



EUROPEAN COMMITTEE OF MANUFACTURERS OF COMPRESSORS, VACUUM PUMPS AND PNEUMATIC TOOLS  
COMITE EUROPEEN DES CONSTRUCTEURS DE COMPRESSEURS, POMPES A VIDE ET OUTILS A AIR COMPRI ME  
EUROPÄISCHES KOMITEE DER HERSTELLER VON VERDICHTERN, VAKUUMPUMPEN UND DRUCKLUFTWERKZEUGEN

6617/1985

**RECOMMENDED PRACTICE ON VACUUM MEASUREMENT**  
**PRAKTISCHE HINWEISE SUR VAKUUMMESSUNG**  
**INFORMATIONS SUR LES MESURES DE VIDE**

---

**GENERAL SECRETARIAT**

**British Compressed Air Society**

**33/34 Devonshire Street**

**LONDON**

**W1N 1RF**

**Tel: 071 935 2464**

**Fax: 071 935 3077**

# RECOMMENDED PRACTICE ON VACUUM MEASUREMENT

## P R E F A C E

Vacuum experts engaged in national and international standardization activities had to learn when dealing with the subject "Measurement of low pressures and calibration of vacuum gauges" within the ISO-Committee TC 112/SC2 that the working principles of such gauges are generally sufficiently understood, but when using these gauges in practical work the required know-how is frequently not available. It had been suggested therefore to fill this gap by summarizing in a little brochure practical hints in this particular line. This suggestion has been gladly accepted by the ISO sub-committee SC2 but could only partly be realized during its activities. The international organization of PNEUROP\*) - an associate member ISO/TC 112 - was asked to continue the work on the ISO-draft and finish it off in the three languages English, German and French. This has been done and the final text is now available with the title "Recommended Practice on Vacuum Measurement". The German Vacuum Society (DAGV) has undertaken the job of getting the brochure on its way and so providing a useful tool for all those who are interested in the measurement of low gas pressures from the practical point of view.

## C o n t e n t s

	<u>Page</u>
1. Introduction	E 1
2. General Notes	E 1
3. Liquid Filled Vacuum Gauges	E 4
4. Mechanical Gauges	E 8
5. Thermal Conductivity Gauges	E 10
6. Ionization Gauges	E 14
Appendix A Measuring ranges of common vacuum gauges	
Appendix B Position of vacuum gauges	

---

\*) PNEUROP, the association of manufacturers of compressors, vacuum pumps and pneumatic tools from 11 European countries.

1. INTRODUCTION

Industrial vacuum systems are applied in many branches of industry and advanced technology. Such branches are

drying and impregnating,  
freeze drying,  
metallurgy,  
coating and thin film technology,  
crystal growing,  
electron tube technology (television tubes,  
transmitter tubes),  
electron beam technology,  
semiconductor technology etc.

The degree of vacuum used in these industries depends on the particular process and is important for the carrying out of this process successfully. Every industrial vacuum system therefore uses a number of vacuum gauges for checking and controlling the rarified atmosphere in the process chamber and in other parts of the vacuum systems.

The main object of this paper is to provide all workers in the field of industrial vacuum processes with practical hints as to which type of vacuum gauge should be used, its fitting and location in the vacuum systems and the interpretation of gauge readings.

The reduced pressure required in industrial vacuum processes is rarely below  $10^{-7}$  mbar, so ultrahigh vacuum considerations do not come within the scope of this paper.

The contents includes certain considerations which had been suggested in two ISO-draft-documents which were discussed in ISO/TC 112/SC 2 "Measurement of Low Pressures and Vacuum Gauge Calibration". These documents were available in English.

2. GENERAL NOTES

2.1 The Meaning of Pressure

In vacuum technology the physical quantity of pressure  $p$  is used in its meaning of "force per unit area" mainly for designing vacuum vessels and vacuum components, in mechanical gauges (see 4.2) and in certain vacuum applications which utilise the difference between ambient atmospheric pressure and the working pressure below atmospheric.

In the majority of vacuum applications the governing quantity is not the pressure as defined as force per unit area but the number density of molecules, i.e. the number of molecules per unit volume, designated by  $n$ . Because of the simple, but fundamental relation,

$$p = n \cdot k \cdot T$$

all gauge readings are given in units of  $p$  instead of  $n$ .

Since the equation contains the thermodynamic temperature  $T$  in addition to the Boltzmann constant  $k$ , particular attention has to be paid to this quantity when pressure measurement is made in industrial vacuum plants because often the ambient temperature is not uniform throughout the system.

## 2.2 Modes of Pressure Measurement

Not all industrial vacuum plants are equipped with vacuum gauges. Depending on the kind of plant and nature of the process a pressure switch (or switches) is often sufficient, operating either when the pressure is below or above a preset limit, the instantaneous value of pressure being of no significance.

When gauges are fitted, the pressure reading is in many cases continuous and may be recorded with other parameters of the process by using a pen-recorder. However, it should be noted that gauges operated on the McLeod principle 3.2.2 permit only discontinuous reading of pressure. No recording capability is possible.

The scales fitted to vacuum gauges are in many cases non-linear, often resembling log-scales. True log scales will be found on ionization gauges. In many gauges a linear scale is added to the actual pressure reading scale both for convenience of reading and for use in automatic control systems. Digital vacuum gauges are now increasingly used also in industrial vacuum installations. The respective power supply units, however, are fitted with an analogue output which allows continuous recording of the measured values of pressure.

## 2.3 Accuracy and Re-Calibration

The accuracy of a vacuum pressure gauge is usually high enough to meet the requirements of the vacuum process. This state of affairs, however, should not detract from the necessity for checking the gauge and control unit at regular intervals depending upon the application. As soon as the gauge readings show irregularities of any kind pin-pointing of the fault should start. If the gauge (including gauge head and control unit - if there is one -) has been found faulty, re-calibration is required after repair. The gauge manufacturer's instructions should be observed.

Loss of accuracy is due frequently to contamination of the gauge head. The pressure as indicated by the associated control unit is only correct when the gauge head electrodes and surrounding surfaces are clean. As the surfaces become dirty the meter reading can become quite inaccurate and under heavily contaminated conditions the indicated pressure can be in error by as much as two decades! Contamination can arise from a variety of sources, for instance from oil vapours in incorrectly designed or operated systems; from greases remaining on poorly cleaned surfaces; from dust and particulate matter in industrial systems such as vacuum furnaces which may also generate metal vapours; and from a variety of vapours generated for instance in chemical processing plants or in semiconductor processing facilities.

Particular care must therefore be taken to observe the manufacturer's instructions when installing vacuum gauges, and periodic checks should be made during operation to assess the extent of any drift in calibration. Further, a regular procedure for cleaning and re-calibration should be instituted to maintain the levels of accuracy appropriate to the application. Detailed recommendations to limit contamination and to maintain accuracy of readout are given for the individual types of gauge in appropriate sections of this article. Re-calibration is most conveniently done within the works own facilities. If such facilities are not available it is recommended to go in touch with the gauge manufacturer or with an official calibration service. Such services are:

In the United Kingdom:  
NATIONAL PHYSICAL LABORATORIES, TEDDINGTON, Middlesex TW 11  
OLW, U.K.

In the United States of America:  
NATIONAL BUREAU OF STANDARDS, WASHINGTON, DC 20.234, U.S.A.

#### 2.4 Interpretation of Pressure Readings

The gauges dealt with in these notes - with the exception of the McLeod gauge and unless a liquid nitrogen trap is used - measure the total pressure of the atmosphere remaining within the system, i.e. the sum of the partial pressures of the condensable and non-condensable gases and vapours. This has to be borne in mind, particularly if pressure separation is required, because in many practical situations the residual atmosphere whose pressure is to be measured consists of a mixture of gases and vapours. Moreover, the reading of thermal conductivity gauges and ionization gauges is dependent on the nature of the gas. As a result the convention adopted (in most cases) is for the calibration of these gauges to be referred to nitrogen so that a pressure reading for any other gas or gas mixture is referred to as a "nitrogen equivalent" pressure.

To arrive at the tube pressure

- a) In the case of a known single gas other than nitrogen, the indicated meter reading must be multiplied by the gas correction factor as detailed in the manufacturer's operating instructions,
- b) in the case of a gas mixture the true pressure can only be found by quantitative gas analysis and application of the appropriate gas correction factors.

However, in most practical situations, nitrogen equivalent pressure readings of the residual atmosphere are satisfactory.

### 3. LIQUID FILLED VACUUM GAUGES

#### 3.1 General

Liquid filled vacuum gauges are nearely always of glass construction and contain Mercury as the measuring fluid, but oil can also be used.

Due to the possibility of fracture of the glass and spillage of mercury and the health hazard resulting from this, these gauges are rarely used on industrial vacuum systems.

Two types of construction are to be considered:

- a) U-Tube manometer
- b) McLeod gauge

#### 3.2 Gauge Head Types

##### 3.2.1 U-Tube manometer

- a) With Hg-filling

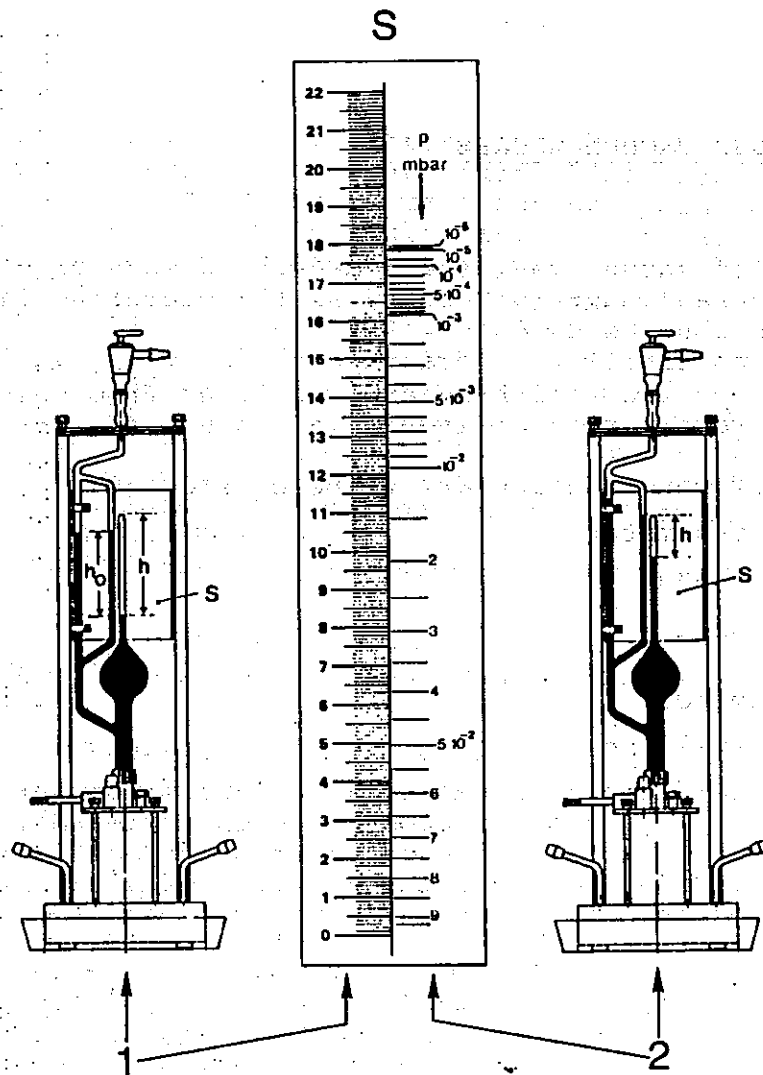
A U-tube - sometimes called a Mercury manometer - has a pressure range from atmosphere to approximately 1 mbar. It operates by direct measurement of the difference in height of the liquid in the two arms of a U-tube when one arm is exposed to atmospheric pressure and the other is connected to the vacuum system. This refers to the so called "open" type of U-tube manometer. Another type is the so called "closed" type, whereby one arm is closed and evacuated and the other arm is connected with the vacuum system. The difference in height of the liquid in the two arms is a measure of the absolute pressure in the system, while in the open type manometer the reading depends on the ambient atmospheric pressure. The low pressure limit of measurement is governed by the ability to read a mercury level; this is approximately 1 mm by eye and 0,5 mm when using a cathetometer. However, the presence of contaminated mercury and dirty glassware are often responsible for much larger errors. It is also important to avoid errors that the U-tube should be constructed from tubing of a minimum internal diameter not less than say 10 mm.

- b) With oil filling

An oil filled manometer can give a sensitivity 10 to 15 times greater than mercury depending on the oil used and tilting of the column can give a further increase, but the apparent advantage of oil are often outweighed by the considerable difficulty in keeping the oil outgassed.

##### 3.2.2 McLeod

The McLeod operates within the pressure range of 10 mbar to  $10^{-5}$  mbar but geometrical considerations usually limit the range of any one instrument to four decades. It operates by isolating and compressing a discrete volume of gas into a sealed capillary tube and measuring the height of the compressed volume produced.



**Figure 1** McLeod Gauge  
 1 = Linear Scale ) mode of operation (see  
 2 = Square Law Scale ) paragr. 3.5.2)  
 For  $h$  and  $h_0$  see also paragr. 3.5.2

It measures total pressure directly in mbar and the measurement is independent of gas composition. If condensable vapours are present and the compression is such that actual condensation occurs, than an erroneous reading will be obtained. The McLeod has the great merit that it is an absolute gauge in that the pressure can be calculated directly from a knowledge of certain dimensional constants of the gauge head; in other words: for obtaining the calibration of the McLeod gauge there is no other gauge as a reference gauge required. The McLeod gauge therefore has been used as a laboratory standard against which other types of vacuum gauge could be calibrated. This practice, however, has been widely abolished recently mainly because of the rather cumbersome handling of the McLeod gauge (no continuous read out) and due to the coming into existence of reference gauges more suitable for calibration purposes due to their ease of handling and higher accuracy.

If condensable vapours are present in the vacuum system they should not be allowed access to the McLeod gauge head since any condensation can cause considerable loss in accuracy and also much difficulty in cleaning and drying of the mercury and glass-ware surfaces. Insertion of a liquid nitrogen trap in the gauge head line will suppress such contamination, but the cold trap will act as a pump both for mercury vapour from the gauge and for vapours from the system. This streaming of vapour (Hg) preferentially to the trap will produce an error in measurement but by correct design the error can be kept within generally acceptable levels (see 3.3 "Installation and Positioning").

A low pressure limit of approximately  $10^{-5}$  mbar is set by the maximum compression ratio feasible, this being determined by the two factors of volume and weight of mercury that can be handled safely and the minimum bore of capillary tube without causing sticking or breaking of the mercury column as it rises.

These problems plus geometrical inaccuracies in the construction of the glass-ware, together with reading errors and dirty mercury and glass surfaces, impose a lower limit of measurement of about  $10^{-4}$  mbar in most practical situations.

A simpler version of the McLeod which operates by movement of the mercury by rotation of the mechanism through an angle of approximately  $90^\circ$  is frequently used. It operates within the pressure range  $10^{-3}$  -  $10^{-4}$  mbar, but only three decades are covered in any one assembly.

### 3.3 Installation and Positioning

#### 3.3.1 U-Tube (filled with Hg)

The instrument should be installed at eye level for ease of reading and be fitted with a mirrored scale to avoid errors due to parallax. The arms of the U-tube must be of sufficient length that in the event of a rapid change in pressure the mercury column is not carried by its momentum over the end of the tube and into the vacuum system. Even so, the instrument should be equipped with a reservoir between it and the system, the reservoir being large enough to contain the whole of the mercury charge; this is because all the mercury could be sucked into the vacuum system if the U-tube were to fracture. Further, due to the weight of the mercury and the forces developed when it is moving rapidly, the hose connection to the U-tube must be securely made.

#### 3.3.2 McLeod

The McLeod, whether of conventional design or of the rotatable type of construction, should also be installed at eye level for ease of reading and be fitted with a mirrored scale to avoid errors due to parallax. A liquid nitrogen-cooled trap should be inserted between the gauge and vacuum system to trap-out any condensable vapours which would contaminate the mercury and the surfaces of the gauge head and so produce errors in reading.



However, the cold trap will also act as a pump for vapours and, in particular mercury, vapour streaming preferentially from gauge to trap will produce an error in measurement. The error can be minimised to less than 5% say, by making the vacuum connection between gauge and trap as short in length as possible and of small internal diameter, say 6 mm. The magnitude of the error is also dependent upon ambient temperature, so that the gauge head must be sited accordingly on the vacuum system. Several parameters of the gauge head which affect the accuracy of the measurement are temperature dependent, so for accurate repeatable measurement the temperature of the complete instrument should be kept constant throughout the evacuation cycle.

### 3.4 Protection and Cleaning

Both U-tube and McLeod are of fragile construction so that provision of some physical protection such as a transparent plastic shield against damage and breakage is strongly recommended.

To avoid significant errors in measurement all internal glass surfaces must be regularly and thoroughly cleaned and then dried using proprietary cleaning agents but following precisely the procedures as recommended in the manufacturer's instructions; it is especially important that the gauge should then be refilled with triply distilled dry mercury to avoid surface contamination factors.

It is strongly recommended that whenever possible the gauge head should be kept under vacuum; by so doing the gauge will retain its cleanliness and accuracy of measurement for an appreciably longer time.

### 3.5 Measurement and Calibration

#### 3.5.1 U-Tube

Measurement of pressure is by measuring the difference in height between the two columns, that is from the top of one meniscus to the top of the other against an accurately ruled mirrored scale mounted behind the tube. For greatest accuracy a cathetometer should be used.

To overcome any sticking between mercury and the walls, the column should be given a gentle tap as the mercury is rising. An overall accuracy of measurement of height to about  $\pm 0.05$  mm can be obtained when using a cathetometer and to about  $\pm 1$  mm with the naked eye.

#### 3.5.2 McLeod

Figure 1 shows the general construction of the McLeod gauge and gives examples of the two methods of measurement which are possible. The method shown on the left hand diagram is where the mercury level in the "open" capillary is allowed to rise until the mercury rises in the closed capillary.

