}Kr bis zu Drücken von $2 \cdot 10^{-15}$ Torr nachgewiesen werden.

ORCUTT (1970) hat die Möglichkeit untersucht, Fixpunkte für bestimmte Drücke im Hochvakuumbereich zu definieren. Das Verfahren stützt sich auf die Tatsache, dass in einem thermodynamischen System, das aus zwei festen Phasen besteht, die sich im Gleichgewicht mit einer Gasphase befinden, der Gasdruck nur von der Temperatur abhängt. Da nun Stickstoff häufig zum Kalibrieren von Vakuummetern herangezogen wird, hat ORCUTT untersucht, ob bei den Metallnitriden sich derartige Systeme finden. Es wird verlangt, dass in einem geeigneten Temperatur-Zeitintervall sich das Dissoziationsgleichgewicht einer Stickstoffverbindung genügend schnell einstellt. Von allen untersuchten Verbindungen erwies sich Bariumnitrid als die günstigste. Die Dissoziation geht nach folgender Reaktion vor sich:



Thermodynamisch liesse sich nun der sich bei einer Temperatur T einstellende Druck aus

$$\ln p_{\text{N}_2} = 4 \left(\frac{\Delta S^\circ}{R} + \frac{\Delta H^\circ}{RT} \right) \quad (11)$$

berechnen, wenn die die Änderungen der Entropie ΔS° und der Enthalpie ΔH° genügend genau bekannt wären. Dies ist jedoch noch nicht der Fall, und so kann man das Verfahren auch nicht als absolute Kalibrieremethode einsetzen. Immerhin konnte ORCUTT zeigen, dass sich im Temperaturbereich 740 bis 1150 K reproduzierbar Stickstoffdrücke über Bariumnitrid einstellen, die zwischen $2 \cdot 10^{-5}$ Torr und 0,7 Torr liegen. Die Reproduzierbar-

keit betrug dabei 8-10 %. Es erwies sich, dass in dem untersuchten Temperaturintervall die Dissoziationsdrücke in Torr des Bariumnitrids durch die Gleichung :

$$\ln p = (17,13 \pm 0,14) - \frac{20\,080 \pm 140}{T} \quad (12)$$

beschrieben werden; es wurde also die in (11) geforderte Temperaturabhängigkeit gefunden.

Schliesslich soll noch eine sehr genaue Relativmethode erwähnt werden, die von HELBING et al. (1961) zur Druckmessung und zum Kalibrieren von Messgeräten im Hochvakuum benutzt wurde. Als druckempfindliche Anzeige wurde die Streuung eines Molekularstrahles verwendet. Der Anordnung liegt folgendes Prinzip zugrunde : Legt ein Molekularstrahl der Intensität J_0 in einer mit Gas der Dichte n gefüllten Kammer den Weg s zurück, so gilt für seine Intensität J nach Durchlaufen des Weges :

$$J = J_0 \exp(-n \Sigma f s) \quad (13)$$

Der totale Streuquerschnitt Σ ist eine für die Stosspartner charakteristische Grösse; f ist ein Zahlfaktor, der die Relativbewegung der Stosspartner berücksichtigt. Für eine gegebene Anordnung ist das Produkt $\Sigma \cdot f \cdot s$ konstant und die Gleichung (13) lässt sich schreiben :

$$p = c \ln J_0/J \quad (14)$$

Auf nähere Einzelheiten dieses Verfahrens kann hier nicht eingegangen werden.

6. Zusammenfassung und Ergänzungen.

Von den besprochenen Kalibrierverfahren sind vor allem die unter den ersten drei Hauptgruppen genannten : direkter Vergleich mit einem absoluten Vakuummeter, statische und dynamische Expansion von besonderer Bedeutung. Vorläufig beruhen alle Normenvorschläge, die

das Kalibrieren von Vakuummetern betreffen, auf einem von diesen Verfahren. Welche von den speziellen Methoden in der Zukunft auch zur Normierung herangezogen werden, hängt von weiteren Untersuchungen ab. Sie wurden in diese Ausführungen mit aufgenommen, da sie einerseits das Verständnis der Besonderheiten beim Kalibrieren von Vakuummetern vertiefen und zum anderen gelegentlich als besondere Hilfsmethoden (etwa weil die benötigte Apparatur gerade zur Verfügung steht) herangezogen werden können.

Die Möglichkeiten der genannten Hauptmethoden sollen noch an Fig. 10 verdeutlicht werden. Sie gibt den Stand der Messtechnik wieder und wurde von RUTHBERG (1971) anhand von eigenen Messungen und Berechnungen sowie aufgrund von Literaturangaben zusammengestellt. In Fig. 10 sind die Fehler (3σ), die den betrachteten Kalibrierverfahren zugeordnet werden müssen, in Abhängigkeit vom Druck aufgetragen. Die Kurven 1, 2 und 3 geben einen Eindruck von der mit "absoluten" Vakuummetern erzielbaren Messgenauigkeit. Die Kurve 1 gilt für das von THOMAS und CROSS beschriebene U-Rohr-Vakuummeter im Falle einer Quecksilberfüllung, während die Kurve 2 den Fehler bei Ölfüllung (DC 704) beschreibt. Im Falle des Vakuummeters nach McLeod (Kurve 3) wurde in die Fehlerbetrachtung auch die Unsicherheit eingeschlossen, die durch den Transporteffekt der Quecksilberdampfströmung hervorgerufen wird. Die Kurve 3 gilt für ein gut konstruiertes und mit grosser Sorgfalt betriebenes Instrument. Es zeigt sich das die angegebenen Unsicherheiten (z.B. 2,5 % bei 10^{-4} Torr) in guter Übereinstimmung mit dem experimentellen Befund stehen. Aus der Kurve 4 für die statische Expansion geht der Vorteil dieser Kalibriermethode gegenüber den Vergleichsmessungen mit einem McLeod besonders bei niedrigen Drücken deutlich hervor. Für die dynamische Expansion sind zwei Kurven 5 und 7 angegeben. Kurve 7 enthält offensichtlich eine optimistischere Beurteilung der Fehlereinflüsse.