The two heights  $h$  and  $h_0$  (see Fig.1, page 6) are read on the left hand linear scale which is graduated in mm. The pressure  $p$  to be determined is given by

$$p = h \cdot h_0 \cdot K$$

where  $K$  is the constant of the individual apparatus. The value of  $K$  is usually stamped on the scale by the manufacturer of the McLeod gauge and expressed in adequate units, so that the value of  $p$  as calculated by the above formula is given in millibar (mbar).

The method shown in the right hand diagram is the more frequently used one of raising the mercury until its level in the open capillary is on level with the top end of the closed capillary. This gives a square law\*) of measurement as indicated on the right hand scale. This scale is usually directly calibrated in millibar.

#### 4. MECHANICAL GAUGES

##### 4.1 General

Mechanical gauges are direct reading instruments which measure pressure directly and independently of gas composition by measuring the deflection of a flexible diaphragm or bellows caused by bombardment by the gas molecules. They are widely used in manufacturing industry to measure the pressure of gases and/or vapours in the rough vacuum range, i.e. from atmospheric pressure to approximately 1 mbar, although the low pressure limit can be extended to about  $10^{-4}$  mbar by using a special construction.

##### 4.2 Gauge Head Types

There are four main types of gauges:

- a) Bourdon type
- b) Aneroid capsule
- c) Diaphragm
- d) Capacitance manometer

4.2.1 In the Bourdon gauge which often consists of a helical tube, a change in pressure inside the tube causes a movement of the helix which is transmitted mechanically to a pointer. It covers the pressure range from atmosphere to approximately 10 mbar. Because the helical tube is surrounded by atmospheric pressure the calibration should take into account the local barometric pressure at the time of measurement.

---

\*) This means: twice the height  $h$  corresponds to 4-times the pressure

4.2.2 The pressure indicated by capsule and diaphragm gauges in most cases is independent of atmospheric pressure because generally both types measure the pressure difference relative to a fixed reference pressure (either inside the capsule or on the other side of the diaphragm) which is kept low by comparison with the pressure being measured. These gauges cover the pressure range from atmosphere to about 1 mbar.

A further type of diaphragm manometer uses a semiconductor gauge head having a membrane with an integrated semiconductor bridge circuit which under mechanical stress produces a piezoelectric signal proportional to the stress and hence to the gas pressure that produces this stress.

4.2.3 The capacitance manometer operates by measuring the change in electrical capacity between a fixed plate and a flexible diaphragm which moves due to the force exerted by the bombarding gas. Two versions exist: one where the change in capacity is measured, the other measuring the restoring force required to keep the spacing and therefore the capacitance constant. It covers the pressure range from atmosphere to about  $10^{-4}$  mbar, but with the range of measurement limited to five decades maximum in anyone instrument, and for reliable low pressure measurement the ambient temperature must be kept within close limits and the gauge free from vibration.

#### 4.3 Installation and Positioning

Gauge heads are fitted to the system by means of a small flange connection, generally being mounted in the vertical position with the flange at the bottom to prevent liquids or particles from falling into the head. Horizontal mounting is sometimes possible but in this case the manufacturer's instructions must be followed (see Appendix B)

#### 4.4 Protection and Cleaning

If the gauge is to be used on a system in which the pressure may go above atmosphere, even if briefly, then special precautions must be taken to protect the mechanism of the mechanical gauge. The manufacturer's instructions must be followed precisely, but it is generally recommended that a suitable isolating valve or pressure switch should be incorporated between gauge head and system as a protective measure.

The gauge head should not be mounted opposite a gas inlet because exposure to pressure pulses will appreciably shorten the life of the mechanism, and it is therefore advantageous to mount a baffle plate in front of the gauge head port to protect it against sudden large pressure changes.

All vacuum gauges used in industrial rough vacuum systems are likely to suffer from considerable contamination of a chemical or physical nature or both, and since any kind of contamination degrades performance, calibration and life of the instrument, preventive measures, including regular cleaning are strongly recommended. Where necessary a filter should be

fitted in the gauge head connection, but it must be designed to have adequate conductance to ensure correct pressure indication.

The presence of chemically reactive gases causes corrosion of the gauge head assembly, especially of the capsule or diaphragm and the mechanical link system, but some modern designs use corrosion resistant materials wherever possible. Corrosion can be severe and rapid in some applications so care should therefore be taken when first selecting a gauge.

Physical contaminants, such as dust deposits or solid or liquid condensates, can cause a considerable shift in calibration and response time so that regular inspection and cleaning with appropriate solvents (but as recommended in the manufacturer's instructions) is necessary. In addition, if a filter has been fitted, it is most important that it should be inspected frequently and replaced regularly.

#### 4.5 Measurement and Calibration

Generally the simple types of mechanical gauge should be considered as indicators of pressure rather than as accurate measuring devices but this is more than adequate for most industrial applications. An accuracy of  $\pm 10\%$  of full scale deflection is generally obtainable and even  $\pm 5\%$  with some of the newer designs when maintained in good condition. The capacitance manometer is capable of being designed and used as a precision measuring instrument, even as a standard against which other gauges are calibrated, but this level of performance can only be achieved and maintained routinely in a standards laboratory under optimum operating conditions.

After each cleaning procedure re-calibration of the gauge is advisable. Atmospheric air can be used. Re-calibration is effected by comparison with a reference gauge of the same type, preferably a precision gauge, as a secondary standard. In the pressure range 1013 to 10 mbar a mercury filled U-tube manometer may be used as the reference. As the scale of mechanical gauges is usually fixed and not accessible the result of the re-calibration must be presented in a table.

### 5. THERMAL CONDUCTIVITY GAUGES

#### 5.1 General

Thermal conductivity gauges operate by measuring the change in thermoconductivity of a gas with pressure. Two types of gauge are available, the PIRANI and Thermocouple. They operate generally within a pressure range from 100 to  $10^{-4}$  mbar although the upper limit of the PIRANI can be increased to atmospheric pressure by special construction.

The PIRANI operates by measuring the change in resistance of a heated filament as its temperature changes due to cooling by the surrounding gas. The change in resistance is detected in a WHEATSTONE-bridge.

The Thermocouple operates in the same principle but as its name implies, uses a thermocouple to measure directly the change in temperature of a heated wire with changing gas pressure.

In all types the pressure characteristic is nonlinear and gas dependent.

## .2 Gauge Head Types

There are three basic types of PIRANI head:

- a) The most simple type, consisting of a heated filament mounted along the axis of a surrounding tube typically 1 cm diameter. The filament forms one arm of a WHEATSTONE-bridge operating at constant voltage and the out-of-balance current of the bridge is measured as the resistance of the filament changes. The current detection meter is calibrated in pressure units and the gauge covers a pressure range typically  $10^{-3}$  to a few mbar; the temperature of the filament changes with pressure from ambient at high pressure to about 300 °C at vacuum.
- b) More complicated version comprising a filament of much finer wire but with a coil of special resistance to provide good compensation against variation in ambient temperature. It is operated in a WHEATSTONE-bridge of variable input power to keep the filament at constant temperature as the pressure varies. The performance is improved in various respects; the operating pressure range is extended and covers  $10^{-3}$  mbar to at least 100 mbar with reasonable sensitivity to 500 mbar or even more; the response time to a rapid pressure change is greatly improved; the ambient temperature operating range is greatly increased.
- c) A higher sensitivity four-element head with two filaments in envelopes sealed off in good vacuum and the other two filaments in the vacuum system. The filaments form the four arms of the WHEATSTONE-bridge and the instrument measures down to  $10^{-4}$  mbar with good resolution and accuracy and provides very good ambient temperature compensation.

The basic Thermocouple is a simple single element device operating within a pressure range from 10 to  $10^{-3}$  mbar but restricted to three decades. Some increase in sensitivity is possible by using a multiple Thermocouple.

This is then called a Thermopile.

### 5.3 Installation and Positioning

Ideally the gauge head should be mounted vertically with the vacuum connection at the bottom; this prevents particles and fluids etc. from falling into it and damaging the electrode structure (see Appendix B) but in fact performance is not affected by orientation. However, some evidence is available to show that the setting of the "atmosphere" potentiometer is dependent upon orientation. The effect is particularly noticeable at the upper pressure end of high pressure PIRANI gauge heads having a measurement range extending to 100 mbar or more.

Vacuum connections should be short and wide, with the diameter of the tubing being at least as large as the bore of the gauge head to ensure that the inter connection conductance between head and vacuum system is sufficient to enable the gauge head to read the system pressure correctly.

It is also most important that the gauge head should be located as close as possible to the point where knowledge of the pressure is required. However, thermoconductivity gauges are temperature dependent devices and, whilst compensation is provided for changes in ambient temperature, it is essential to locate the gauge head away from any high temperature regions and it should preferably be located in a region where the ambient temperature will remain low and sensibly constant, normally in the range 15 to 25°C, but always in accordance with the manufacturer's instructions. It should be noted that if the temperature of the gauge head is different from the temperature of the gas in the vacuum system then a systematic error in measurement may occur.

### 5.4 Protection and Cleaning

The gauge head can be protected by the use of a porous plug or by an optical baffle against damage from particles or from a sudden rise in pressure. The optical baffle, which may consist of a series of baffles, must be so constructed that the conductance through it is sufficiently large that the gauge head is able to read the true system pressure. This requirement is particularly important when using a porous plug which must be chosen to have an adequate level of conductance but must also be chosen to have a sufficiently large pore size to prevent the plug from becoming clogged by particles or condensates. The porous plug can be particularly effective in applications such as steel degassing or metal heat treatment furnaces where a considerable amount of fine dust may be present within the vacuum chamber. Whilst a clogged plug can sometimes be cleaned it is generally desirable to replace it.

Thermoconductivity gauges are safe devices in that generally they are not damaged by exposure to atmospheric pressure or by operation at pressures up to atmospheric. However, the operating characteristic can be changed due to contamination of the filament by high pressure operation, especially in the presence of oil vapours; the effect is exhibited by an apparently higher indication of pressure than is correct. The cleaning of a gauge head which has collected particles of dust or other foreign bodies, or water or oil vapour is achieved by rinsing in a mild solvent, for instance Methanol, and then washing thoroughly in distilled water followed by scrupulous drying. However, contamination of the surface of a tungsten filament can cause irreversable changes in the surface condition and operating characteristic of the tungsten, so that the cleaning and return to the original operating characteristics is not always possible. The filament cannot normally be cleaned by flashing of the filament by passing a large current through it because generally it is not practical to raise the filament temperature by this means to a sufficient level to achieve a satisfactory cleaning effect.

In practice it is generally preferable to replace a contaminated PIRANI filament by a new one, but it is often simpler and quicker to replace the complete sensing head since these are now sufficiently cheap and designed for easy and effective replacement.

#### 5.5 Measurement and Calibration

The reponse of the gauge head is related to the composition of the atmosphere being measured and so calibration data and meter scales are generally given in terms of Nitrogen equivalent readings. In many practical situations, where the vacuum contains a mixture of gases and vapours, the gauge therefore gives only an average measurement of pressure.

When operating in good vacuum conditions and in pure dry Nitrogen or other inert atmosphere one can expect an accuracy and repeatability of pressure measurement of approximately 10% of reading in the middle of the operating pressure range of the particular gauge head chosen.

In an atmosphere of mixed composition or in an individual gas having characteristics significantly different from those for Nitrogen the indicated reading on a meter scale calibrated for Nitrogen can be considerably in errors; the effect is particularly bad at high pressures.

The effect is much more pronounced and therefore the possibility of error much greater, in thermal conductivity gauges which incorporate the convection principle to extend the pressure limit of measurement towards or to atmospheric pressure. Considerable care must therefore be taken, and close attention paid to the manufacturer's instructions, when using such a gauge especially if a mixture of gases is present and certainly if the gauge is required to provide a switching or system protection function.

Accordingly it is essential to make proper correction for the so called gas factor. The manufacturer's working instructions which accompany the gauge generally quote the gas calibration factors or curves by which the indicated meter reading is to be corrected when the composition of the atmosphere is known.

When the gauge head is operated in a contaminating atmosphere which will react chemically or physically with the surface of the sensing element - usually a tungsten wire filament - the calibration will change from its original value and will change progressively with time. The indicated scale reading can drift and be in errors by a factor of 10 or more. To reduce these effects some manufacturers offer variations of gauge containing filaments of specially chosen materials - usually noble metal alloys which are more resistant to attack and therefore able to hold the accuracy of their original calibration over a longer period of time.

## 6. IONIZATION GAUGES

### 6.1 General

The principle of operation of an ionization gauge, as the name implies, is that the gas whose pressure is to be measured is ionized with the current produced being proportional to the pressure.

Two basic types are available:

- A diode comprising an anode and a cathode.

This is known as the cold cathode type because the cathode operates essentially at ambient temperature and it is often referred to as a PENNING Gauge after the name of its inventor

- A triode consisting of a hot filament electron emitter, a grid to accelerate and collect the electrons, and an electrode to collect the positive ions produced.

Several variations of each type have been designated to meet specific applications.

### 6.2 Gauge Head Types

#### 6.2.1 Cold Cathod Type

The basic features and operating characteristics are

- pressure range typically  $10^{-2}$  to  $10^{-7}$  mbar,
- operation by the application of crossed electric and magnetic fields typically 2000 V D.C. and 0.06 to 0.1 Tesla respectively,
- simplest type uses rectangular geometry consisting of a simple hooped wire anode sandwiched between the cathode plates and using a transverse magnetic field,
- it is important that the direction of the magnetic field



- should be perpendicular to the plane of the electrodes,
- more recent designs use a co-axial geometry with a central rod anode surrounded by a co-axial cylindrical cathode with axial magnetic field. The orientation of the magnet is therefore not crucial in this configuration,
- the operating pressure/current characteristic is non-linear, especially at high pressure and because the current rises to a maximum with increasing pressure and then falls (see Fig.2), the indicated pressure can be misleading so that the gauge should be used - if higher pressures are to be expected - in conjunction with a higher pressure gauge such as a thermal conductivity type, especially in vacuum system controlled automatically,

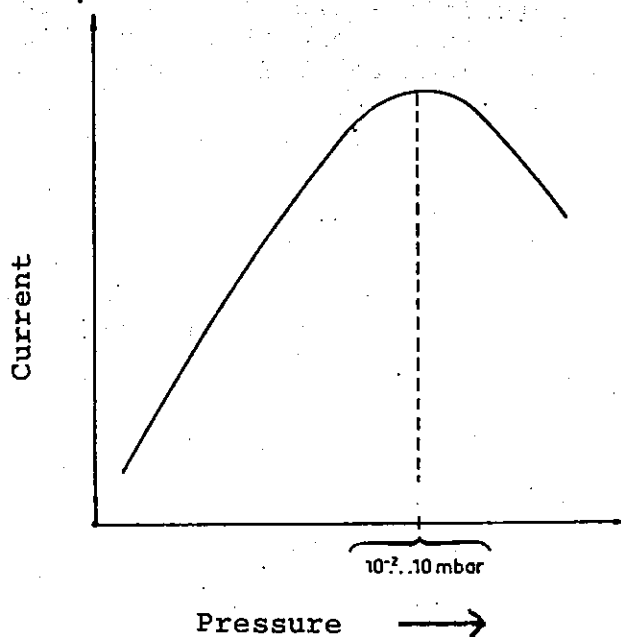


Figure 2 Graph showing the typical pressure/current characteristic for an ionization gauge. Position of maximum is dependent on electric configuration.

- performance can deteriorate considerably with contamination of the active electrode surfaces and because the gauge is not self-cleaning, an error in the indicated pressure reading of at least one decade is possible. Regular cleaning and calibration is therefore essential in some applications.

### 6.2.2 Hot Cathode Type

The pressure range usually covered is 1 mbar to  $10^{-10}$  mbar, the range covered being dependent on the type of electrode geometry and materials of construction. There are three such basic variations as follows:

- a) Simple triode, comprising a hairpin or spiral filament surrounded by a grid of open construction and with an external ion collector assembly; this geometry has an operating range typically  $10^{-3}$  to  $10^{-7}$  mbar.

- b) B.A. type (Bayard-Alpert) of triode construction but with inverted geometry, i.e. having a fine wire ion collector mounted along the axis of the tube, surrounded by a grid of open construction and with external cathode filament or filaments. With this type of electrode geometry the lower level of measurement is extended to about  $10^{-9}$  mbar.
- c) "High-pressure"-type of triode design, often having greatly reduced inter-electrode spacings and with a special filament typically of thoriacoated iridium wire construction, to give high pressure operation typically with a pressure range of 1 to  $10^{-5}$  mbar.

The basic features and operating characteristics common to hot filament ionization gauges as above are:

- the pressure/current characteristic is linear within the recommended operating pressure range,
- the pressure/current relationship is gas dependent so that calibration is usually essential and the pressures are then quoted as nitrogen equivalent pressure,
- the accuracy of measurement is dependent on the cleanliness of the electrode surfaces but in contrast the cold cathode types, the electrodes can be cleaned in-situ either by electron bombardment or by resistive heating,
- to reduce surface area and thereby the amount of out-gassing the electrodes are of light-weight construction, but in consequence the structure is fragile and must be handled with care.

Gauges are available with either a glass or metal envelope and either in the tubulated form or mounted "nude" on a flange.

### 6.3 Installation and Positioning

The gauge head should be mounted as close as possible to the position on the vacuum system where the pressure is required to be measured. It must be connected to the system using a wide bore tubing - preferably with a diameter at least as large as the gauge head envelope - and the length of this connection should be as short as possible in order to minimize errors in accuracy of measurement caused by the conductance of the connecting tubulation, where possible a "nude" gauge head should be used so that the electrode structure can be inserted directly into the vacuum chamber rather than mounted on a side tubulation, provision must be made to prevent externally produced ions or electrons from entering the gauge head, or vice-versa. The performance of the gauge head is sensitive to stray magnetic fields, so the position of the gauge head on the vacuum system must be chosen accordingly, and screening of the head may be necessary.

#### 6.4 Operation

When using the cold cathode type of gauge no delay occurs due to the temperature changes, because the gauge head operates throughout at ambient temperature, however, there is likely to be considerable initial outgassing caused by ion bombardment of the electrodes and surrounding surfaces and appreciable time is sometimes necessary for the surface conditions to stabilize and therefore for stable pressure conditions to prevail. With the hot cathode type adequate time must be allowed for the complete gauge head to reach temperature equilibrium and also pressure equilibrium. This is because during the warm-up period the gauge head surfaces will be outgassing and stability of pressure level and gas composition in the immediate vicinity of the head must be achieved if reliable and accurate measurement is to be made.

Because of these restrictions above it is recommended that gauges should be operated continuously and only switched-off when absolutely essential.

#### 6.5 Protection and Cleaning

##### 6.5.1 Cold Cathode Types

The same precautions should be carried out as for the Hot Filament type, but since PENNING Gauges cannot be cleaned in-situ, the head must be dismantled and cleaned on a regular basis, if reliable repeatable measurement is to be obtained. Cleaning should be carried out to the manufacturer's instructions. In most modern designs of head, the electrode structure has been constructed specifically for ease of assembly and disassembly, with the electrodes designated to be of sufficiently robust construction that the surface can be cleaned by mechanical abrasion.

If the contaminating films are found to be extensive and strongly adherent there may be a temptation to use strong chemical solvents to remove them but this should be avoided whenever possible and if used, then all traces of the chemical must be removed by very thorough washing and drying; generally cleaning by mechanical abrasion has been found by experience to be the most effective and safe method. However, the simplest and cheapest procedure is often to fit a new cathode which generally is readily available from the manufacturer. Baffle plates are frequently fitted in front of the gauge head to reduce contamination (see Fig. 3).

##### 6.5.2 Hot Filament Types

Because the electrodes tend to become contaminated after prolonged operation, especially if operated at higher pressures, then for repeatable reliable measurement, a regular degassing procedure should be followed. Degassing is made usually by electron bombardment of the grid, but in some designs the grid can be outgassed by direct resistive (Joule) heating.

It is most important to follow the manufacturer's instructions when outgassing.

In some applications, for instance on vacuum furnaces, it is important to mount the gauge head in such a position as to avoid ingress of foreign material.

To this end it is often necessary to provide a baffle plate or plates across the end of the gauge head tube to protect it, but care must be taken to ensure that the baffle does not appreciably reduce the conductance to the head. Figure 3 shows a typical arrangement and dimensions.

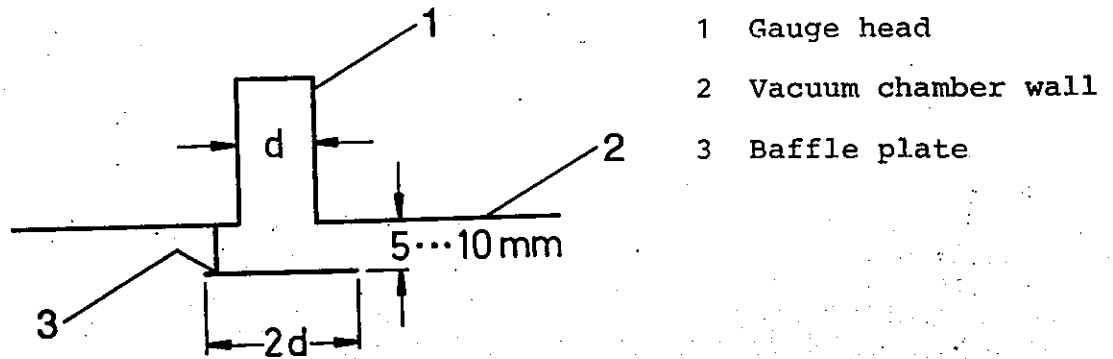


Figure 3 The relative position of a baffle plate in respect to a gauge head

#### 6.6 Measurement Uncertainty and Calibration

For a cold cathode gauge the accuracy of measurement achieved is typically within a factor of two of the reading indicated, but from what has been said previously the accuracy achieved is dependent on the degree of contamination of the electrode surface at the time of measurement.

For a hot cathode gauge the accuracy of measurement is typically  $\pm 15\%$  for pressures down to  $10^{-8}$  mbar provided the electrodes have been adequately degassed and good temperature and pressure stability achieved immediately prior to the measurement being made.

The pressure indicated by all types of ion gauge is an average pressure only, being dependent on the gas composition in the vicinity of the gauge head at the time of measurement and it is therefore common practice to quote the pressure in terms of a nitrogen equivalent pressure.

However, when it is known that the residual atmosphere in the vacuum consists predominantly of a single gas, then the pressure of this gas can be calculated by multiplying the indicated nitrogen equivalent pressure by the appropriate gas calibration factor as supplied by the manufacturer. If more accurate measurement is required when using a known specific gas or gas mixture the gauge head should be calibrated in conjunction with its control unit on a custom-built calibration system where the gas or gas mixture can be introduced to known levels of purity, etc.

Ionization gauges measure number density rather than pressure and since the gas density - in a non-closed system - varies with temperature it is important to ensure in some applications e.g. pressure measurement on vacuum furnaces, that the gas in the gauge head is at approximately the same temperature as that in the region where the pressure is required to be known.



## PRAKTISCHE HINWEISE ZUR VAKUUMMESSUNG

### V O R W O R T

Die in der nationalen und internationalen Normung tätigen Vakuum-Fachleute mußten bei ihren Arbeiten im ISO-Komitee TC 112/SC2 "Messung von niedrigen Drücken und Kalibrieren von Vakuummetern" feststellen, daß zwar die Arbeitsprinzipien dieser Meßgeräte hinreichend verstanden werden, jedoch beim praktischen Einsatz dieser Geräte die hierzu erforderlichen technischen Gesichtspunkte nicht ausreichend berücksichtigt werden. Die Anregung mit einer kleinen Broschüre mit praktischen Hinweisen diese Lücke zu füllen, wurde von dem Komitee SC2 positiv aufgenommen, konnte aber nur teilweise realisiert werden. Die Internationale Organisation PNEUROP<sup>\*)</sup>, als assoziiertes Mitglied von ISO/TC 112, wurde gebeten, den ISO-Entwurf weiter zu bearbeiten und in den drei Sprachen Englisch, Deutsch und Französisch fertigzustellen. Der endgültige Text mit dem Titel "Praktische Hinweise zur Vakuummessung" liegt nunmehr vor. Die Deutsche Arbeitsgemeinschaft Vakuum (DAGV) hat sich nun um die Vervielfältigung der Broschüre bemüht und hofft hiermit den an der Messung niedriger Drücke Interessierten ein für die praktische Arbeit nützliches Hilfsmittel an die Hand zu geben.

### I n h a l t

	<u>Seite</u>
1. Einführung	D 1
2. Allgemeine Hinweise	D 2
3. Flüssigkeits-Vakuummeter	D 3
4. Mechanische Vakuummeter	D10
5. Wärmeleitungs-Vakuummeter	D14
6. Ionisations-Vakuummeter	D18
Anhang A - Meßbereiche der üblichen Vakuummeter	
Anhang B - Verschiedene Positionen von Vakuummetern	

---

\*) PNEUROP - Zusammenschluß der Hersteller von Kompressoren, Vakuumpumpen und Druckluftwerkzeugen aus elf europäischen Ländern.

1. EINFÜHRUNG

Industrielle Vakuumsysteme kommen in vielen Bereichen der Industrie und der fortgeschrittenen Technologie zur Anwendung. Solche Bereiche sind:

- Trocknen und Imprägnieren
- Gefriertrocknung
- Metallurgie
- Aufdampfen und Technologie der dünnen Schichten
- Herstellung von Einkristallen
- Elektronenröhren (Fernsehröhren, Senderöhren)
- Elektronenstrahl-Technologie
- Halbleiter-Technologie etc.

Die Güte des Vakuums, welches in diesen Industriezweigen verwendet wird, hängt von dem einzelnen Prozeß ab und ist für die erfolgreiche Durchführung dieses Prozesses von wesentlicher Bedeutung. Jedes industrielle Vakuumsystem verwendet deshalb eine Anzahl von Vakuummetern für Prüfung und Steuerung der verdünnten Atmosphäre in der Vakuumkammer und in anderen Teilen des Vakuumsystemes.

Es ist die Hauptaufgabe dieser Schrift, denjenigen, die bei industriellen Prozessen mit Vakuum arbeiten, praktische Hinweise darüber zu geben, welche Art von Vakuummetern verwendet werden sollte, über deren Anbringung und Position im Vakuumsystem und die Interpretation der abgelesenen Meßwerte.

Der niedrige Druck - das "Vakuum" -, der in industriellen Vakuumprozessen verlangt wird, liegt selten unter  $10^{-7}$  mbar. Aus diesem Grunde würden Betrachtungen über das Ultrahochvakuum und dessen Messung außerhalb des Rahmens dieser Schrift liegen.

Dem Inhalt dieser Schrift liegen Betrachtungen zu Grunde, die ursprünglich in 2 Ausarbeitungen des ISO/TC 112 - SC2: "Messung von niedrigen Drücken und Kalibrieren von Vakuummetern" diskutiert und als Entwurf in englischer Sprache schriftlich fixiert worden sind. Der englische Text ist daher als Urtext zu verstehen.

2. ALLGEMEINE HINWEISE

2.1 Bedeutung des Begriffes: DRUCK

In der Vakuumtechnik wird die physikalische Größe DRUCK, welche mit dem Formelzeichen  $p$  gekennzeichnet wird, im Sinne von "Kraft pro Flächeneinheit" hauptsächlich für die Konstruktion von Vakuumbehältern und Vakuumkomponenten verwendet, ferner in mechanischen Vakuummetern (s.4.2) und in solchen Vakuum-Anwendungen, welche den Unterschied zwischen atmosphärischem Umgebungsdruck und dem darunter liegenden Arbeitsdruck ausnutzen.



In der Mehrzahl der Vakuum-Anwendungen ist die maßgebliche Größe jedoch nicht der Druck, wie er als Kraft pro Flächeneinheit definiert wird, sondern die zahlenmäßige Dichte (Teilchenanzahldichte) der Moleküle, d.h. die Anzahl der Moleküle pro Volumeneinheit; sie wird mit  $n$  bezeichnet. Aufgrund der einfachen, aber fundamentalen Relation

$$p = n \cdot k \cdot T$$

werden alle Meßwerte in Einheiten von  $p$  gegeben, anstatt von  $n$ .

Da diese Gleichung zusätzlich zu der Boltzmann-Konstante  $k$  die thermodynamische Temperatur  $T$  enthält, muß diese Größe bei Druckmessungen in industriellen Vakuumanlagen besonders beachtet werden, weil die Temperatur im gesamten System häufig nicht überall die gleiche ist.

## 2.2 Arten der Druckmessung

Nicht alle industriellen Vakuumanlagen sind mit Vakuummetern ausgerüstet. Abhängig von der Art der Anlage und der Natur des Prozesses sind oft ein oder mehrere Druckschalter ausreichend. Sie treten in Aktion, wenn die Höhe des Druckes unter oder über einem eingestellten Wert liegt, wobei der momentane Zahlenwert des Druckes nicht von Bedeutung ist.

Die Druckablesung von Vakuummetern ist in vielen Fällen kontinuierlich und kann zusammen mit anderen Parametern des Prozesses unter Verwendung von Schreibern aufgezeichnet werden. Es muß jedoch angemerkt werden, daß Vakuum-Meßgeräte, die nach dem McLeod-Prinzip arbeiten (3.2.2), nur diskontinuierliche Ablesungen des Druckes zulassen; eine Aufzeichnung ist deshalb nicht möglich. Die Skalen in Vakuummeßgeräten sind in vielen Fällen nicht linear; sie ähneln oft logarithmischen Skalen.

Echte logarithmische Skalen gibt es bei Ionisations-Vakuummetern. In vielen dieser Geräte existiert neben der direkten Druckskala noch eine lineare Skala für die Vereinfachung der Ablesung und zur Verwendung bei automatischen Steuersystemen. Digital anzeigende Vakuummeter werden in steigendem Maße auch in industriellen Vakuum-Anlagen verwendet. Die dazugehörigen Netzgeräte sind mit Analog-Ausgängen ausgestattet, die eine Schreiberaufzeichnung der Meßwerte ermöglichen.

## 2.3 Genauigkeit und Nachkalibrieren

Die Genauigkeit der Vakuummeter genügt im allgemeinen den Erfordernissen eines Vakuumprozesses. Diese Tatsache sollte jedoch nicht von der Notwendigkeit ablenken, die Meßzelle (Meßsonde) und das Netzgerät in regelmäßigen Abständen je nach Dauer der Verwendung zu überprüfen. Sobald die Meßwerte

irgendwelche Unregelmäßigkeiten zeigen, sollte eine Fehlersuche durchgeführt werden. Wenn in dem Meßgerät (einschl. Meßzelle und - wenn vorhanden - Netzgerät) ein Fehler gefunden wurde, ist nach der Reparatur ein Kalibrieren erforderlich. Die Anweisungen des Herstellers des Meßgerätes sollten beachtet werden.

Ein Nachlassen der Genauigkeit ist vielfach auf Verschmutzung der Meßzelle zurückzuführen. Die Anzeige des Druckes des zugehörigen Meßgerätes ist nur dann korrekt, wenn die Elektroden und die umgebenden Oberflächen in der Meßzelle sauber sind. In dem Maße, wie die Oberflächen verschmutzt sind, können die Anzeigewerte recht ungenau werden; bei starkem Verschmutzungsgrad kann der Fehler des angezeigten Druckes bis zu 2 Zehnerpotenzen betragen. Die Verschmutzung kann eine Vielzahl von Ursachen haben: zum Beispiel Öldämpfe in unrichtig konstruierten oder betriebenen Anlagen; Fette, die auf schlecht gereinigten Oberflächen geblieben sind; Staub und fein verteiltes Material in industriellen System, wie z.B. in Vakuumöfen, die dann auch Metalldämpfe abgeben, sowie eine Vielfalt von Dämpfen, die z.B. in chemischen Prozeßanlagen oder bei Prozessen der Halbleitertechnologie auftreten. Deshalb muß den Betriebsanweisungen der Hersteller besondere Aufmerksamkeit geschenkt werden, wenn man Vakuummeßgeräte installiert. Während des Betriebes sollten periodische Prüfungen durchgeführt werden, um Veränderungen in der Kalibrierung rechtzeitig zu erkennen. Weiterhin sollte ein Plan für die regelmäßige Reinigung und das Nachkalibrieren aufgestellt werden, um die beim Gebrauch des Gerätes erforderliche Genauigkeit aufrechtzuerhalten. In dieser Schrift werden bei der Behandlung der einzelnen Meßgerätetypen noch genauere Empfehlungen zur Begrenzung der Verschmutzung und Aufrechterhaltung der Anzeigegenauigkeit gegeben.

Das Nachkalibrieren erfolgt am besten in betriebseigenen Einrichtungen. Wo solche nicht vorhanden sind, wende man sich entweder an den Hersteller des betreffenden Vakuummeters oder an einen staatlich anerkannten Kalibrierdienst. In der Bundesrepublik Deutschland ist dies der Deutsche Kalibrierdienst (DKD) der PTB (Physikalische-Technische-Bundesanstalt) in 5 Köln 51, Gaedestr.

#### 2.4 Interpretation der abgelesenen Druckwerte

Die Meßgeräte, die in dieser Schrift behandelt werden, - mit Ausnahme des McLeod-Vakuummeters und wenn keine Kühlfalle verwendet wird - zeigen den im System herrschenden Totaldruck an, d.h. die Summe der Partialdrücke der kondensierbaren und nicht kondensierbaren Gase und Dämpfe. Dies ist besonders dann zu berücksichtigen, wenn zwischen dem Partialdruck der Dämpfe und dem Partialdruck der nicht kondensierbaren Gase unterschieden werden muß; denn in vielen praktischen Situationen besteht die Gasatmosphäre, deren Druck gemessen werden soll, aus einer Mischung von Gasen und Dämpfen. Darüber hinaus ist die Anzeige von Wärmeleitungs- und Ionisations-Vakuummetern von der Gasart abhängig. Man ist grundsätzlich übereingekommen, die Kalibrierung dieser Vakuummeter auf Stickstoff zu beziehen, so daß die Druckanzeige für alle anderen Gase oder Gasmischungen als

"Stickstoff-Äquivalent"-Druck anzusehen ist.

Um zu dem tatsächlichen (wahren) Druck zu kommen, muß

- a) im Falle eines bekannten einzelnen Gases, welches nicht Stickstoff ist, der abgelesene Wert mit dem Gas-Korrekturfaktor multipliziert werden, der vom Hersteller in der Betriebsanweisung angegeben ist,
- b) im Falle einer Gasmischung zunächst eine quantitative Gasanalyse durchgeführt werden; auf die dabei gefundenen Komponenten der Gasmischung sind dann die jeweiligen Gas-Korrekturfaktoren anzuwenden.

In den meisten praktischen Fällen ist jedoch die Ablesung des Stickstoff-Äquivalentwertes ausreichend.

### 3. FLÜSSIGKEITSVAKUUMMETER

#### 3.1 Allgemein

Flüssigkeitsvakuummeter sind fast immer aus Glas hergestellt und enthalten Quecksilber als Meßflüssigkeit, aber auch Öl findet gelegentlich Verwendung. Wegen Bruchgefahr des Glases und der Möglichkeit des Ausfließens des Quecksilbers und daraus resultierender Gesundheitsgefährdung werden derartige Meßgeräte verhältnismäßig selten in industriellen Vakuumsystemen verwendet.

Zwei Bauarten müssen hier betrachtet werden:

- a) U-Rohr-Vakuummeter
- b) McLeod-Vakuummeter

#### 3.2 Typen von Meßsystemen

##### 3.2.1 U-Rohr-Vakuummeter

- a) Mit Hg-Füllung

Ein U-Rohr - manchmal auch Quecksilbermanometer genannt - mißt in einem Druckbereich von Atmosphärendruck bis ca. 1 mbar. Es arbeitet durch die direkte Messung der Höhendifferenz der Flüssigkeitssäulen in den zwei Armen eines U-Rohres, wenn ein Arm unter Atmosphärendruck steht und der andere mit dem Vakuumsystem verbunden ist. Dies bezieht sich auf den sogenannten "offenen" Typ des U-Rohr-Vakuummeters. Ein anderer Typ ist der sogenannte geschlossene Typ, wobei ein Arm geschlossen und evakuiert ist und der andere Arm mit dem Vakuumsystem in Verbindung steht. Die Differenz in der Höhe der Flüssigkeit in den zwei Armen ist ein Maß für den absoluten Druck in dem System.