Dass im ganzen äusserste Vorsicht bei der Abschätzung vor allem der systematischen Fehler geboten ist, wird aus Kurve 6 in Fig. 10 deutlich. Hier sind die Messfehler, die von mehreren Experimentatoren unter Verwendung sowohl der statischen als auch der systematischen Expansionsmethode bei der Kalibrierung von Ionisationsvakuummeterröhren angegeben wurden, berücksichtigt. Man erkennt deutlich den unerklärlichen Sachverhalt, dass die Messgenauigkeit wesentlich geringer ist als aus den Kurven für die einzelnen Verfahren (und aus der allgemein für das Ionisationsvakuummeter angenommenen Reproduzierbarkeit) folgen würde. Das Auflösen derartiger Diskrepanzen gehört oft zu den schwierigsten (und auch delikatesten) Aufgaben bei der Erarbeitung von Normalen und Standardverfahren.

Zum Vergleich ist in Fig. 10 noch die Kurve 8 aufgenommen. Sie gibt den Anwendungsbereich und die geschätzte Unsicherheit für eine neuere Untersuchung mit der Molekularstrahlmethode an (FOWLER und BROCK 1970).

Abschliessend sollen noch einige Empfehlungen für die Durchführung von Kalibrierungen skizziert werden, die im wesentlichen aus ISO-Entwürfen entnommen wurden. Da in der Praxis vor allem eine regelmässige Nachjustierung von Wärmeleitungsvakuummetern vonnöten ist, beziehen sich die nachstehenden Bemerkungen hauptsächlich auf diese Instrumente. Sie gelten aber mit geringfügigen Änderungen und Ergänzungen auch für andere Arten von Vakuummetern.

Zunächst wird vorausgesetzt, dass für die Messungen eine Anordnung ähnlich der in Fig. 4 beschriebenen zur Verfügung steht. Sodann wird man an der vorgesehenen Stelle die zu kalibrierende Röhre montieren und dabei die Angaben des Herstellers bezüglich Lage, Anschlüsse, Stromversorgung und Messgerät berücksichtigen.

Die gesamte Apparatur wird dann auf einen Druck evakuiert, der gleich oder kleiner ist als $0,01 p_{\min}$, wenn p_{\min} den niedrigsten vorgesehenen Vergleichsdruck bezeichnet. Gegebenenfalls muss zum Erreichen dieses Druckes die Anlage durch Ausheizen entgast werden. Wenn ein genügend niedriger Druck erreicht ist, wird zunächst das Ventil zur Pumpe und dann das zum Ionisationsvakuummeter geschlossen. Die Anzeige des Wärmeleitungs-vakuummeters sollte nun auf "Null" stehen und dort auch für eine bestimmte Zeit verbleiben. Dies hängt von der Zeit ab, die für eine Kalibrierung benötigt wird. Steigt der Druck während dieser Zeit stärker als $1\% p_{\text{kal}}$ an (p_{kal} = Druck, bei dem der Vergleich vorgenommen wird), so sind zuerst die Gasquellen (Lecks, Gasabgabe) zu beseitigen.

Das Kalibrieren mit einer gut vorbereiteten Anlage geschieht nun folgendermassen : Zunächst wird das Ventil zur Pumpe geschlossen. Dann wird das Testgas (z.B. trockener Stickstoff) bis zum gewünschten Druck eingelassen. Danach sollte die Anzeige des Wärmeleitungs-vakuummeters mindestens 30 Sekunden lang verfolgt werden, auf jeden Fall aber so lange, bis sich die Anzeige auf einen stabilen Wert einstellt; dabei sollen die Schwankungen nicht grösser sein als 1% des Vollausschlages der elektrischen Skala des zu kalibrierenden Instrumentes. Es wird angenommen, dass diese Bedingung erfüllt ist, wenn drei in je 10 s aufeinanderfolgende Messungen nicht mehr als 1% des Vollausschlages der elektrischen Skala von ihrem Mittelwert abweichen. Ist dies erfüllt, wird das Vergleichsvakuummeter abgelesen. Dann kann ein anderer Druck eingestellt und das Verfahren wiederholt werden. Allgemein sollten mindestens drei (gleichmässig verteilte) Messpunkte für jede Druckdekade aufgenommen werden.

Schliesslich sollte für jede Kalibrierung ein Messprotokoll angefertigt werden. Dies sollte u. a. Angaben enthalten über :

- alle verwendeten Vakuummeter (Hersteller, Typen, Seriennummer usw...),
- den erreichten Enddruck und den Druckanstieg im Testdom,
- die Art und Reinheit des verwendeten Gases,
- die während der Messung herrschende Umgebungstemperatur.

Zum Schluss wird in einem Anhang zum Normenentwurf noch auf die einfache und in der Praxis häufig ausreichenden Kontrolle von Wärmeleitungsvakuummetern hingewiesen, die an fast jeder Hochvakuumapparatur durchgeführt werden kann. Bei einem Druck unter $7,5 \cdot 10^{-5}$ Torr kann der Nullpunkt eingestellt werden. Dieser Druck muss im übrigen nicht genau bekannt sein, solange sichergestellt ist, dass er unter dem angegebenen Wert liegt.

Am anderen Ende der Skala kann bei Instrumenten mit einem Messbereich bis 760 Torr die Abregelung einfach bei Atmosphärendruck geschehen.