Der mit dem offenen U-Rohr abgelesene Wert ist vom herrschenden Atmosphärendruck abhängig. Die untere Grenze des ablesbaren Druckes wird durch die Möglichkeit bestimmt, einen Quecksilberniveauunterschied noch genau ablesen zu können. Sie liegt ungefähr bei 1 mm, wenn man mit bloßem Auge abliest und bei 0,5 mm, wenn man ein Kathetometer verwendet. Unsauberes Quecksilber und verschmutztes Glas sind jedoch oft für viel größere Meßfehler verantwortlich. Zur Vermeidung von Fehlern ist es auch wichtig, daß das U-Rohr aus Rohren hergestellt wird, die einen inneren Durchmesser von nicht weniger als 10 mm haben.

b) Mit Öl-Füllung

Ein ölgefülltes Manometer kann eine Empfindlichkeit erbringen, die je nach dem verwendeten Öl 10 bis 15 mal größer ist als die eines mit Quecksilber gefüllten Gerätes. Eine weitere Vergrößerung der Empfindlichkeit dann durch das Schrägstellen der Flüssigkeitssäule erzielt werden. Der offensichtliche Vorteil von Öl geht jedoch oft durch die besondere Schwierigkeit, das Öl in gutem Entgasungszustand zu halten, wieder verloren.

3.2.2 McLeod-Vakuummeter

Das McLeod arbeitet im Druckbereich von 10 mbar bis  $10^{-5}$  mbar. Geometrische Überlegungen jedoch begrenzen üblicherweise den Bereich des jeweiligen Instrumentes auf 4 Zehnerpotenzen. In dem Gerät wird ein bestimmtes Volumen des Gases, dessen Druck bestimmt werden soll, abgesperrt, in eine abgeschlossene Kapillare komprimiert und der Druck des komprimierten Gases wird gemessen. Daraus wird unter Verwendung der Gerätekonstante der Druck des nicht komprimierten Gases bestimmt (3.5.2).

Das McLeod mißt direkt den Totaldruck in mbar, und das Ergebnis ist unabhängig von der Gaszusammensetzung. Wenn kondensierbare Dämpfe vorhanden sind und die Kompression so hoch ist, daß Kondensation eintritt, erhält man ein fehlerhaftes Meßergebnis.

Das McLeod hat den großen Vorteil, daß es ein absolutes Meßgerät ist, weil der Druck aus den festliegenden Abmessungen des Gerätes errechnet werden kann, das Gerät also nicht mit einem anderen Druckmeßgerät als Bezugsgerät kalibriert werden muß. Dies hat dazu geführt, daß das McLeod vielfach zum Kalibrieren anderer Vakuummeter mit weitgehend gleichem Druckbereich verwendet wurde.

Vor allem wegen der vergleichsweise umständlichen Handhabung des McLeod (keine kontinuierliche Druckmessung) benutzt man heute zum Kalibrieren von Vakuummetern andere, leichter zu bedienende und noch genauer messende Bezugsgeräte.

Wenn kondensierbare Dämpfe im Vakuumsystem vorhanden sind, sollte verhindert werden, daß sie in das Gerät eindringen, da jede Kondensation erhebliche Verluste an Genauigkeit und große Schwierigkeiten bei der Reinigung und Trocknung des Quecksilbers und der Glasoberflächen mit sich bringt. Das Zwischenschalten einer Kühlfalle mit flüssigem Stickstoff in die Vakuumleitung

zum Gerät verhindert derartige Verschmutzungen, aber die Kühlfalle wirkt auch als Pumpe, sowohl für Quecksilberdampf aus dem Gerät heraus als auch für Dämpfe aus dem System. Dieses Strömen von Dampf, vorzugsweise von Hg-Dampf zur Kühlfalle hin ergibt einen Meßfehler. Bei korrekter Leitungsauslegung kann dieser Fehler jedoch innerhalb allgemein akzeptierbarer Grenzen gehalten werden (s. 3.3).

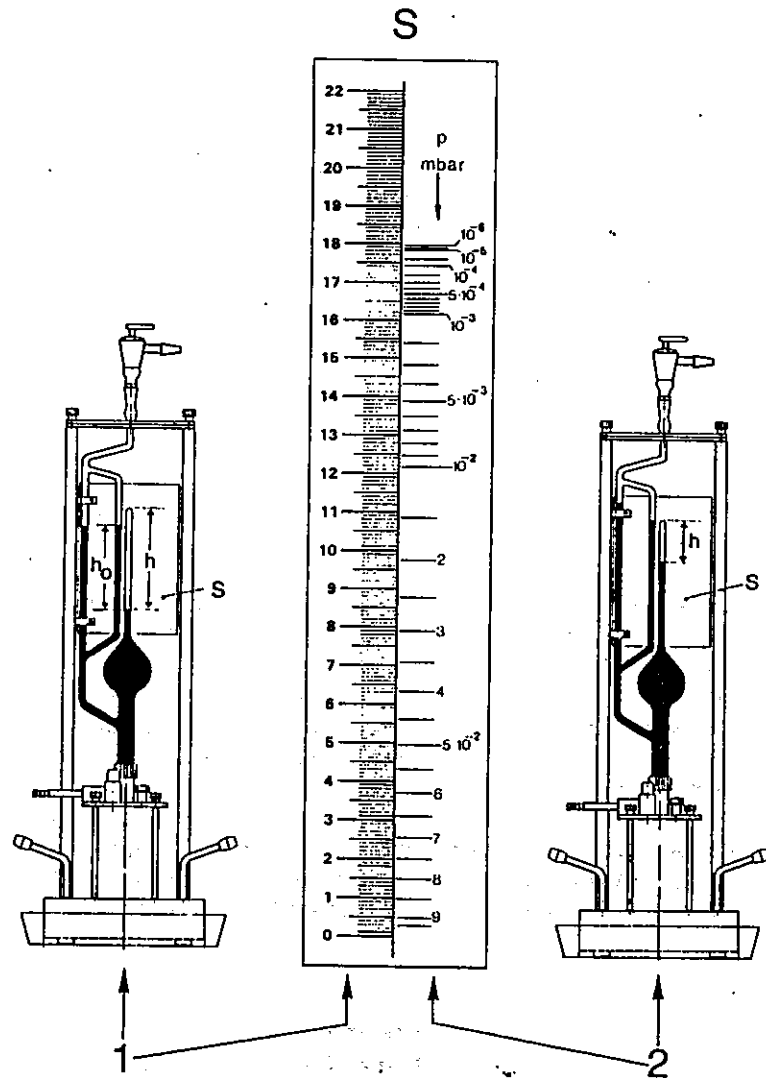


Fig. 1 McLeod Meßgerät (Arbeitsweise s. 3.5.2)

1 - lineare Skala

2 - quadratische Skala

$h$  und  $h_0$  werden  
abgelesen

$h$  wird abgelesen

Eine untere Grenze des Druckes von ca.  $10^{-5}$  mbar ergibt sich aus dem praktisch realisierbaren Kompressionsverhältnis. Dieses wird durch zwei Faktoren bestimmt: dem Volumen und damit der Menge an Quecksilber, welche noch gefahrlos gehandhabt werden kann, und dem kleinsten Durchmesser der Kapillare, bei dem das Quecksilber noch nicht "klebt" oder die Quecksilbersäule noch nicht abreißt.

Diese Probleme und die geometrischen Ungenauigkeiten bei der Herstellung der Glasgeräte zusammen mit den Ablesefehlern und den Verschmutzungen im Quecksilber und auf den Glasoberflächen legen in den meisten praktischen Anwendungsfällen die untere Meßgrenze bei ca.  $10^{-4}$  mbar fest.

Eine vereinfachte Ausführung des McLeod, in welcher das Quecksilber durch Drehung des gesamten Mechanismus um einen Winkel von ca.  $90^\circ$  in den Kompressionsraum gefördert wird, wird häufig benutzt. Sie arbeitet im Druckbereich von 10 bis  $10^{-3}$  mbar, aber es können nur jeweils 3 Zehnerpotenzen in einem Gerät ausgenutzt werden.

### 3.3 Einbau und Positionierung

#### 3.3.1 U-Rohr (mit Quecksilberfüllung)

Das Instrument sollte zur leichteren Ablesung "in Augenhöhe" eingebaut und zur Vermeidung von Fehlern durch parallaktische Ablesung mit einer Spiegel-Skala versehen werden. Die Arme des U-Rohres müssen ausreichend lang sein, damit die Quecksilbersäule bei schnellen Druckänderungen nicht infolge ihrer Trägheit über das Ende des Rohres hinausschießt und in das Vakuumsystem gelangt. Ebenso sollte zwischen dem Instrument und dem Vakuumsystem ein Behälter angebracht werden, welcher groß genug ist, um notfalls die gesamte Quecksilbermenge aufnehmen zu können. Dies ist erforderlich, weil beim evtl. Bruch des U-Rohres alles Quecksilber in das Vakuumsystem übertreten könnte. Weiterhin sollten wegen des Gewichtes des Quecksilbers und der bei schneller Bewegung auftretenden Kräfte die Schlauchverbindungen mechanisch entsprechend abgesichert werden.

#### 3.3.2 McLeod

Das McLeod, sei es vom konventionellen oder vom drehbaren Typ, sollte mit seiner Skala in Augenhöhe eingebaut werden, um die Ablesung zu erleichtern; es sollte zur Vermeidung von Fehlern infolge Parallaxe mit einer Spiegelskala versehen werden. Eine Kühlfalle mit flüssigem Stickstoff sollte zwischen dem Meßgerät und dem Vakuumsystem eingebaut werden, um alle kondensierbaren Dämpfe abzufangen, die das Quecksilber und die Oberflächen des Gerätes verunreinigen und damit Meßfehler verursachen können. Die Kühlfalle wirkt jedoch auch als Pumpe für Dämpfe, insbesondere Quecksilberdämpfe; die Dampfströme, die vorzugsweise von dem Meßgerät zur Kühlfalle fließen, können Meßfehler zur Folge haben. Diese können jedoch auf weniger als 5% reduziert werden, wenn man die Vakuumverbindung zwischen dem Meßgerät

und der Kühlfalle in der Länge so kurz wie möglich macht und einen kleinen Innendurchmesser, etwa 6 mm, verwendet. Die Größenordnung des Fehlers hängt auch von der Umgebungstemperatur ab, so daß das Meßgerät dementsprechend am Vakuumsystem angebracht werden sollte. Verschiedene Parameter des Meßgerätes, die die Genauigkeit der Messung beeinflussen, sind temperaturabhängig. Deshalb sollte für genaue reproduzierbare Messungen die Temperatur des gesamten Instrumentes über die Dauer des Evakuierungszyklus konstant gehalten werden.

### 3.4 Schutz und Reinigung

Sowohl U-Rohr als auch McLeod sind zerbrechlich. Deshalb werden Schutzeinrichtungen, z.B. transparente Plastikabschirmungen gegen Beschädigung und Bruch, dringend empfohlen.

Um wesentliche Meßfehler zu vermeiden, müssen alle inneren Glasoberflächen regelmäßig und gründlich unter Verwendung von geeigneten Reinigungsmitteln gesäubert und dann getrocknet werden, wobei die Verfahren, die in den Anweisungen des Herstellers empfohlen werden, genau zu beachten sind.

Es ist besonders wichtig, daß die Geräte dann wieder mit dreifach destilliertem getrocknetem Quecksilber gefüllt werden, um Oberflächenkontamination zu vermeiden.

Es wird dringend empfohlen, daß, wenn eben möglich, das Gerät unter Vakuum gehalten wird; auf diese Weise behält das Gerät seine Sauberkeit und Meßgenauigkeit für wesentlich längere Zeit.

### 3.5 Messung und Kalibrierung

#### 3.5.1 U-Rohr

Die Druckmessung erfolgt durch Messen des Höhenunterschiedes zwischen den beiden Säulen, d.h. vom oberen Ende der einen Kuppe zu dem der anderen Kuppe der Meßflüssigkeit mit Hilfe einer genauen Spiegelskala, die hinter dem Rohr montiert ist. Für größte Genauigkeit sollte ein Kathetometer verwendet werden.

Um ein Kleben des Quecksilbers an den Wänden zu vermeiden, kann man die Säule durch leichtes Klopfen in Bewegung halten. Eine Gesamtmeßgenauigkeit der Niveaudifferenz bis auf ca.  $\pm 0,5$  mm kann bei Verwendung eines Kathetometers erreicht werden und bis auf ca.  $\pm 1$  mm bei Ablesung mit dem bloßen Auge.

#### 3.5.2 McLeod

Fig. 1 zeigt die allgemeine Konstruktion des Mc-Leod-Vakuometers und gibt Beispiele für die beiden möglichen Meßmethoden. Die Methode, die in dem linken Diagramm gezeigt ist (lineare Skala), ist diejenige, bei der man das Quecksilberniveau in der "offenen" Kapillare so lange steigen läßt, bis das Quecksilber in die geschlossene Kapillare steigt.

Die beiden Höhe  $h$  und  $h_0$  werden auf der linken in mm eingeteilten Skala abgelesen.

Der Druck  $p$ , der bestimmt werden soll, ist gegeben durch

$$p = h \cdot h_p \cdot K$$

wobei  $K$  die Konstante des jeweiligen Gerätes ist. Der Wert von  $K$  ist üblicherweise von dem Hersteller des McLeod-Vakuummeters auf der Skala angegeben, ausgedrückt in geeigneten Einheiten, so daß der Wert von  $p$ , wenn er mit der obigen Formel berechnet wird, sich in Millibar (mbar) ergibt.

Die Methode, die in dem rechten Diagramm gezeigt ist, quadratische Skala, ist die häufiger verwendete. Dabei wird das Quecksilber so lange angehoben, bis sein Niveau in der offenen Kapillare sich auf der Höhe des oberen Endes der geschlossenen Kapillare befindet. Dies ergibt eine quadratische Gesetzmäßigkeit\*) bei der Messung, die auf der rechten Skala angegeben ist. Diese Skala ist üblicherweise direkt in mbar kalibriert.

#### 4. MECHANISCHE VAKUUMMETER

##### 4.1 Allgemein

Mechanische Meßgeräte sind direkt ablesbare Instrumente, die den Druck direkt und unabhängig von der Gaszusammensetzung messen, indem sie die Durchbiegung einer biegsamen Membrane oder eines Federbalges, erzeugt durch den Aufprall der Gasmoleküle, anzeigen. Sie werden vielfach in der Industrie verwendet, um den Druck von Gasen und/oder Dämpfen im Grobvakuumgebiet, d.h. von Atmosphärendruck bis zu ca. 1 mbar zu messen, obgleich die untere Meßgrenze durch Verwendung spezieller Konstruktionen bis ca.  $10^{-4}$  mbar ausgedehnt werden kann.

##### 4.2 Typen von Meßgeräten

Es gibt im wesentlichen 4 Typen von Geräten:

- a) Bourdonrohr
- b) Aneroidkapsel
- c) Membranvakuummeter
- d) Kapazitätsmanometer

4.2.1 In dem Bourdon-Vakuummeter, welches meist aus einem gebogenen Rohr besteht, erzeugt eine Änderung des Druckes innerhalb des Rohres eine Änderung der Biegung, welche mechanisch auf einen Zeiger übertragen wird. Das Gerät überstreicht den Druckbereich von Atmosphärendruck bis ca. 10 mbar. Da das gebogene Rohr von Atmosphärendruck umgeben ist, muß die Eichung den örtlichen barometrischen Druck zum Zeitpunkt der Messung berücksichtigen.

\*) d.h. einer doppelten Höhe  $h$  entspricht der vierfache Druck



- 4.2.2 Der Druck, welcher von Kapsel- oder Membranvakuummetern angezeigt wird, ist in den meisten Fällen unabhängig vom Atmosphärendruck, weil im allgemeinen beide Typen die Druckdifferenz gegenüber einem festen Bezugsdruck (entweder innerhalb der Kapsel oder auf der anderen Seite der Membrane) anzeigen. Dieser Bezugsdruck ist gegenüber dem zu messenden Druck sehr klein. Die Geräte überdecken den Druckbereich von Atmosphärendruck bis 1 mbar. Eine weitere Art von Membranvakuummetern verwendet eine Halbleiter-Meßsonde, in deren Membran eine aus Halbleitern bestehende Brückenschaltung integriert ist, die bei mechanischer Spannung der Membran ein piezoelektrisches Signal liefert, das der mechanischen Spannung proportional ist und damit dem Druck, der diese Spannung erzeugt.
- 4.2.3 Das Kapazitätsvakuummeter mißt die Änderung der elektrischen Kapazität zwischen einer festen Platte und einer Membran, welche sich aufgrund der Änderung der Kraft, die durch den Aufprall der Gasmoleküle ausgeübt wird, bewegt. Es existieren zwei Versionen, die eine bei der die Änderung der Kapazität gemessen wird, die andere bei der die Rückstellkraft gemessen wird, die erforderlich ist, um den Abstand und damit die Kapazität konstant zu halten. Der Meßbereich reicht von Atmosphärendruck bis ungefähr  $10^{-4}$  mbar, wobei jedoch höchstens fünf Dekaden von einer Meßsonde erfaßt werden können. Für die verlässliche Messung von niedrigen Drücken muß die Umgebungstemperatur in engen Grenzen konstant und der Meßkopf frei von Vibrationen gehalten werden.

#### 4.3 Anbau und Positionierung

Die Meßgeräte bzw. Meßsonden werden mit Hilfe von Kleinflanschverbindungen an dem Vakuumsystem befestigt. Im allgemeinen werden sie in lotrechter Stellung mit dem Flansch nach unten angebracht, um zu vermeiden, daß Flüssigkeiten oder Feststoffe in das Meßsystem gelangen. Vielfach ist auch eine horizontale Montage möglich; hierzu müssen die Anweisungen des Herstellers beachtet werden. (S. Anhang B).

Wo eben möglich, sollten die Meßgeräte bzw. Meßsonden an einer Stelle montiert werden, die frei von mechanischen Vibrationen ist. Wenn notwendig sollte Vorsorge getroffen werden die Vibrationen abzufangen, z.B. durch Verwendung einer flexiblen Verbindung zwischen Druckmeßgerät und Vakuumsystem. Dies ist besonders bei der Verwendung von Kapazitätsvakuummetern zu beachten.

Das Verhalten aller dieser Vakuummeter ist temperaturabhängig; die Anweisungen des Herstellers für Umgebungstemperaturbegrenzungen müssen deshalb sehr genau beachtet werden, sowohl in Bezug auf die Änderung der Raumtemperatur als auch auf Änderungen der Temperatur des Vakuumsystems.

#### 4.4 Schutz und Reinigung

Wenn das Meßgerät an einem System verwendet wird, in dem der Druck, wenn auch nur kurzzeitig, bis über den Atmosphärendruck ansteigt, müssen spezielle Vorkehrungen getroffen werden, um den Mechanismus mechanischer Meßgeräte zu schützen. Die Gebrauchsanweisung des Herstellers muß genau befolgt werden; es ist ganz allgemein zu empfehlen, als vorbeugende Maßnahme ein geeignetes Absperrventil oder einen Druckschalter zwischen dem Meßgerät und Vakuumsystem vorzusehen.

Das Meßgerät sollte nicht gegenüber einem Gaseinlaß montiert werden (s. Anhang B, Bild d), weil Druckstöße die Lebensdauer des Mechanismus wesentlich verkürzen können; es kann deshalb vorteilhaft sein, eine Prallplatte vor der Eintrittsöffnung zu dem Meßsystem einzubauen, um es gegen plötzliche Druckänderungen zu schützen.

Alle Vakuummeßgeräte, die in industriellen Grobvakuumssystemen eingesetzt sind, sind im allgemeinen beträchtlicher Verschmutzung chemischer und/oder physikalischer Natur ausgesetzt. Da jede Art Verschmutzung die Leistungsfähigkeit, die Genauigkeit und die Lebensdauer des Instruments herabsetzt, sind vorbeugende Maßnahmen, einschließlich regelmäßiger Reinigung, dringend zu empfehlen. Wenn erforderlich sollte ein Filter in die Zuleitung zum Meßsystem eingebaut werden, aber es muß so konstruiert sein, daß es eine ausreichende Leitfähigkeit hat, damit korrekte Druckanzeige sichergestellt ist.

Die Anwesenheit chemisch reaktiver Gase führt zu Korrosion des Meßsystems, besonders der Kapsel oder der Membran sowie der mechanischen Verbindungen. Einige moderne Konstruktionen verwenden, wo es eben möglich ist, korrosionsbeständige Materialien. Korrosion kann bei bestimmten Anwendungen sehr heftig sein und sehr schnell entstehen; darauf sollte bereits bei der ersten Auswahl eines Meßgerätes Rücksicht genommen werden.

Physikalische Verunreinigungen, wie Staub, Ablagerungen oder feste oder flüssige Kondensate können beträchtliche Verschiebungen in der Kalibrierung und der Ansprechzeit hervorrufen, so daß regelmäßige Inspektionen und Reinigungen mit geeigneten Reinigungsmitteln (gemäß Anweisungen des Herstellers) notwendig sind. Darüber hinaus ist es sehr wichtig, daß ein eingebautes Filter häufig überprüft und regelmäßig ersetzt wird.

#### 4.5 Messung und Kalibrierung

Im allgemeinen sollten die einfachen Typen von mechanischen Meßgeräten eher als Druckanzeiger betrachtet werden, anstatt als genaue Meßgeräte. Dies ist für die meisten industriellen Anwendungen mehr als ausreichend. Eine Meßunsicherheit von  $\pm 10\%$  des Vollausschlages ist im allgemeinen zu erreichen und mit einigen neueren Konstruktionen, wenn sie in gutem Zustand gehalten werden, sogar  $\pm 5\%$ . Das Kapazitätsvakuummeter kann als Präzisionsmeßinstrument verwendet werden und auch als (sekundärer) Standard, gegen welchen andere Meßgeräte kalibriert werden. Dieses Leistungsniveau kann aber nur in Prüflaboratorien unter besten Arbeitsbedingungen erreicht und laufend aufrecht erhalten werden.

Es ist zu empfehlen, nach jeder Reinigungsprozedur eine Neukalibrierung des Gerätes vorzunehmen. Dazu kann atmosphärische Luft benutzt werden.

Das neuerliche Kalibrieren wird durch Vergleich mit einem Bezugsmeßgerät des gleichen Typs, vorzugsweise eines Präzisionsgerätes als Sekundäreichgerät durchgeführt. Im Druckbereich von 1013 bis 10 mbar kann ein quecksilbergefülltes U-Rohr als Referenzgerät verwendet werden. Da die Skala von mechanischen Meßgeräten üblicherweise fest eingebaut und nicht zugänglich ist, sollte man das Ergebnis des Nachkalibrierens in einer Tabelle festhalten.

## 5. WÄRMELEITUNGS-VAKUUMMETER

### 5.1 Allgemein

Dem Meßprinzip von Wärmeleitungs-vakuummetern liegt die Änderung der Wärmeleitfähigkeit eines Gases bei niedrigen Drücken zu Grunde. Zwei Typen von Meßgeräten sind gebräuchlich: Das PIRANI-Vakuummeter und das thermoelektrische Vakuummeter. Sie arbeiten im allgemeinen in einem Druckbereich von 100 bis  $10^{-4}$  mbar, obgleich die obere Grenze durch eine spezielle Konstruktion bis zum Atmosphärendruck angehoben werden kann.

Im PIRANI-Vakuummeter wird die Änderung des elektrischen Widerstandes eines geheizten Drahtes gemessen, da seine Temperatur und damit sein elektrischer Widerstand sich mit der Wärmeableitung durch das umgebende Gas ändert. Die Widerstandsänderung wird in einer WHEATSTONE-Brücke festgestellt.

Das thermoelektrische Vakuummeter arbeitet nach dem gleichen Prinzip, aber wie sein Name besagt, dient ein Thermoelement dazu, die Änderung der Temperatur eines geheizten Drahtes mit der Änderung des Gasdruckes direkt zu messen. In beiden Typen ist die Druck-Charakteristik gasabhängig und nicht linear.

### 5.2 Typen und Meßsonden

Es gibt drei grundlegende Typen von PIRANI-Meßsonden:

- a) Der einfachste Typ besteht aus einem dünnen, mäßig erhitzten Draht, der in der Achse eines ihn umgebenden Rohres montiert ist, welches normalerweise einen Durchmesser von 1 cm hat. Der Draht bildet einen Arm einer WHEATSTONE-Brücke, die bei konstanter Spannung arbeitet, und es wird der Strom gemessen, der in der Brücke fließt, wenn der Widerstand des Drahtes sich ändert. Das Anzeigergerät ist in Druckeinheiten geeicht. Der typische Meßbereich liegt zwischen  $10^{-3}$  und einigen mbar. Die Temperatur des Drahtes ändert sich mit dem Druck. Bei hohem Druck hat er etwa Umgebungstemperatur, bei Feinvakuum erreicht er maximal etwa 300 °C.

- b) Eine kompliziertere Version, die einen wesentlich dünneren Heizdraht benutzt und eine spezielle Widerstandswicklung enthält, die eine gute Kompensation gegen Änderungen der Umgebungstemperatur bietet. Die WHEATSTONE-Brücke wird in der Version b) mit variabler Eingangsleistung betrieben, die den erhitzten Draht auf konstanter Temperatur hält, wenn der Druck sich ändert. Die Leistung des Gerätes ist in verschiedener Hinsicht verbessert: Der Druckmeßbereich ist erweitert und erstreckt sich von  $10^{-3}$  mbar bis mindestens 100 mbar, bei noch hinreichend vernünftiger Empfindlichkeit bis 500 mbar oder mehr. Die Ansprechzeit auf schnelle Druckänderungen ist wesentlich verkürzt. Der Bereich der Umgebungstemperatur, in dem das Gerät zuverlässig arbeitet, ist erheblich vergrößert.
- c) Eine Meßsonde höherer Empfindlichkeit mit vier Drahtelementen, von denen zwei Elemente unter gutem Vakuum in kleine Gehäuse eingedichtet sind und die beiden anderen Elemente die eigentlichen Meßsonden bilden. Die Drahtelemente bilden die vier Arme einer WHEATSTONE-Brücke. Das Instrument mißt mit guter Auflösung und Genauigkeit bis  $10^{-4}$  mbar bei sehr guter Kompensation der Umgebungstemperatur.

Das thermoelektrische Vakuummeter ist ein einfaches Gerät mit nur einem Element, welches in einem Druckbereich von 10 bis  $10^{-3}$  mbar arbeitet, jedoch jeweils begrenzt auf drei Dekaden. Eine Erhöhung der Empfindlichkeit ist durch die Verwendung eines mehrfachen Thermoelementes möglich.

### 5.3 Einbau und Positionierung

Vorzugsweise sollte die Meßsonde lotrecht eingebaut werden mit dem Vakuumanschluß nach unten. Dadurch wird verhindert, daß Partikel oder Flüssigkeiten in die Sonde gelangen, die das Elektrodensystem beschädigen könnten (s. Anhang B). Die Leistung wird durch die räumliche Orientierung nicht beeinflusst. Es gibt jedoch einen gewissen Hinweis darauf, daß die Einstellung des "Atmosphäre"-Potentiometers von der räumlichen Orientierung der Meßsonde abhängig ist. Der Effekt ist besonders an der oberen Grenze von "Hochdruck"-PIRANI-Meßsonden mit einem Meßbereich bis 100 mbar oder mehr bemerkbar.

Vakuumverbindungen sollten kurz und weit sein, mit einem Durchmesser der Rohrleitungen mindestens so groß wie die Öffnung der Meßsonde, um sicherzustellen, daß die Leitfähigkeit der Verbindung zwischen Meßsonde und Vakuumsystem die Druckanzeige nicht beeinflusst.

Es ist auch wichtig, daß die Meßsonde so nahe wie möglich bei der Stelle angebracht wird, an der man den dort herrschenden Druck messen will. Wärmeleitungs-Vakuummeter sind jedoch temperaturabhängige Geräte, und wenn auch die Änderungen der

Umgebungstemperatur kompensiert werden, ist es wichtig, die Meßsonde möglichst weit weg von Stellen hoher Temperatur einzubauen; sie sollten vorzugsweise in Bereichen angebracht werden, wo die Umgebungstemperatur niedrig und im wesentlichen konstant, normalerweise in dem Bereich von 15 bis 25°C bleibt. Dies gilt auch für das Netz- bzw. Anzeigegerät. Dabei sind auch immer die Anweisungen des Herstellers zu berücksichtigen. Es muß also festgehalten werden, daß ein systematischer Fehler in der Messung auftreten kann, wenn die Temperatur der Meßsonde von der Temperatur des Gases im Vakuumsystem abweicht.

#### 5.4 Schutz und Reinigung

Die Meßsonde kann durch die Verwendung eines porösen Filters oder durch ein optisch dichtes Baffle gegen Beschädigung durch Partikel oder plötzlichen Druckanstieg geschützt werden. Das optisch dichte Baffle, welches aus einer Reihe von Prallblechen bestehen kann, muß so konstruiert sein, daß seine Leitfähigkeit ausreichend groß ist, um die Meßsonde in die Lage zu versetzen, den wirklichen Druck im System anzugeben. Diese Forderung ist auch besonders wichtig, wenn ein poröses Filter verwendet wird. Es ist so auszuwählen, daß es eine ausreichend hohe Leitfähigkeit hat, aber auch hinreichend große Poren, damit das Filter nicht so leicht durch Partikel oder Kondensate verstopft wird. Das poröse Filter kann besonders effektiv sein in Anwendungen, wie z.B. der Stahlgasung oder in Wärmebehandlungsöfen für Metalle, wo innerhalb der Vakuummkammer erhebliche Mengen von feinem Staub anfallen können. Wenn auch ein verstopftes Filter manchmal gereinigt werden kann, ist es grundsätzlich zweckmäßiger, ein neues Filter einzusetzen.

Wärmeleitungs-Vakuummeter sind sichere Geräte in dem Sinne, daß sie nicht beschädigt werden, wenn sie dem atmosphärischen Druck ausgesetzt werden oder bis zu diesem Druck in Betrieb sind. Die Charakteristik des Gerätes kann sich aufgrund von Kontamination des Widerstandsdrahtes bei hohem Druck, besonders in Anwesenheit von Öldämpfen ändern. Der Effekt zeigt sich durch eine offensichtlich höhere Druckanzeige als zu erwarten.

Die Reinigung einer Meßsonde, in der sich Staubpartikel oder andere Fremdkörper oder Wasser- oder Öldampf angesammelt haben, wird durch Spülen mit einem milden Lösungsmittel, z.B. Methanol, erreicht. Danach wird die Sonde sorgfältig mit destilliertem Wasser ausgewaschen und gründlich getrocknet. Die Kontamination der Oberfläche eines Wolfram-Heizdrahtes kann jedoch irreversible Veränderungen in dessen Oberflächenzustand und damit seiner Betriebscharakteristik hervorrufen, so daß die Wiederherstellung der Original-Betriebsdaten durch die Reinigung nicht immer möglich ist. Der Heizdraht kann normalerweise nicht durch Ausglühen bei hohem Heizstrom gereinigt werden. Es ist grundsätzlich nicht gut, die Heizdrahttemperatur auf eine für einen befriedigenden Reinigungseffekt ausreichende Höhe zu bringen.

In der Praxis ist es im allgemeinen vorzuziehen, ein kontaminiertes PIRANI-Heizelement durch ein neues zu ersetzen, oder, oft noch einfacher und schneller, die komplette Meßsonde zu ersetzen, da solche Sonden jetzt entsprechend billig und für leichten und effektiven Ersatz konstruiert sind.

## 5.5 Messung und Kalibrieren

Die Anzeige der Meßsonde ist von der Zusammensetzung der gemessenen Atmosphäre abhängig und deshalb geben Eichdaten und Geräteskalen allgemein Stickstoffäquivalentwerte an. In vielen praktischen Situationen, in denen Vakuum eine Mischung von Gasen und Dämpfen enthält, gibt das Meßgerät nur einen Durchschnittswert für den Druck an.

Wenn man unter guten Vakuumbedingungen und in reiner, trockener Stickstoff- oder anderer Inertgas-Atmosphäre arbeitet, kann man eine Genauigkeit und Reproduzierbarkeit der Druckmessung von ca. 10% des in der Mitte des Druckmeßbereiches der jeweiligen Meßsonde abgelesenen Wertes erwarten.

In einer Gasatmosphäre von gemischter Zusammensetzung oder in einem Einzelgas mit Charakteristiken, die wesentlich von der des Stickstoffes abweichen, können die mit einem für Stickstoff geeichten Meßgerät ermittelten Werte sehr fehlerhaft sein; der Effekt ist bei hohen Drücken besonders groß.

Dieser Effekt drückt sich noch mehr aus und die Möglichkeit von Fehlern ist weit größer bei Wärmeleitungsvakuumrtern, die nach dem Konvektionsprinzip arbeiten, um den Meßbereich bis zum Atmosphärendruck zu erweitern. Es ist deshalb große Vorsicht geboten, und es sollte bei der Verwendung eines solchen Meßgerätes den Anweisungen des Herstellers besondere Beachtung geschenkt werden, vor allem bei Gasmischungen und sicherlich dann, wenn das Gerät benutzt wird, um eine Schalt- oder Schutzfunktion in einem System zu übernehmen. Dementsprechend ist es notwendig, genaue Korrekturen mit dem sogenannten Gasfaktor durchzuführen. Die Gebrauchsanweisungen des Herstellers, welche im allgemeinen das Meßgerät begleiten, enthalten die entsprechenden Eichfaktoren oder -Kurven, mit denen der abgelesene Wert korrigiert werden muß, wenn die Zusammensetzung der Atmosphäre bekannt ist.

Wenn die Meßsonde in einer kontaminierten Atmosphäre arbeitet, welche chemisch oder physikalisch mit der Oberfläche des Fühlers reagiert - gewöhnlich Wolfram-Heizdraht -, so weicht die Eichung von ihrem ursprünglichen Wert ab und wird sich progressiv mit der Zeit ändern.

Die auf der Skala angezeigte Ablesung kann sich verschieben, und es können sich Fehler vom Faktor 10 oder mehr ergeben. Um diese Effekte zu verringern, bieten einige Hersteller Variationen von Meßsonden an, die Heizdrähte aus speziell ausgewähltem Material - meistens Edelmetall-Legierungen - haben, die gegen solche Angriffe widerstandsfähiger sind, so daß die ursprüngliche Kalibrierung über eine längere Zeitspanne erhalten bleibt.

## 6. IONISATIONS-VAKUUMMETER

### 6.1 Allgemein

Das Arbeitsprinzip eines Ionisations-Vakuummeters beruht, wie der Name besagt, auf der Ionisierung des Gases, dessen Druck gemessen werden soll, wobei der erzeugte Ionenstrom dem Druck proportional ist.

Zwei Grundtypen sind verfügbar:

- Eine Diode mit einer Anode und einer Kathode. Diese ist bekannt als Kaltkathoden-Vakuummeter, weil die Kathode im wesentlichen bei Umgebungstemperatur arbeitet. Es wird oft nach dem Namen seines Erfinders als PENNING-Vakuummeter bezeichnet.
- Eine Triode, die aus einer Heizdraht-Elektronenquelle besteht, einem Gitter, welches die Elektronen beschleunigt und sammelt (Anode) und einer Elektrode, die die erzeugten positiven Ionen auffängt (Ionenfänger).

Jeden Typ gibt es in verschiedenen Variationen, um speziellen Anforderungen zu entsprechen.