- Alpert, D. (1958) in. S. Flügge (Herausg.) Handbuch der Physik XII
Springer Verlag Berlin p. 609
- Alpert, D. un Buritz, R.S. (1954) J. Appl. Phys. 25, 202
- Aubry, B. Bernadet, H. und Choumoff, P.S. (1965) Proc. 3rd Intern.
Vac. Congr. Stuttgart, 259
- Aubry, B. und Choumoff, S. (1965) C.R., Acad. Sci. (Paris) 261, 1803
- Aubry, B. und Delbart, R. (1965) Le Vide 20, 194
- Bannenberg, J.G. und Tip, (1968) A. Proc. 4th Intern. Vac. Congr.
Manchester, 609
- Barnes, M.R. und Gibson, A. (1968) Vacuum 18, 451
- Barton, R.S. und Chubb, J.N. (1965) Vacuum 15, 113
- Bennewitz, H.G. und Dohmann, H.D. (1965) Vakuumtechn. 14, 8
- Bernadet, H., Coumoff, P.S. und Iapteff, B. (1970) Le Vide 25, 131
- Bromberg, J.Ph. (1969) J. Vac. Sci. Techn. 6, 801
- Bureau, A.J., Laslett, L.J. und Keller, J.M. (1952) Rev. Sci. Instr.
23, 683
- Choumoff, P.S. und Aubry, B. (1965a) Le Vide 20, 117
- Choumoff, P.S. und Aubry, B. (1965b) Proc. 3rd Intern. Vac. Congr.
Stuttgart, 115
- Davis, W.D. (1963) Vac. Symp. Trans. 10, 253
- Davis, W.D. (1968a) J. Vac. Sci. Techn. 5, 23
- Davis, W.D. (1968b) Proc. 4th Intern. Vac. Congr. Manchester, 605
- Delbart, R. (1965) Proc. 3rd Intern. Vac. Congr. Stuttgart, 255
- Drawin, H.W. (1960) Z. Instrumentenkde 68, 1
- Dushman, S. und Found, C.G. (1921) Phys. Rev. 17, 7
- Feakes, F. und Torney, F.L. (1963) Vac. Symp. Trans. 10, 257
- Flaninck, A.P. und Ainsworth, J.E. (1961) Rev. Sci. Instr. 32, 408
- Fletcher, B. und Watts, J.F. (1967) Vacuum 17, 445
- Florescu, N.A. (1961) Vac. Symp. Trans. 8, 504
- Fowler, P. und Brock, F.J. (1970), J. Vac. Sci. Techn. 7, 507
- Hayward, W.H. und Jepsen, R.L. (1962) Vac. Symp. Trans. 9, 459
- Holanda, R. (1965) NASA TN D-3100
- Helbing, R. Jaeckel, R. und Pauly, H. (1961) Vac. Symp. Trans. 8, 525
- Henry, R.P. (1956) Le Vide, 11, 54

- Jansen, C.G.J. und Venema, A. (1959) Vacuum 9, 219
- Knudsen, M. (1914) Ann. Phys. 44, 525
- Kreisman, W.S. (1960) Vac. Symp. Trans. 7, 75
- Leck, J.H. (1964) Pressure Measurements in Vacuum Systems,
Chapman & Hall, London, 2nd Edition.
- Meinke, Ch. und Reich, G. (1962) Vakuumentchn. 11, 86
- Meinke, Ch. und Reich, G. (1963a) Vakuumentchn. 12, 79
- Mongodin, G. (1956) Le Vide 11, 64
- Monk, G.W., Stickney, W.W. and Calio, A.T. (1961) Vac. Symp.
Trans. 8, 531
- Normand, C.E. (1961) Vac. Symp. Trans. 8, 534
- Nottingham, W.B. und Torney, F.L. (1960) MIT Technical Report 379
- Nottingham, W.B. und Torney, F.L. (1960) Vac. Symp. Trans. 7, 117
- Oatley, C.W. (1954) Brit. J. Appl. Phys. 5, 358
- Orcutt, R.H. (1970), J.Res. Nat. Bur. Stand. 74A, 45
- Owens, Ch. L. (1965) J.Vac. Sci. Techn. 2, 104
- Peube, J.L. (1963) C.R. Acad. Sc. (Paris) 257, 2397
- Peube, J.L. (1964a) C.R. Acad. Sc. (Paris) 259, 4223
- Peube, J.L. (1964b) C.R. Acad. Sc. (Paris) 259, 3180
- Podgurski, H.H. und Davis, F.N. (1960) Vacuum 10, 377
- Podgurski, H.H. und Davis, F.N. (1961) J.Phys. Chem. 65, 1343
- Roehrig, J.R. und Simons, J.C. (1961) Vac. Symp. Trans. 8, 511
- Rothe, E.W. (1964) J.Vac.Sci.Techn.1, 66
- Ruthberg, S. (1969) J.Vac.Sci.Techn. 6, 401
- Ruthberg, S. (1971) Vortrag auf dem 5. Intern. Vakuumpkongress,
Boston, U.S.A. J; Vac. techn. 9(1972)186
- Schram, A. (1965) Le Vide, 20, 171
- Schuhmann, S. (1962) Vac. Symp. Trans. 9, 463
- Simons, J.C. (1963) Vac. Symp. Trans. 10, 246
- Simons, J.C. und King, R.E. (1965) Proc. 3rd Intern. Vac. Congr.
Stuttgart, 263
- Smetana, F.O. und Carley, C.T. (1966) J.Vac.Sci.Techn. 3, 49
- Steckelmacher, W. (1967) Vacuum 17, 433
- Stevenson, W.H. und McFadden, P.W. (1965) Rev. Sci. Instruments 36, 1272

Terrien, J. (1959) Rev. Opt. 38, 29

Thomas, A.M., Johnson, D.P. und Little J.W. (1962) Vac. Symp.
Trans. 9, 468

Thomas, A.M. und Cross, J.L. (1967) J.Vac.Sci.Techn. 4, 1

LEGENDEN ZU DEN FIGUREN

Fig. 1 U-Rohr-Vakuummeter mit Mikrometerablesung nach THOMAS und CROSS (1967).

Fig. 2 U-Rohr-Vakuummeter mit interferometrischer Ablesung nach PEUBE (1963).

1 Messkammer, 2 Vergleichskammer, 3 Gehäuse mit Verbindungsleitung, 4 Stellschrauben, 5 Vergleichsvakuum, 6 Anschluss für den zu messenden Druck, 7 Lichtquelle, 8 halbdurchlässiger Spiegel, 9 Ölschicht, 10 Quecksilberfüllung, 11 Fenster, 12 Fernrohr.

Fig. 3 Vakuummeter nach McLeod in einer von MEINKE und REICH (1963a) angegebenen Form.

1 Kugelschliffventil, 2 Anschluss zur Pumpe, 3 Verbindung zum Ionisationsvakuummeter, 4 symmetrische Kühlfalle, 5 weites Steigrohr, 6 enge Kapillare, A, B, C, D, Höhe des Quecksilberspiegels in verschiedenen Stadien des Messvorganges.

Fig. 4 ISO-Vorschlag für eine einfache Anordnung zur Kalibrierung von Wärmeleitungsvakuummetern (VMT) durch Vergleich mit einem Normal (ST).

R Messdom, VM1 Ionisationsvakuummeter, VM2 Druckwandler, N₂ Einlass für gasförmigen Stickstoff, D Einlass für kondensierbare Dämpfe, P Pumpe.

Fig. 5 Schema einer Anordnung zum Kalibrieren von Vakuummetern durch statische Expansion (SCHUHMANN 1962).

C₀, C₂, C₃, C₄ Expansionsvolumina, V Standardvolumen, in dem der Druck mit einem U-Rohr-Vakuummeter M sehr genau gemessen wird; VV Vorvakuumanschluss, HgDP Quecksilberdiffusionspumpe, TR zu kalibrierende Röhre.

MCL Vakuummeter nach McLeod, 1, 2, ... 9 Ventile, T₁ ... T₄ Kühlfallen.

Fig. 6 Schema zur Kalibrierung von Vakuummetern durch dynamische Expansion.

p_i die in den jeweiligen Räumen herrschenden Drücke, IM Ionisationsvakuummeter, Q Gasstrom.

a) Anordnung mit einer Blende mit dem Leitwert C₁.

b) Anordnung mit zwei Blenden mit den Leitwerten C₁ und C₂.

Fig. 7 Kalibrierung von Vakuummetern durch dynamische Expansion nach BENNEWITZ und DOHMANN (1965).

Fig. 8 Anordnung zum Kalibrieren von Vakuummetern durch dynamische Expansion unter Verwendung einer Blende mit variablem Leitwert (AUBRY und CHOUMOFF 1965).

1 Messdom, 2 Anschluss zur Hochvakuumpumpe, 3 verstellbare Blende, 4, 5 Anschlüsse für Ionisationsvakuummeter, 6 Lichtquelle für das U-Rohr-Vakuummeter nach PEUBE, 7 Hilfsvakuum, 8 Manometerflüssigkeit, 9 Nachweis der Verschiebung der Interferenzstreifen.

Fig. 9 Kalibrierung von Vakuummetern bei sehr niedrigen Drücken nach BERNADET et al. (1970).

MD Messdom, IP_2 Ionenzerstäuberpumpe, LHe Kryopumpe mit flüssigen Helium gefüllt, LN_2 Kühlfalle für flüssigen Stickstoff, TV Titanverdampferpumpe, Y_1 Leitwert der Kapillare, Y_2 Leitwert der Blende, p_1 Druck vor der Kapillare, p_2 Druck vor und p_3 Druck hinter der Blende, IP_1 elektrostatische Ionengetterpumpe, SP Sorptionspumpe, GE Gaseinlass, V_1 , V_2 Ventile.

Fig. 10 Relative Fehler der verschiedenen Kalibrierverfahren in Abhängigkeit vom Messdruck nach einer Zusammenstellung von RUTHBERG (1971).

1 U-Rohr-Vakuummeter nach THOMAS und CROSS (1967) mit Quecksilber gefüllt, 2 wie 1 aber mit Ölfüllung (DC 704), 3 Vakuummeter nach McLeod, 3 statische Expansion, 5 und 7 dynamische Expansion, 6 Vergleich mit Ionisationsvakuummeter, 8 Druckmessung mit Hilfe eines Molekularstrahles.