### 6.2 Typen von Meßsonden

#### 6.2.1 Kaltkathoden-Geräte

Ihre grundsätzlichen Eigenschaften und Arbeits-Charakteristiken sind:

- Druckbereich typisch  $10^{-2}$  bis  $10^{-7}$  mbar.
- Wirkungsweise: Verwendung von gekreuzten elektrischen und magnetischen Feldern, typisch 2000 V Gleichspannung und 0,06 bis 0,1 Tesla.
- Der einfachste Typ verwendet eine rechteckige Geometrie, die aus einer einfachen ringförmig gebogenen Drahtanode besteht, die zwischen den Kathodenplatten angebracht ist, und ein querlaufendes Magnetfeld.
- Es ist wichtig, daß die Richtung des Magnetfeldes senkrecht zu der Ebene der Elektroden steht.
- Neuere Konstruktionen verwenden eine koaxiale Geometrie mit einer zentralen Stabanode, die von einer koaxialen zylindrischen Kathode umgeben ist sowie einem axialen magnetischen Feld. In dieser Konfiguration ist deshalb die Orientierung des Magnetfeldes nicht kritisch.
- Die Druck/Strom-Charakteristik ist nicht linear, besonders bei hohen Drücken. Der Strom erreicht mit steigendem Druck ein Maximum und fällt dann wieder ab (s. Fig. 2). Die Anzeige des Druckes kann also mißverständlich sein. Das Vakuummeter sollte daher - wenn höhere Drücke zu erwarten sind - in Verbindung mit einem Meßgerät für höheren Druck, z.B. einem Wärmeleitungs-Vakuummeter verwendet werden, dies besonders in Vakuumsystemen, die automatisch gesteuert werden.

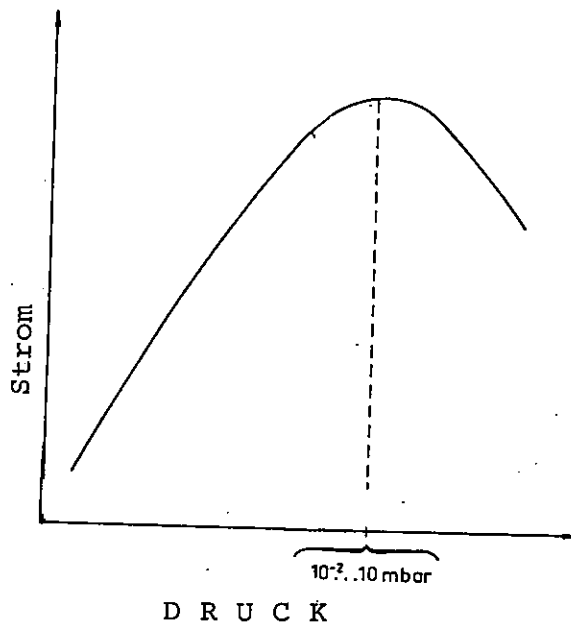


Fig. 2 Typische Druck/Strom-Charakteristik für Ionisations-Vakuummeter. Die Lage des Maximums ist abhängig von der elektrischen Konfiguration.

- Die Leistung des Gerätes kann durch Verschmutzen der aktiven Elektrodenoberflächen erheblich verschlechtert werden; da das Gerät nicht selbstreinigend ist, kann ein Fehler in der Druckablesung von mindestens einer Zehnerpotenz auftreten. Regelmäßige Reinigung und Nachkalibrieren sind deshalb bei bestimmten Anwendungen erforderlich.

### 5.2.2 Glühkathodentypen

Der übliche Druckbereich dieser Geräte beträgt 1 bis  $10^{-10}$  mbar. Seine Ausdehnung hängt von der Elektrodengeometrie und den verwendeten Materialien ab. Es gibt drei grundsätzliche Anordnungen:

- a) Einfache Triode mit einem haarnadelförmigen oder spiraligen Heizdraht, der von einem Gitter offener Konstruktion umgeben ist und außen eine Ionenkollektoreinrichtung besitzt. Diese Geometrie hat einen typischen Meßbereich von  $10^{-3}$  bis  $10^{-7}$  mbar.
- b) BAYARD-ALPERT-Typ: Eine Triodenkonstruktion, aber mit invertierter Geometrie. Das heißt der Ionenkollektor aus feinem Draht ist in der Achse des Meßsystems montiert und von einem Gitter (Anode) offener Konstruktion umgeben. Außerhalb des Gitters sind eine oder auch zwei Heizfäden als Glühkathoden angebracht. Mit dieser Elektrodengeometrie wird die untere Grenze der Messung bis ca.  $10^{-9}$  mbar ausgedehnt.
- c) "Hochdruck"-Typ - Feinvakuum-Ionisations-Vakuummeter -, eine Trioden-Konstruktion, die oft wesentlich reduzierte Abstände zwischen dem Elektroden aufweist und einen speziellen Heizdraht aus mit Thorium überzogenem Iridium für die Messung von höheren Drücken: Typischer Meßbereich von  $1 - 10^{-5}$  mbar.



Die grundsätzlichen Eigenschaften und Arbeits-Charakteristiken, die allen Glühkathoden-Ionisations-Vakuummetern gemeinsam sind, sind folgende:

- die Druck/Strom-Charakteristik ist innerhalb des empfohlenen Meßbereiches linear,
- die Druck/Strom-Beziehung ist gasartabhängig, so daß ein Kalibrieren generell notwendig ist, wobei die Drücke dann als Stickstoff-Äquivalent-Drücke angegeben werden,
- die Genauigkeit der Messung hängt von der Sauberkeit der Elektrodenoberflächen ab, aber im Gegensatz zu den Kalkathodengeräten können die Elektroden im Betriebszustand entweder durch Elektronenbombardement oder durch Widerstandsbeheizung gereinigt werden,
- um die Größe der Oberflächen und damit die Ausgasung zu reduzieren, sind die Elektroden von leichter Konstruktion, deren Struktur daher wenig robust ist. Sie sind infolgedessen mit Sorgfalt zu handhaben.

Die Meßsonden sind entweder mit einer Glas- oder Metallumhüllung in Röhrenform verfügbar oder ohne Umhüllung auf einem Flansch als sogenanntes Einbaumeßsystem montiert.

### 6.3 Einbau und Positionierung

Die Meßsonde sollte so dicht wie möglich an der Stelle im Vakuumsystem montiert werden, wo der Druck gemessen werden soll. Ihre Verbindung zum System soll eine möglichst weite Öffnung haben. Vorzugsweise sollte der Durchmesser mindestens so groß sein wie der der Öffnung der Meßsonde. Die Länge dieser Verbindung sollte so kurz wie möglich sein, um Fehler in der Meßgenauigkeit, die bei zu geringer Leitfähigkeit der Verbindungsleitung entstehen könnten, zu verringern.

Wo möglich sollte eine Einbaumeßsonde verwendet werden, so daß die Elektrodenstruktur direkt in die Vakuumkammer ragt, was gegenüber der Montage in einem seitlich abzweigenden Rohr zu bevorzugen ist. Es müssen Vorkehrungen getroffen werden, die verhindern, daß außerhalb des Meßsystems entstandene Ionen oder Elektronen in die Meßsonde eindringen oder umgekehrt.

Die Leistung der Meßsonde ist empfindlich gegen magnetische Streufelder; entsprechend muß also die Meßsonde am Vakuumssystem angeordnet werden, notfalls muß eine geeignete Abschirmung angebracht werden.

### 6.4 Betrieb

Bei Verwendung des Kaltkathoden-Vakuummeters entsteht keine Verzögerung durch Temperaturänderungen, weil die gesamte Meßsonde bei Umgebungstemperatur arbeitet. Es ist jedoch möglich, daß anfänglich durch das Ionen-Bombardement auf die Elektroden und die umgebenden Oberflächen eine beträchtliche Entgasung auftritt, die es erforderlich macht, einige Zeit verstreichen zu lassen, bis die Oberflächenzustände einen Gleichgewichtszustand erreicht haben und damit stabile Druckverhältnisse herrschen.

Bei den Glühkathoden-Vakuummeteren muß man ausreichend Zeit verstreichen lassen, um die gesamte Meßsonde auf Gleichgewichtstemperatur und damit auf Druckgleichgewicht kommen zu lassen. Dies muß geschehen, weil während der Aufheizperiode der Meßsonde die Oberflächen ausgasen und eine Stabilität des Druckniveaus und der Gaszusammensetzung in der unmittelbaren Umgebung der Meßsonde erreicht werden muß, bevor eine verlässliche und genaue Druckmessung durchgeführt werden kann.

Aufgrund dieser Einschränkung wird empfohlen, daß die Meßgeräte ununterbrochen betrieben werden und nur dann aus- und wieder eingeschaltet werden, wenn es unbedingt erforderlich ist.

## 6.5 Schutz und Reinigung

### 6.5.1 Kaltkathodentypen

Es sollten die gleichen Vorkehrungen getroffen werden, wie bei den Heißdrahttypen. Da aber die PENNING-Meßgeräte nicht im Betriebszustand gereinigt werden können, muß die Meßsonde, wenn zuverlässige reproduzierbare Messungen erzielt werden sollen, in regelmäßigen Abständen demontiert und gereinigt werden. Die Reinigung muß nach den Anweisungen des Herstellers erfolgen. In den meisten modernen Konstruktionen der Meßsonden ist die Elektrodenstruktur speziell nach dem Gesichtspunkt der einfachen Montage und Demontage konstruiert und mit ausreichend robusten Elektroden versehen, so daß die Oberfläche oft allein durch mechanische Behandlung gereinigt werden kann. Wenn die kontaminierenden Schichten so stark sind und so fest anhaften, kann man in Versuchung kommen, scharfe chemische Lösungsmittel zu ihrer Entfernung einzusetzen. Dieses sollte, wenn eben möglich, vermieden werden; wenn dies aber nicht möglich ist, dann müssen alle Reste der Chemikalien durch sehr sorgfältiges Waschen und Trocknen entfernt werden. Im allgemeinen hat sich das Reinigen durch mechanische Behandlung als die wirkungsvollere und sicherste Methode erwiesen. Oft ist es jedoch am einfachsten und billigsten, ein neues Kathodenblech einzusetzen, das im allgemeinen beim Hersteller erhältlich ist. Oft werden Prallbleche vor der Meßsonde angebracht, um die Kontamination zu verringern (s. 5.4 und Fig. 3).

### 6.5.2 Glühkathodentypen

Weil die Elektroden nach längerem Betrieb verunreinigt sein können, besonders, wenn sie bei höheren Drücken betrieben werden, sollte für reproduzierbare und zuverlässige Messungen regelmäßig eine Entgasungsprozedur durchgeführt werden. Normalerweise geschieht dies durch Elektroden-Bombardement des Gitters. In einzelnen Konstruktionen ist aber auch die Entgasung des Gitters durch direkte Widerstandsheizung vorzusehen.

Es ist sehr wichtig bei der Entgasung, die Anweisungen des Herstellers zu beachten.

Für einige Anwendungen, z.B. in Vakuumöfen, muß die Meßsonde in einer solchen Stellung montiert werden, daß der Eintritt von Fremdmaterial verhindert wird. Hierfür ist es oft erforderlich, ein oder mehrere Prallbleche gegenüber dem Ende der Meßsonde zu deren Schutz anzubringen. Dabei muß beachtet werden, daß die Prallbleche die Leitfähigkeit beim Eintritt in die Meßröhre nicht merklich reduzieren. Fig. 3 zeigt eine typische Anordnung und empfohlene Abmessungen.

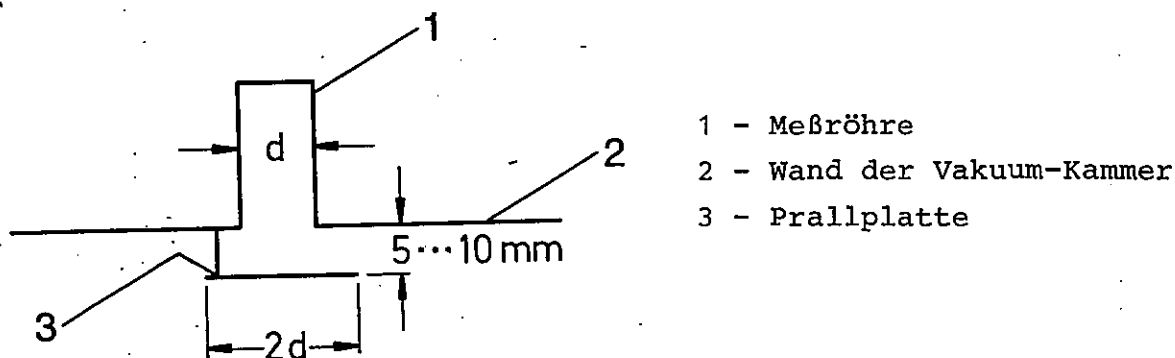


Fig. 3 Lage inner Prallplatte am Eingang einer Vakuum-Meßröhre

### 6.6 Meßgenauigkeit und Kalibrieren

Bei einem Kaltkathoden-Meßgerät liegt die erreichte Genauigkeit typisch innerhalb eines Faktors von zwei für den angezeigten Wert, aber - wie schon vorher gesagt - ist sie von dem Grad der Verschmutzung der Elektrodenoberflächen zur Zeit der Messung abhängig.

Für ein Heißkathodenmeßgerät ist die typische Meßgenauigkeit  $\pm 15\%$  für Drücke bis hinab zu  $10^{-8}$  mbar, vorausgesetzt, daß die Elektroden ausreichend entgast sind und gute Stabilität von Temperatur und Druck unmittelbar vor der Messung erreicht wurde.

Der angezeigte Druck ist bei allen Typen von Ionisations-Vakuummeteren nur ein Durchschnittswert, der von der Gaszusammensetzung in der Umgebung der Meßsonde zur Zeit der Messung abhängig ist. Es ist übliche Praxis, den Druck als Stickstoff-Äquivalent-Druck anzugeben.

Wenn jedoch bekannt ist, daß die (Rest-)Gas-Atmosphäre vorwiegend nur aus einem einzelnen Gas besteht, dann kann der Druck dieses Gases errechnet werden, indem man den angezeigten Stickstoff-Äquivalent-Druck mit dem entsprechenden Eichfaktor für dieses Gas, wie er vom Hersteller angegeben wird, multipliziert.

Wenn bei der Verwendung eines bestimmten bekannten Gases oder einer bekannten Gasmischung genaue Messungen gefordert werden, dann sollte die Meßsonde in Verbindung mit ihrem Meßgerät an einem Kalibriersystem, in das dieses Gas oder diese Gasmischung mit genauem Reinheitsgrad usw. eingelassen werden kann, kalibriert werden.

Ionisations-Vakuummeter messen mehr die Teilchenanzahldichte des Gases als dessen Druck, und da - in einem nicht abgeschlossenen System - die Gasdichte mit der Temperatur variiert, ist es bei bestimmten Anwendungen, z.B. bei Druckmessungen in Vakuumöfen, wichtig, sicherzustellen, daß das Gas in der Meßsonde ungefähr auf der gleichen Temperatur ist wie das Gas in dem Bereich, in dem der dort herrschende Druck gemessen werden soll.



PRÉFACE

Les experts du vide travaillant à la normalisation aux échelles nationale et internationale ont pris conscience en traitant le sujet "Mesure des basses pressions et étalonnage de manomètres à vide" au sein du Comité ISO TC 112/SC 2 que le principe de ces manomètres est généralement connu et assimilé mais qu'en pratique le know-how est souvent insuffisant. On a donc lancé l'idée d'une brochure contenant les informations pratiques indispensables dans ce domaine, pour combler cette lacune. Le sous-comité ISO SC 2 s'est montré favorable à ce projet qui n'a toutefois pu être réalisé que partiellement durant sa période d'activités. L'organisme international PNEUROP\*) - un membre associé de ISO/TC 112 - a été chargé de reprendre ces travaux ISO et de les achever sous forme d'une brochure en trois langues: anglais, allemand et français. Cet ouvrage est maintenant édité sous le titre d' "INFORMATIONS SUR LES MESURES DE VIDE" et la société allemande du vide DAGV en a entrepris la diffusion, dans le but de mettre à la disposition des intéressés un instrument de travail judicieux sur le plan pratique pour les mesures de basses pressions de gaz.

S O M M A I R E

	Page
1 Introduction .....	F 1
2 Généralités .....	F 2
3 Manomètres à vide à liquide .....	F 4
4 Manomètres mécaniques .....	F 9
5 Manomètres thermiques .....	F 12
6 Manomètres à ionisation .....	F 17

Annexe A Plages de mesure de manomètres à vide courants

Annexe B Position de manomètres à vide

\*) PNEUROP : groupement des constructeurs de compresseurs, pompes à vide et outils à air comprimé, formé par 11 pays européens.

## 1 - I.N.T.R.O.D.U.C.T.I.O.N

De nombreux secteurs industriels et de technologie avancée utilisent des systèmes de vide industriel, à savoir :

- séchage et imprégnation
- lyophilisation
- métallurgie
- revêtement et technique des couches minces
- tirage des cristaux
- technique des tubes électroniques (tubes TV, tubes émetteurs)
- technique des faisceaux électroniques
- technique des semi-conducteurs etc.

Le degré de vide utilisé dans ces industries dépend du processus particulier et il est important pour la réussite du processus. Chaque système de vide utilise un certain nombre de manomètres pour vérifier et contrôler l'atmosphère raréfiée dans la chambre où se déroule le processus, ainsi que les autres parties du système de vide. L'objet principal de cet article est de fournir à tous les utilisateurs de vide industriel des renseignements pratiques, tels que le type de manomètre à utiliser, sa mise en place, sa position dans le circuit de vide et l'interprétation des mesures effectuées.

La pression requise pour des processus industriels est rarement inférieure à  $10^{-7}$  mbar, de ce fait les considérations sur l'ultra-vide n'entrent pas dans le cadre de cet article. Le contenu de cet article inclut certaines considérations suggérées dans deux ébauches de documents ISO et discutées dans ISO/TC112/SC2 "Mesure des basses pressions et étalonnage de manomètres à vide", disponible en anglais.