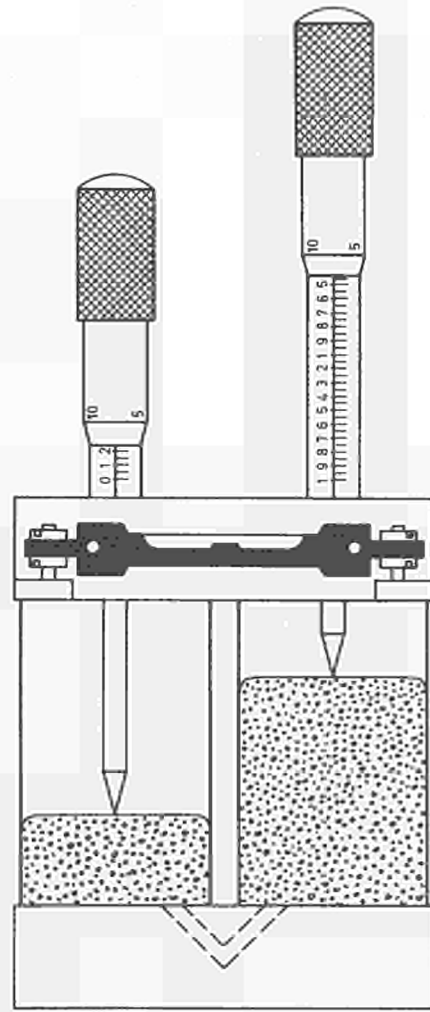


Fig.1

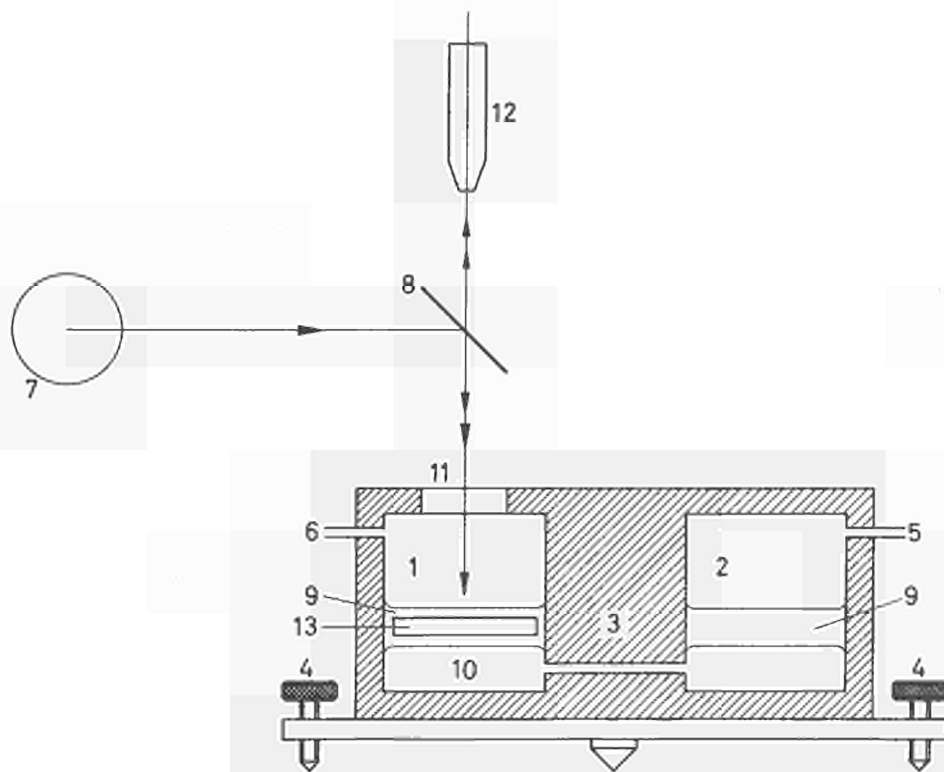
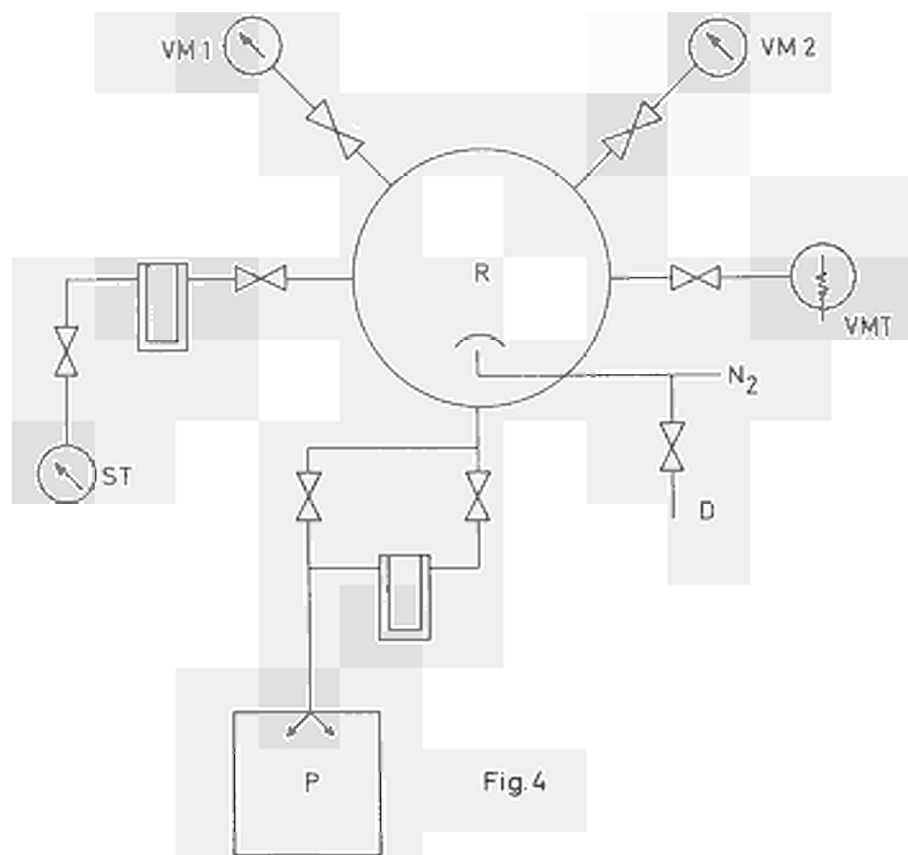
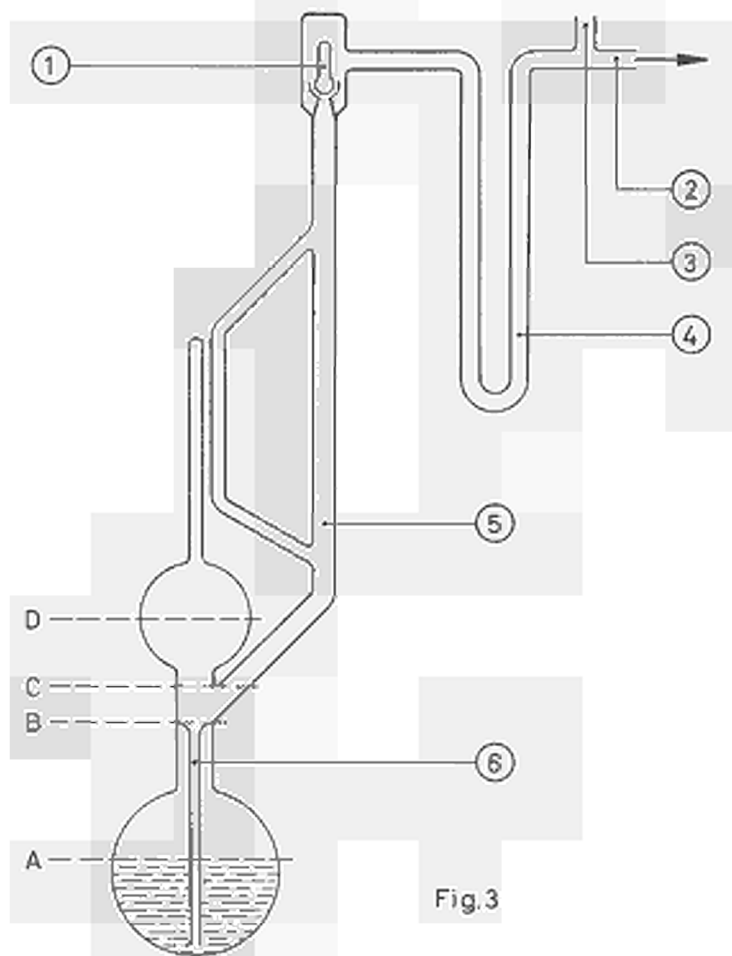