## 2 - GÉNÉRALITÉS

### 2.1 Définition de la pression

Dans la technique du vide, la quantité physique de pression  $p$  est utilisée dans le sens de *force par unité de surface*, surtout pour la définition des composants et récipients de vide, dans les manomètres mécaniques (voir 4.2) et dans certaines applications de vide qui utilisent la différence entre la pression atmosphérique et la pression de travail qui est inférieure.

Dans la majorité des applications, la quantité qui prédomine n'est pas la pression comme force par unité de surface, mais la densité moléculaire, c'est-à-dire le nombre de molécules par unité de volume  $n$ . A cause de la relation fondamentale :

$$p = n k T$$

Toutes les mesures sont données en unité de  $p$  plutôt que  $n$ . Comme l'équation contient la température thermodynamique  $T$  et la constante de Boltzmann, on doit prêter une attention particulière à cette quantité lorsque les mesures de pression sont effectuées sur des installations industrielles à cause des gradients de température dans le système.

### 2.2 Méthodes de mesure de pression

Toutes les installations de vide ne sont pas équipées de manomètres à vide. Selon le type d'installation et la nature du processus, un (ou plusieurs) manostat est souvent suffisant, indiquant si la pression est supérieure ou inférieure à la limite fixée, la valeur de la pression instantanée n'offrant pas d'intérêt.

Lorsque des manomètres sont mis en place, la lecture de la pression est continue dans la plupart des cas et peut être enregistrée avec d'autres paramètres du processus. Cependant, il faut noter que les manomètres utilisant le principe de McLeod (3.2.2) permettent seulement des mesures discontinues. Aucun enregistrement n'est possible.

Les échelles de lecture des manomètres à vide sont souvent non-linéaires et la plupart pseudo-logarithmiques. De vraies échelles logarithmiques sont utilisées dans les manomètres à ionisation. La plupart des manomètres donnent une échelle

linéaire de correspondance pour une meilleure lecture et l'utilisation de systèmes de contrôle automatiques. A l'heure actuelle, on utilise de plus en plus, même dans des installations industrielles à vide, des manomètres numériques. Toutefois, leurs alimentations sont pourvues de sorties analogiques pour l'enregistrement continu des pressions mesurées.

### 2.3 Précision et réétalonnage

La précision des manomètres à vide est souvent assez bonne devant les exigences du processus. Cet état de chose ne doit pas palier la nécessité de vérifier le manomètre et son alimentation à intervalles réguliers selon l'application. Dès que la lecture du manomètre présente des irrégularités, on doit rechercher la nature de la panne.

Si le manomètre (incluant le capteur et son alimentation s'il y a lieu) a été trouvé défectueux, un recalibrage est indispensable après réparation. Les instructions du fabricant de manomètres doivent être suivies. La perte de précision est souvent due à la contamination du capteur. La pression indiquée par l'unité de contrôle associée n'est valable que lorsque les électrodes et les surfaces environnantes sont propres. Lorsque le capteur est pollué, les indications du galvanomètre peuvent être fausses et avec une très forte pollution on peut avoir une erreur de l'ordre de deux décades !

La contamination peut provenir de différentes sources, par exemple de vapeurs d'huile dans un système mal étudié ou mal utilisé, de graisses restant sur des surfaces mal nettoyées, de poussières et particules dans les systèmes industriels comme les fours à vide qui génèrent aussi des vapeurs métalliques et d'une variété de vapeurs, par exemple dans les industries chimiques ou des semi-conducteurs. Une attention particulière doit être portée aux instructions du constructeur de manomètres lors de la mise en place de manomètres à vide et une vérification périodique devra être effectuée pour prévenir une dérive du calibrage. De plus, une procédure de nettoyage et de recalibrage sera mise en place pour maintenir le degré de précision approprié à l'application. Des recommandations détaillées pour limiter la contamination et maintenir la précision de la lecture sont données pour chaque type de manomètre.

Le réétalonnage se fera de préférence avec les moyens disponibles sur place. Sinon il est recommandé de se mettre en rapport avec le fabricant du manomètre ou un service d'étalonnage officiel.



En France, on peut s'adresser au

Laboratoire National d'Essai  
1, rue Gaston Boisser  
75015 P a r i s  
-----

### 3 - MANOMÈTRES À VIDE À LIQUIDE

#### 3.1 Généralités

Les manomètres à vide à liquide sont presque toujours en verre et contiennent du mercure comme fluide de mesure, mais on peut aussi utiliser de l'huile.

Ces manomètres sont rarement utilisés dans les systèmes industriels à cause des risques de bris de verre et des intoxications au mercure en résultant.

Deux types de construction sont utilisés :

- a) Manomètre en U
- b) Manomètre de McLeod

#### 3.2 Captéurs

##### 3.2.1 Manomètre en U

###### a) *rempli de mercure*

Un manomètre en U, quelquefois appelé *manomètre à mercure*, a une gamme de pressions de l'atmosphère à environ 1 mbar. Il travaille par mesure directe de la hauteur de liquide dans deux bras d'un tube en U lorsqu'un bras est à la pression atmosphérique et l'autre connecté au système de vide. Ceci fait référence au manomètre tube en U *ouvert*. Un autre type est le modèle *fermé*, ainsi nommé car un bras est fermé et mis sous vide alors que l'autre bras est connecté au système de vide. La différence de hauteur de liquide dans les deux bras est une mesure de la pression absolue dans le système alors qu'avec le type *ouvert* la lecture dépend de la pression atmosphérique. La limite en basse pression est déterminée par la possibilité de lire un niveau de mercure ; c'est de l'ordre de 1 mm à l'œil et 0,5 mm avec un cathétomètre. Cependant, la présence de mercure pollué et la non-propreté de la verrerie sont la cause d'erreurs bien plus grandes. Il est aussi important de noter que le manomètre en U doit être construit avec des tubes de diamètre intérieur supérieur à 10 mm.

###### b) *rempli d'huile*

Un manomètre à huile peut donner une sensibilité 10 à 15 fois meilleure que le mercure, suivant l'huile utilisée ; l'inclinaison de la colonne peut encore augmenter, mais les avantages apparents de l'huile sont contrebalancés par la difficulté de conserver l'huile dégazée.

### 3.2.2 Manomètre de McLeod

Le manomètre de McLeod est utilisé dans la gamme de pression de 10 mbar à  $10^{-5}$  mbar, mais des considérations géométriques limitent en pratique la gamme d'un seul appareil à 4 décades.

Il utilise l'isolement et la compression d'un volume discret du gaz dont on veut mesurer la pression dans un capillaire scellé et mesure la hauteur produite par le volume comprimé. Cette hauteur, pour une géométrie connue, sert à déterminer la pression du gaz non comprimé (voir 3.5.2).

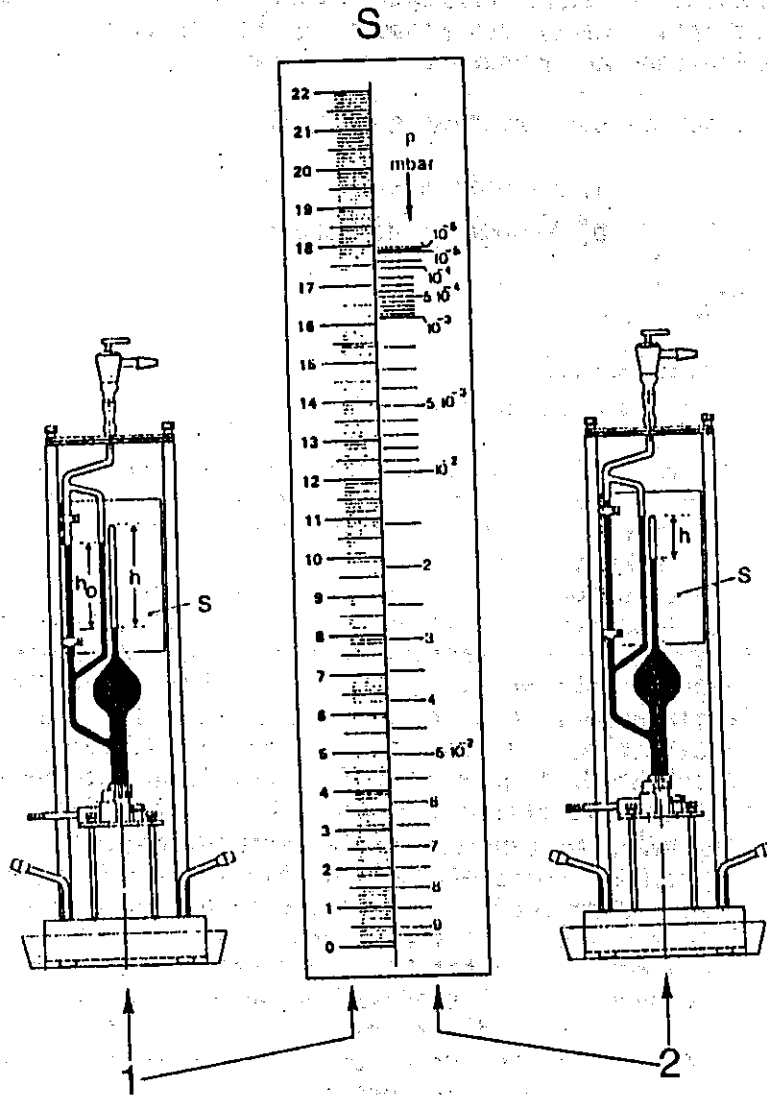


Fig. 1 - Manomètre de McLeod

1 = échelle linéaire  
2 = échelle pour loi quadratique } voir chapitre 3.5.2

Pour  $h$  et  $h_0$ , veuillez vous reporter également au chapitre 3.5.2.

Ce manomètre mesure directement la pression totale en mbar et la mesure est indépendante de la composition du gaz. Si l'on est en présence de vapeurs condensables et que la compression est telle qu'une condensation réelle apparaisse, on aura alors une lecture erronée.

Le manomètre de McLeod a le mérite d'être un manomètre absolu car la pression peut être calculée directement quand on connaît certaines dimensions.

En d'autres termes : pour étalonner le manomètre de McLeod on n'a pas besoin d'autre jauge qu'une jauge-étalon. C'est pourquoi le manomètre de McLeod s'utilisait en laboratoire comme étalon pour calibrer d'autres types de manomètres. Toutefois cette méthode a été de nos jours pratiquement abandonnée, surtout parce que les McLeod sont peu pratiques (pas de lecture continue) et aussi du fait qu'entre-temps on a inventé des jauges-étalons mieux adaptées, plus pratiques et plus précises.

Si des vapeurs condensables sont présentes dans le système de vide, elles ne doivent pas pouvoir parvenir jusqu'au capteur car toute condensation peut être la cause d'une grande perte de précision, ainsi qu'une plus grande difficulté à sécher et nettoyer le mercure et les parois. L'insertion d'un piège à azote liquide dans le circuit du capteur supprime une telle contamination, mais le piège agit comme une pompe aussi bien pour les vapeurs de mercure que pour les autres vapeurs. Ce flux de vapeurs piégé (fig.) produit une erreur de mesure qui peut être maintenue à un niveau acceptable par un système bien étudié (voir 3.3, "Montage et mise en place").

Une pression limite d'environ  $10^{-5}$  mbar est fixée par la valeur maxima du rapport de compression que l'on peut atteindre ; celui-ci étant déterminé par le volume et le poids de mercure qui peut être mis en œuvre en sécurité et par le trou minimum du capillaire, sans causer de collage ou rupture de la colonne de mercure.

Ces problèmes augmentés des imprécisions géométriques de construction, des erreurs de lecture, de la non-propreté du mercure et des surfaces, imposent une limite inférieure de  $10^{-4}$  mbar dans la plupart des cas pratiques.

Une version plus simple du manomètre de McLeod utilisant le déplacement de mercure pour la rotation d'un mécanisme sur un angle de 90° environ est fréquemment utilisée. Elle opère dans la gamme de  $10 \cdot 10^{-3}$  mbar, mais seulement 3 décades sont couvertes par un seul ensemble.

### 3.3 Montage et mise en place.

#### 3.3.1 Manomètre en U (rempli de Hg)

L'instrument doit être installé à hauteur d'homme pour permettre une lecture plus facile et muni d'une échelle à miroir pour éviter les erreurs de parallaxe. Les bras du tube doivent avoir une longueur suffisante dans le cas d'un rapide changement de pression pour que la colonne de mercure ne se déverse pas dans le circuit de vide. L'instrument doit même comporter un réservoir entre le système de vide et le manomètre ; celui-ci doit être dimensionné pour contenir tout le volume de mercure car tout le mercure serait pompé par le système à vide en cas de rupture du tube.

De plus, le tuyau de connexion sur tube doit être bien dimensionné devant le poids de mercure et les forces développées lorsqu'il se déplace rapidement.

#### 3.3.2 Manomètre de McLeod

Le manomètre de McLeod conventionnel ou du type à rotation doit aussi être installé à hauteur d'homme pour faciliter la lecture et être muni d'une échelle à miroir pour éviter les erreurs de parallaxe. Un piège à azote liquide doit être inséré entre le manomètre et le système de vide pour piéger toutes les vapeurs condensables qui peuvent contaminer le mercure et les surfaces de l'appareil, ce qui entraîne des erreurs de lecture.

Cependant, le piège froid agit aussi comme pompe pour les vapeurs de mercure en particulier ; ce flux étant plutôt dirigé de l'instrument vers le piège, il est la cause d'une erreur de lecture. Cette erreur peut être rendue inférieure à 5 % en faisant une connexion entre le manomètre et le piège, la plus courte possible et de très petit diamètre intérieur, environ 6 mm. L'amplitude de l'erreur dépendant aussi de la température ambiante, le manomètre doit être positionné en tenant compte du système de vide. Plusieurs paramètres du manomètre qui affectent la précision de la mesure, dépendent de la température. Ainsi pour des mesures de

précision reproductibles, la température de l'ensemble de l'instrument doit être maintenue constante pendant tout le cycle d'évacuation.

### 3.4 Protection et nettoyage

Les deux manomètres, en U et McLeod, étant fragiles de construction, il faut prévoir une protection telle qu'un écran plastique transparent.

Pour éviter des erreurs significatives dans les mesures, toutes les parties internes en verre doivent être régulièrement et soigneusement nettoyées et séchées en utilisant des agents appropriés et en suivant les instructions du constructeur. Il est très important que les appareils soient remplis de mercure distillé trois fois pour éviter les contaminations de surface.

Il est très recommandé, si cela est possible, de laisser l'appareil sous vide ; il conservera ainsi sa propriété et sa précision pour une plus longue période.

### 3.5 Mesure et étalonnage

#### 3.5.1 Manomètre en U

La mesure de pression est la mesure de différence de hauteur entre les deux colonnes, c'est-à-dire depuis le haut d'un ménisque à l'autre à l'aide d'une échelle à miroir montée derrière le tube. Pour une plus grande précision, on peut utiliser un cathétomètre.

Pour éviter le collage du mercure sur les parois, on doit "tapoter" légèrement la colonne pendant que le mercure se déplace. Une précision globale de  $\pm 0,5$  mm peut être obtenue avec un cathétomètre et  $\pm 1$  mm à l'œil nu.

#### 3.5.2 Manomètre de McLeod

La figure 1 montre la construction générale du manomètre et donne les deux méthodes de mesure possibles.

- A gauche, le niveau de mercure dans le capillaire ouvert peut monter jusqu'à ce qu'il arrive dans le capillaire fermé. Les deux hauteurs  $h$  et  $h_0$  (fig. 1, page 6) sont liées sur l'échelle linéaire de gauche graduée en mm. La pression mesurée est donnée par :

$$p = h \cdot h_0 \cdot K$$

où  $K$  est la constante de chaque appareil. Sa valeur

est en général indiquée sur l'échelle par le fabricant et elle est donnée en unités telles que la pression calculée par la formule précédente est en mbar.

- A droite, la méthode la plus utilisée consiste à faire monter le mercure jusqu'à ce que son niveau dans le capillaire *ouvert* soit le même que le haut du capillaire *fermé*. Cette méthode donne une loi quadratique comme indiquée sur l'échelle de droite, ce qui signifie que la hauteur  $h$  correspond au quadruple de la pression. Cette échelle est en général graduée en mbar.

#### 4 - MANOMÈTRES MÉCANIQUES

##### 4.1 Généralités

Les manomètres mécaniques sont des instruments à lecture directe qui mesurent directement la pression indépendamment de la composition du gaz, en mesurant la déflexion d'un diaphragme flexible ou d'un soufflet causée par le bombardement des molécules. Ils sont largement utilisés en fabrication pour mesurer les pressions de gaz ou vapeur dans la gamme du vide grossier, c'est-à-dire de la pression atmosphérique jusqu'à environ 1 mbar ; cependant la limite peut être étendue jusqu'à  $10^{-4}$  mbar en utilisant une construction spéciale.

##### 4.2 Types de manomètres

Il existe quatre modèles principaux :

- a) Bourdon
- b) Capsule anéroïde
- c) Membrane
- d) Capacitif

4.2.1 Dans le *manomètre de Bourdon*, souvent constitué d'un tube en hélice, une variation de pression à l'intérieur du tube provoque un mouvement de l'hélice qui est transmis mécaniquement à un index. Il couvre la gamme de pression de l'atmosphère jusqu'à 10 mbar environ. Le tube étant extérieurement à la pression

atmosphérique, le calibrage doit tenir compte de la pression barométrique locale à l'instant de la mesure.

4.2.2 La pression indiquée par les *manomètres à capsule et à membrane* est le plus souvent indépendante de la pression atmosphérique, car en général les deux types mesurent la différence de pression relative à une pression de référence fixée (soit à l'intérieur de la capsule, soit de l'autre côté de la membrane) qui est maintenue basse par rapport à la pression à mesurer. Ces manomètres couvrent la gamme de pression de l'atmosphère à 1 mbar environ. Un autre type de manomètre à membrane utilise un capteur à semi-conducteur dont la membrane est formée d'un circuit en pont semi-conducteur incorporé, dans lequel l'effort mécanique produit un signal piézoélectrique proportionnel à l'effort et donc à la pression du gaz qui produit cet effort.