Fig. 2



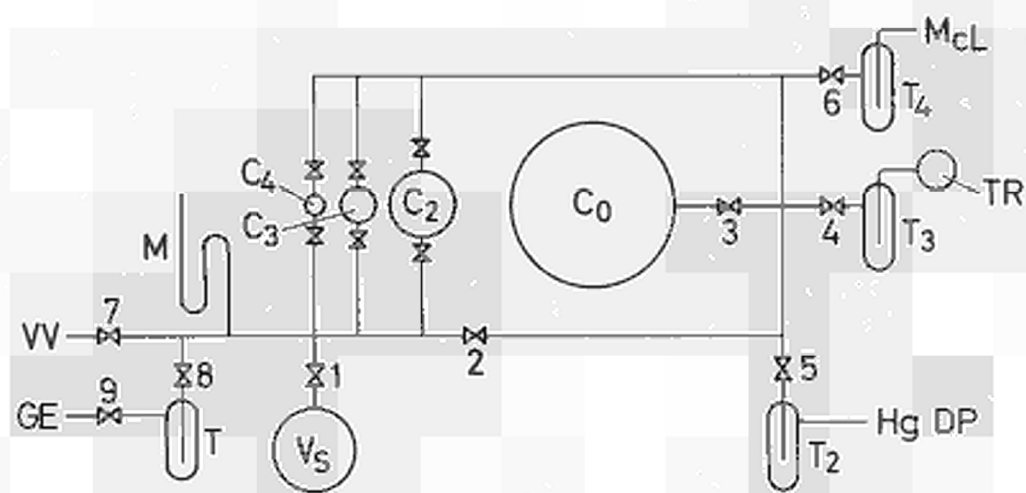


Fig. 5

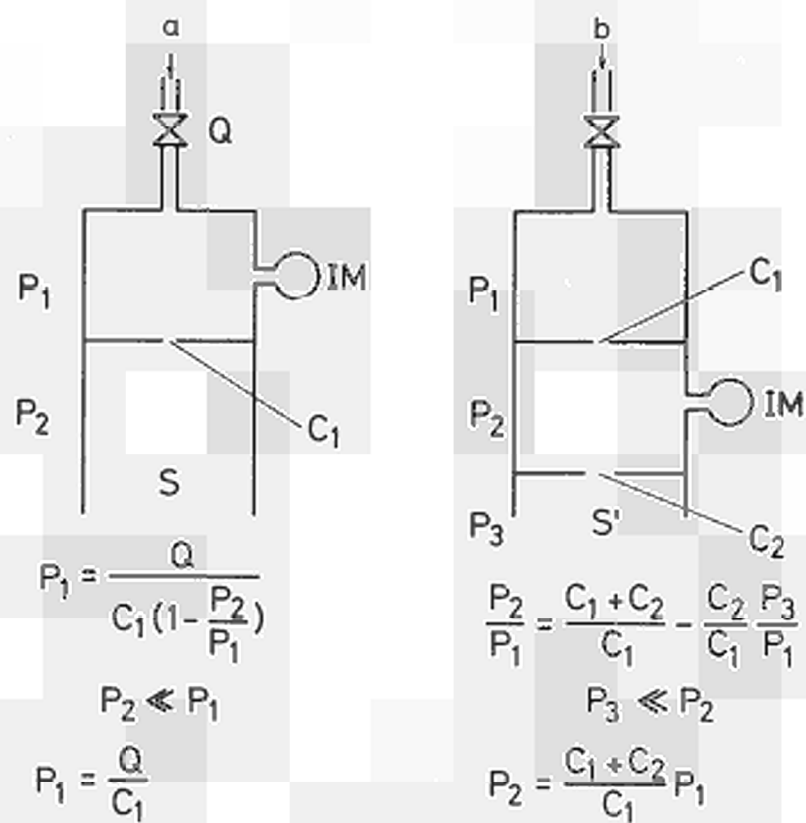


Fig. 6

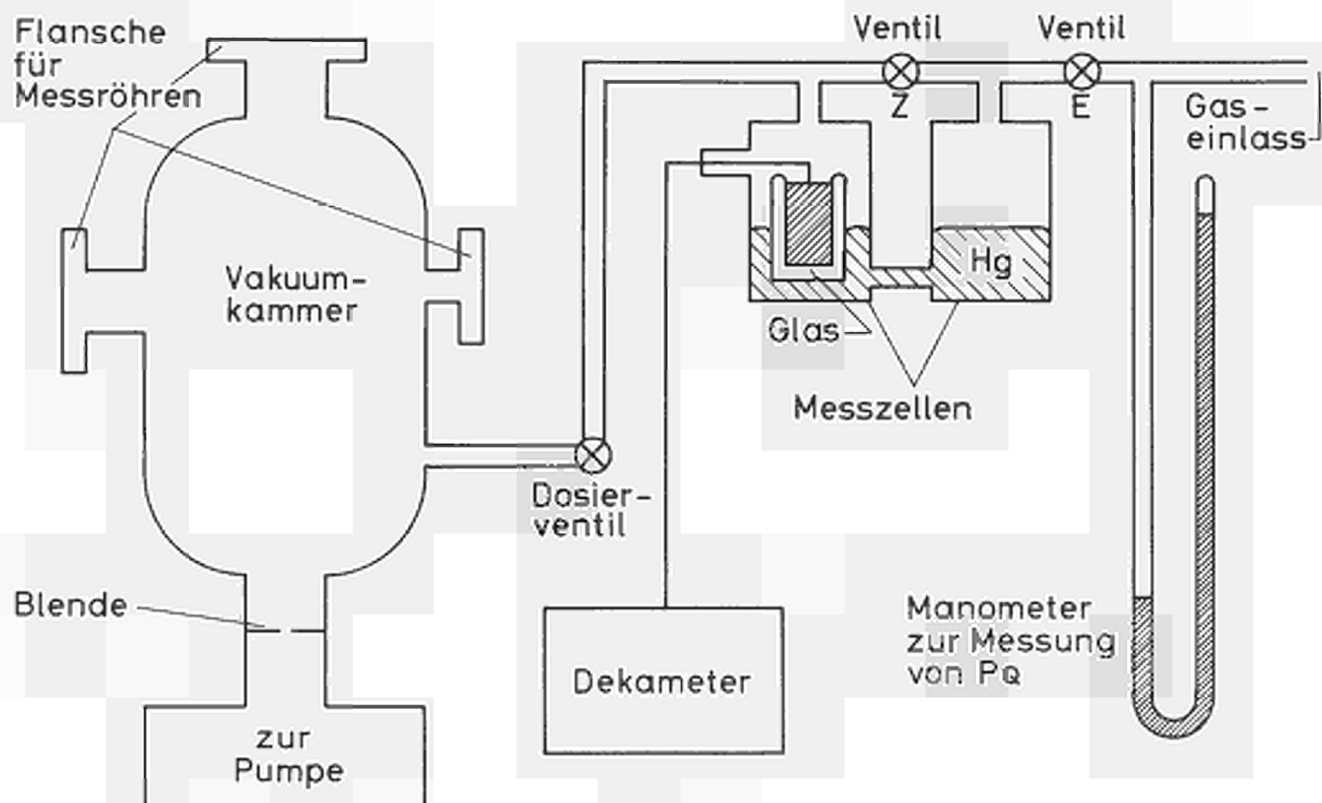


Fig.7

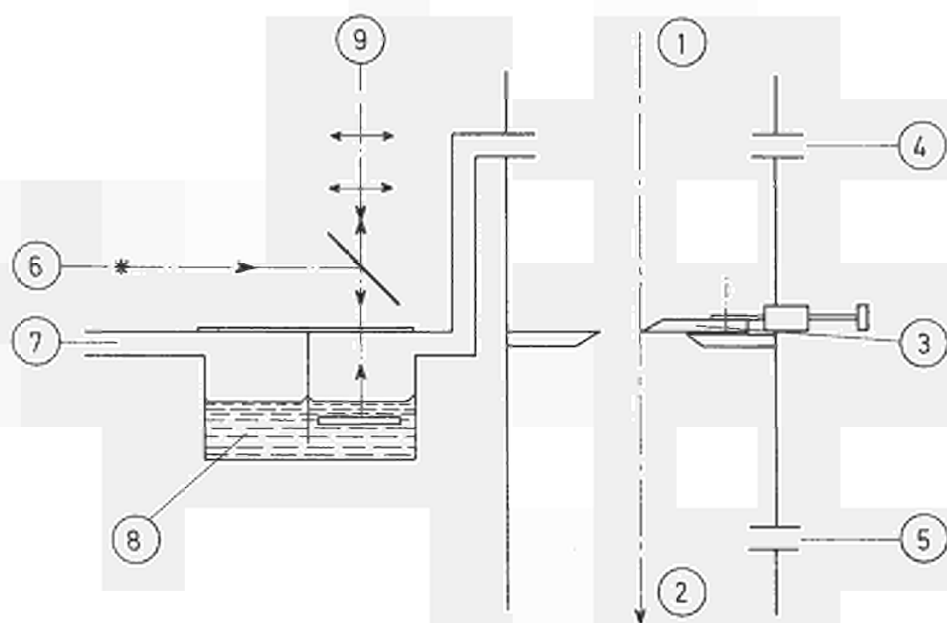


Fig.8

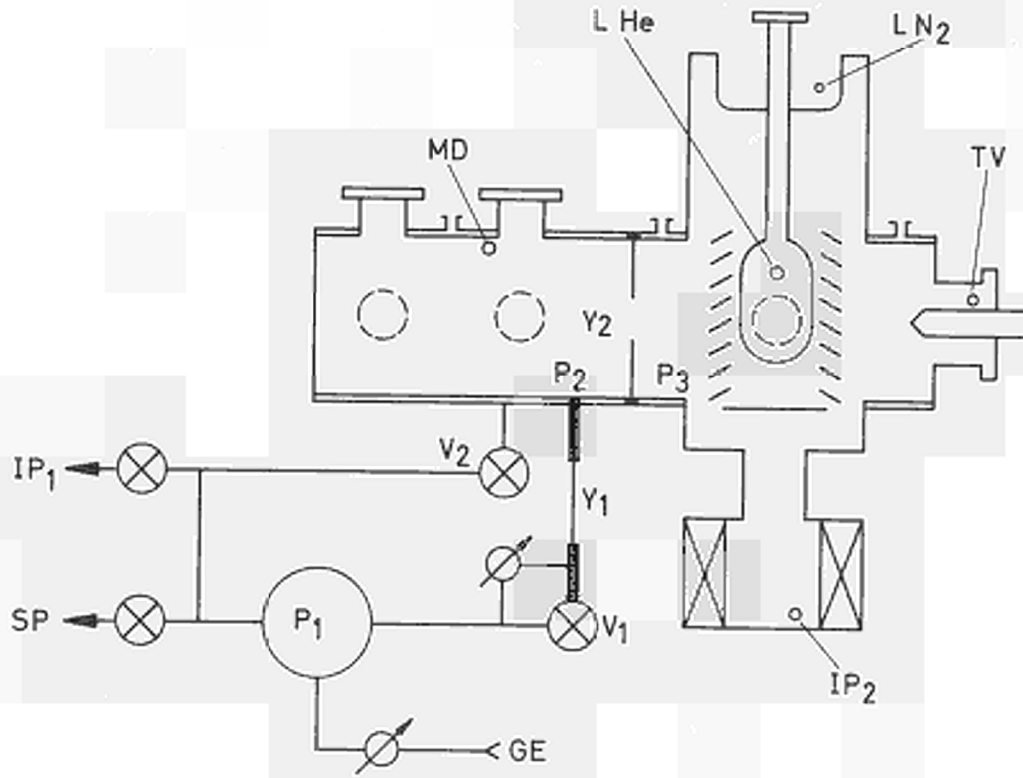


Fig.9

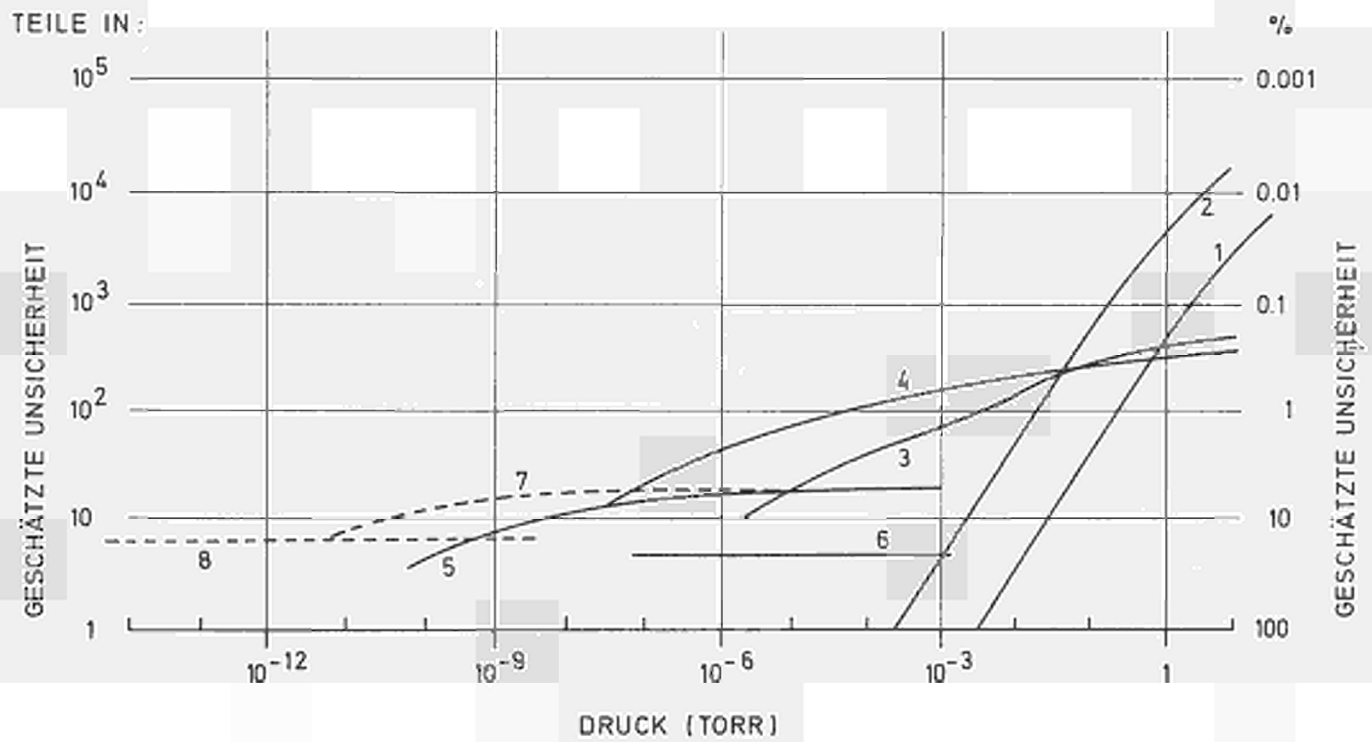
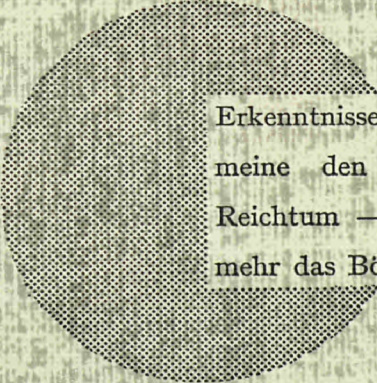


Fig.10

AN UNSERE LESER

Alle von der Kommission der Europäischen Gemeinschaften veröffentlichten wissenschaftlichen und technischen Berichte werden in der Monatszeitschrift „euro-abstracts“ angezeigt. Abonnement (1 Jahr: BF 1 025,—) und Probehefte sind erhältlich bei:

**Amt für amtliche Veröffentlichungen
der Europäischen Gemeinschaften
Case postale 1003
Luxembourg 1**



Erkenntnisse verbreiten ist soviel wie Wohlstand verbreiten — ich meine den allgemeinen Wohlstand, nicht den individuellen Reichtum — denn mit dem Wohlstand verschwindet mehr und mehr das Böse, das uns aus dunkler Zeit vererbt ist.

Alfred Nobel

VERTRIEBSSTELLEN

Alle von der Kommission der Europäischen Gemeinschaften veröffentlichten Dokumente werden durch das Amt für amtliche Veröffentlichungen bei den unten angegebenen Anschriften zu den auf dem Umschlage angegebenen Preisen verkauft. Bei schriftlicher Bestellung bitte die genaue Referenz und den Titel des Dokumentes deutlich angeben.

DEUTSCHLAND (BR)

Verlag Bundesanzeiger
5 Köln 1 — Postfach 108 006
Fernschreiber: Anzeiger Bonn 08 882 595
Tel. (0221) 21 03 48
Postscheckkonto 834 00 Köln

BELGIEN

Moniteur belge — Belgisch Staatsblad
Rue de Louvain, 40-42 — Leuvenseweg 40-42
1000 Bruxelles — 1000 Brussel. — Tel. 12 00 26
CCP 50-80 — Postgiro 50-80

Nebenstelle:

Librairie européenne — Europese Boekhandel
Rue de la Loi 244 — Wetstraat 244
1040 Bruxelles — 1040 Brussel

GROSSHERZOGTUM LUXEMBURG

*Amt für amtliche Veröffentlichungen
der Europäischen Gemeinschaften*
Case postale 1003 — Luxembourg 1
und 29, rue Aldringen, Bibliothek
Tel. 4 79 41 — CCP 191-90
Compte courant bancaire: BIL 8-109/6003/200

FRANKREICH

*Service de vente en France des publications
des Communautés européennes*
26, rue Desaix
75 Paris-15^e — Tel. (1) 306 5100
CCP Paris 23-96

ITALIEN

Libreria dello Stato
Piazza G. Verdi 10
00198 Roma — Tel. (6) 85 09
CCP 1/2640

Nebenstellen:

00187 Roma — Via del Tritone 61/A e 61/B
00187 Roma — Via XX Settembre (Palazzo
Ministero delle finanze)
20121 Milano — Galleria Vittorio Emanuele 3
80121 Napoli — Via Chiaia 5
50129 Firenze — Via Cavour 46/R
16121 Genova — Via XII Ottobre 172
40125 Bologna — Strada Maggiore 23/A

NIEDERLANDE

Staatsdrukkerij- en uitgeverijbedrijf
Christoffel Plantijnstraat
's-Gravenhage — Tel. (070) 81 45 11
Postgiro 42 53 00

GROSSBRITANNIEN UND COMMONWEALTH

H.M. Stationery Office
P.O. Box 569
London S.E. 1

VEREINIGTE STAATEN VON AMERIKA

European Community Information Service
2100 M Street, N.W.
Suite 707
Washington, D.C., 20 037

IRLAND

Stationery Office
Beggars Bush
Dublin 4

SCHWEIZ

Librairie Payot
6, rue Grenus
1211 Genève
CCP 12-236 Genève

SCHWEDEN

Librairie C.E. Fritze
2, Fredsgatan
Stockholm 16
Post Giro 193, Bank Giro 73/4015

SPANIEN

Libreria Mundi-Prensa
Castello 37
Madrid 1

ANDERE LÄNDER

*Amt für amtliche Veröffentlichungen
der Europäischen Gemeinschaften*
Case postale 1003 — Luxembourg 1
Tel. 4 79 41 — CCP 191-90
Compte courant bancaire: BIL 8-109/6003/200

CDNA04797DEC