4.2.3 Le *manomètre capacitif* mesure la variation de capacité électrique entre une plaque fixe et une membrane flexible qui se déplace sous l'action de la force exercée par les particules de gaz. Il existe deux versions : l'une où l'on mesure la variation de capacité, l'autre mesurant la force nécessaire pour maintenir l'espacement et ainsi la capacité constante. Il couvre la gamme de pression de l'atmosphère à  $10^{-4}$  mbar, mais avec une gamme limitée à 5 décades maximum pour un capteur. De plus, pour des mesures sûres en basse pression, la température doit être maintenue dans des limites précises et le manomètre ne doit pas vibrer.

#### 4.3 Montage et mise en place

Les capteurs sont fixés sur le système par l'intermédiaire de petites brides et sont en général montés en position verticale avec la bride en bas pour éviter que des liquides ou des particules ne tombent dans le capteur. Le montage horizontal est parfois possible, mais dans ce cas les instructions du constructeur doivent être suivies (voir Appendice B). Dans la mesure du possible, les capteurs doivent être montés dans une position telle qu'ils ne puissent pas vibrer et, si nécessaire, des précautions doivent être prises, telle l'utilisation d'un flexible pour l'accouplement du capteur au système afin d'éliminer les vibrations, en particulier quand on utilise un manomètre capacitif.

Les performances de tous ces types de manomètres dépendent de la température. Les instructions du constructeur sur les limitations de température ambiante doivent être strictement observées tant en ce qui concerne les variations de la température de la salle que de celle du système de vide.

#### 4.4 Protection et nettoyage

Si le manomètre doit être utilisé sur un système dans lequel la pression peut dépasser l'atmosphère même brièvement, il faut prendre des précautions spéciales pour protéger son mécanisme. Les instructions du constructeur doivent être suivies très précisément, mais il est en général recommandé d'installer un robinet d'isolement ou un interrupteur manométrique entre le capteur et le système comme mesure de protection.

Le capteur ne doit pas être monté à l'opposé de l'admission de gaz, car l'exposition à des impulsions de pression diminuent fortement la durée de vie du mécanisme. De plus, il est conseillé de monter un baffle devant le capteur pour le protéger des variations rapides de pression.

Tous les manomètres à vide utilisés dans un système de vide grossier industriel étant perturbés par une contamination chimique ou physique (ou les deux) et comme toute forme de pollution dégrade les performances, le calibrage et la durée de vie de l'appareil, des mesures préventives incluant un nettoyage régulier sont fortement recommandées. Si nécessaire, un filtre peut être ajouté au capteur, mais il doit être étudié de manière à avoir une conductance telle qu'elle permette des mesures de pression correctes.

La présence de gaz réactifs est la cause de la corrosion du capteur, particulièrement dans les types à capsule ou à membrane, ainsi que du système mécanique. Cependant, quelques appareils modernes utilisent, dans la mesure du possible, des matériaux résistants à la corrosion.

La corrosion peut être grave et rapide dans certaines applications et la plus grande attention doit être prêtée lorsqu'on sélectionne un type de manomètre.

Les contaminants physiques, tels que dépôts de poussière, condensats liquides ou solides, peuvent décaler de façon importante le calibrage et le temps de réponse, d'où la nécessité d'un contrôle et d'un nettoyage périodiques avec des solvants appropriés (mais recommandés par le constructeur). De plus, si un filtre a été mis en place, il est important de le contrôler souvent et de le changer régulièrement.



#### 4.5 Mesure et étalonnage

Généralement, les modèles simples de manomètres mécaniques doivent être considérés plutôt comme indicateurs de pression que comme instruments de mesure de précision, mais c'est souvent suffisant pour la plupart des applications industrielles.

Une précision de  $\pm 10\%$  de la pleine échelle est généralement obtenue et même  $\pm 5\%$  avec les nouveaux modèles utilisés dans de bonnes conditions.

Le manomètre capacitif peut être utilisé comme instrument de mesure de précision, même comme étalon pour les autres manomètres, mais ce niveau de performance ne peut être obtenu régulièrement que dans les laboratoires d'étalonnage dans des conditions optima.

Après chaque nettoyage, une procédure d'étalonnage est conseillée. L'air atmosphérique peut être utilisé. Le réétalonnage est effectué par comparaison avec une jauge de référence du même type, de préférence un manomètre de précision comme étalon secondaire. Dans la gamme de 1013 à 10 mbar, un manomètre en U rempli de mercure peut être utilisé comme référence. Comme l'échelle des manomètres mécaniques est généralement fixe et non accessible, le résultat du réétalonnage doit être présenté dans un tableau.

### 5 - MANOMÈTRES THERMIQUES

#### 5.1 Généralités

Les manomètres à conductibilité thermique mesurent la variation de conductivité d'un gaz avec la pression. Deux types sont disponibles : PIRANI et *thermocouple*. Ils travaillent en général dans la gamme de 100 à  $10^{-4}$  mbar, bien que la limite supérieure du manomètre PIRANI puisse être la pression atmosphérique avec une construction spéciale.

Le manomètre PIRANI mesure les variations de résistance d'un filament chauffé car sa température change à cause du refroidissement dû au gaz environnant. La variation de résistance est détectée dans un pont de Wheatstone. Le manomètre *thermocouple* travaille suivant le même principe mais, comme son nom l'indique, il utilise un thermocouple pour mesurer directement la variation de température d'un fil chauffé en fonction de la pression du gaz.

Pour tous les types, la caractéristique de pression n'est pas linéaire et dépend de la nature du gaz.

## 5.2 Capteurs

Il existe trois types de base de capteurs PIRANI :

- a) Le type le plus simple est un filament chauffé monté le long de l'axe d'un tube de 1 cm de diamètre environ. Le filament forme un bras du pont de Wheatstone qui travaille à tension constante et le courant de décalage du pont est une mesure de la résistance du filament. L'appareil de détection est étalonné en unités de pression et le capteur couvre de façon typique  $10^{-3}$  à quelques mbar. La température du filament varie avec la pression, de l'ambiante en haute pression jusqu'à environ 300 °C en basse pression.
- b) Une version plus compliquée comprend un filament beaucoup plus fin mais avec un bobinage particulier pour obtenir une bonne compensation des variations de température ambiante. Elle opère dans un pont de Wheatstone à alimentation variable pour maintenir le filament à température constante lorsque la pression varie. Les performances sont améliorées dans plusieurs domaines. La gamme d'utilisation est étendue et couvre  $10^{-3}$  à 100 mbar minimum, avec une sensibilité raisonnable jusqu'à 500 mbar ou plus ; le temps de réponse à une variation rapide de pression est nettement amélioré ; la gamme de température d'utilisation est largement augmentée.
- c) Un capteur encore plus sensible est constitué de deux filaments dans une enveloppe scellée en bon vide et de deux autres filaments dans le système de vide. Les filaments forment les quatre bras d'un pont de Wheatstone et l'instrument mesure jusqu'à  $10^{-4}$  mbar avec de bonnes résolution et précision. Une très bonne compensation de la température ambiante est obtenue.

Le manomètre thermocouple de base est un appareil opérant dans la gamme de  $10^{-3}$  à 10 mbar mais seulement sur trois décades. Une augmentation de la sensibilité est possible en utilisant des thermocouples multiples. Il s'appelle alors *thermopile*.

### 5.3 Montage et mise en place

L'idéal est de monter le capteur à la verticale, le raccord de vide étant en bas ; ceci évite que les particules, les fluides etc. ne tombent dedans et endommagent la structure de l'électrode (voir Appendice B). En fait, les performances ne sont pas affectées par l'orientation. Cependant, il est évident que le calage du potentiomètre *atmosphère* dépend de l'orientation. L'effet est particulièrement visible en haute pression pour les manomètres PIRANI ayant une gamme étendue à 100 mbar ou plus. Les connexions de vide doivent être courtes, leur diamètre étant au moins aussi grand que celui du capteur pour s'assurer que la conductance intermédiaire entre le capteur et le système de vide soit suffisante pour permettre des lectures de pression correctes.

Il est aussi très important que le capteur soit placé aussi près que possible de l'endroit où l'on désire mesurer la pression. Cependant, les manomètres à conductibilité thermique dépendent de la température et bien qu'ils soient compensés pour les variations de température ambiante, il est essentiel de placer le capteur loin de toute source de chaleur et plutôt dans une zone où la température ambiante est basse et sensiblement constante, en principe 15 à 25 °C, mais toujours en accord avec les instructions du constructeur.

Il faut noter que si la température du capteur est différente de la température du gaz, une erreur systématique apparaît.

### 5.4 Protection et nettoyage

Le capteur peut être protégé en utilisant un filtre poreux ou un baffle optique contre les dommages dus aux particules ou aux montées soudaines de pression. Le baffle optique, qui peut être une série de baffles, doit être tel que sa conductance soit assez grande pour que le capteur puisse mesurer la pression réelle du système. Ceci est particulièrement important lorsqu'on utilise un filtre poreux qui doit être choisi pour avoir une conductance adéquate ainsi qu'une porosité telle qu'il ne puisse pas être bouché par des particules ou des condensats. Le filtre poreux peut être particulièrement efficace dans les applications telles que le dégazage de l'acier ou dans les fours de traitement

de métal à chaud, où des quantités considérables de poussière fine peuvent être présentes dans la chambre à vide. Bien qu'un filtre poreux bouché puisse être nettoyé, il est recommandé de le changer.

Les manomètres à conductibilité thermique sont des dispositifs sûrs, en ce sens qu'ils ne sont généralement pas affectés par une mise à la pression atmosphérique. Cependant, les caractéristiques peuvent être modifiées par la contamination du filament en haute pression, particulièrement en présence de vapeurs d'huile ; l'effet est une indication apparente supérieure à la pression correcte.

Le nettoyage d'un capteur pollué par des particules de poussière ou autres corps étrangers, par des vapeurs d'eau ou d'huile, est assuré par un rinçage avec un solvant doux, par exemple le méthanol, puis un lavage énergique dans de l'eau distillée suivi d'un séchage scrupuleux. Cependant, la pollution de la surface du filament de tungstène peut causer des dommages irréversibles des conditions de surface et des caractéristiques du tungstène telles que le retour aux caractéristiques initiales n'est pas toujours possible. Le filament ne peut pas être nettoyé en lui faisant passer un fort courant, car en général il n'est pas pratique d'augmenter la température du filament, de cette manière, à un niveau suffisant pour obtenir un effet nettoyant satisfaisant.

En pratique, il est préférable de remplacer le filament pollué par un nouveau, mais il est souvent plus simple et plus rapide de remplacer les capteurs car ceux-ci sont relativement peu coûteux et étudiés pour un remplacement aisé.

#### 5.5 Mesure et étalonnage

La réponse du capteur dépendant de la composition de l'atmosphère mesurée, les indications d'étalonnage et de lecture sont en général données en équivalent azote. Dans la plupart des situations pratiques où l'on est en présence d'un mélange de gaz et vapeurs, le capteur indique seulement une mesure moyenne de la pression.

Lorsque l'on travaille dans de bonnes conditions et en azote sec et pur ou toute autre atmosphère inerte, on peut obtenir une précision et une reproductibilité de mesure d'environ 10 % de la lecture au milieu de l'échelle.

Dans une atmosphère composée de mélange de gaz ou d'un gaz ayant des caractéristiques très différentes de celles de l'azote, la lecture sur un appareil calibré en azote peut être tout à fait fautive ; cet effet est particulièrement mauvais en haute pression. L'effet est encore plus prononcé, d'où les possibilités d'erreur plus grande, pour les manomètres à conductibilité thermique qui utilisent le principe de convection pour étendre la limite supérieure à la pression atmosphérique. Une attention particulière doit être portée aux instructions du constructeur lorsqu'on utilise un tel manomètre, en particulier dans des mélanges gazeux et surtout lorsqu'on utilise un contact à seuil comme fonction de protection. Il est donc essentiel d'effectuer la correction adéquate due au facteur de gaz. Les instructions d'utilisation du constructeur qui accompagnent en général le manomètre donnent les facteurs ou graphes de conversion suivant lesquels la valeur indiquée doit être corrigée lorsque la composition de l'atmosphère est connue.

Lorsque le manomètre travaille dans une atmosphère polluée qui peut réagir chimiquement ou physiquement avec la surface de l'élément sensible - habituellement un filament de tungstène - l'étalonnage dévie de sa valeur d'origine et change progressivement avec le temps.

Les indications de l'échelle de lecture peuvent être fausses d'un facteur 10 ou plus. Pour réduire ces effets, quelques constructeurs proposent des manomètres utilisant des filaments de matériaux choisis spécialement - en principe des alliages de métaux nobles - qui sont plus résistants à l'attaque et ainsi peuvent garder leur précision d'origine plus longtemps.

## 6 - MANOMÈTRES À IONISATION

### 6.1 Généralités

Le principe de fonctionnement d'un manomètre à ionisation, comme son nom l'indique, est basé sur le fait que le gaz dont la pression est à mesurer est ionisé, le courant produit étant proportionnel à la pression.

Deux types de base sont disponibles :

- Une diode comprenant une anode et une cathode. Ce modèle est connu sous le nom de *cathode froide* car la cathode travaille essentiellement à la température ambiante et elle est connue sous le nom de *jauge Penning*, du nom de son inventeur.
- Une triode comprenant un filament chaud émetteur d'électrons, une grille pour accélérer et collecter les électrons et une électrode pour collecter les ions positifs produits. Plusieurs variantes de chaque type ont été étudiées pour satisfaire à des applications spécifiques.

### 6.2 Capteurs

#### 6.2.1 Manomètres à cathode froide

Les caractéristiques de base sont :

- Gamme de pression typique :  $10^{-2}$  à  $10^{-7}$  mbar. Utilisation de champs électriques et magnétiques croisés : respectivement 2000 V<sub>CC</sub> et 0,06 à 0,1 Tesla.
- Les modèles les plus simples ont une géométrie rectangulaire consistant en un fil d'anode en forme de boucle mis entre les plaques de cathode et utilisant le champ magnétique transversal.
- Il est important que la direction du champ magnétique soit perpendiculaire au plan des électrodes.
- Des dispositifs plus récents utilisent une géométrie coaxiale avec une anode tubulaire centrale entourée d'une cathode cylindrique coaxiale, le champ magnétique étant axial. L'orientation de l'aimant n'est alors pas critique dans cette configuration.
- La caractéristique pression/courant n'est pas linéaire, surtout en haute pression, car le courant passe par un maximum lorsque la pression augmente puis diminue (voir fig. 2) ; l'indication de pression pouvant être mal interprétée, il faut utiliser un manomètre plus haute pression - si on escompte des pressions assez élevées - par exemple un manomètre à conductibilité thermique surtout dans les systèmes de vide contrôlés automatiquement.

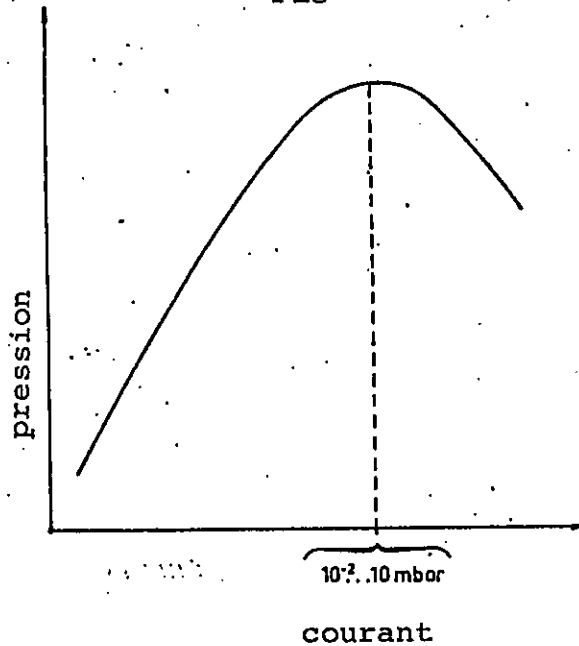


Fig. 2 - Diagramme montrant la caractéristique pression/courant d'un manomètre à ionisation

- Les performances peuvent être dégradées par la contamination de la surface des électrodes actives et par le fait que le capteur n'est pas autonettoyant : une erreur de lecture d'au moins une décade est possible. Un nettoyage et un recalibrage réguliers sont toutefois essentiels dans quelques applications.

#### 6.2.2 Manomètres à cathode chaude

La gamme généralement couverte est 1 à  $10^{-10}$  mbar, elle dépend de la géométrie des électrodes et des matériaux de construction. Il existe trois variantes de base :

- a) *Jauge triode simple* comprenant un filament en épingle ou en spirale entouré par une grille ouverte et un collecteur extérieur ; cette géométrie donne une gamme utile de  $10^{-3}$  à  $10^{-7}$  mbar.
- b) *Jauge BA (Bayard-Alpert)* de type *triode*, mais à géométrie inversée, c'est-à-dire ayant un collecteur de fil mince monté le long de l'axe du tube, entouré par une grille ouverte avec un (ou plusieurs) filament extérieur. Avec cette géométrie, le niveau le plus bas est étendu jusqu'à  $10^{-9}$  mbar.
- c) *Jauge triode "haute pression"* ayant des espaces inter-électrodes très réduits et un filament spécial, le plus souvent un fil d'iridium thorié pour permettre l'utilisation en haute pression avec une gamme typique de 1 à  $10^{-5}$  mbar.

Les caractéristiques de base des trois types ci-dessus sont :

- la caractéristique pression/courant est linéaire dans la gamme de pression recommandée ;
- la relation pression/courant étant dépendante du gaz, l'étalonnage est habituellement essentiel et les pressions sont notées en équivalent azote ;
- la précision de la mesure dépend de la propreté des électrodes, mais contrairement aux manomètres à cathode froide, les électrodes peuvent être nettoyées in situ, soit par bombardement électronique, soit par effet Joule ;
- de manière à réduire les surfaces et par suite le dégazage, les électrodes sont de construction légère, mais la structure est fragile et doit être manipulée avec précaution.

Les capteurs sont disponibles soit avec enveloppe verre ou métal, et soit sous la forme tubulaire ou insérable, montés sur bride.

### 6.3 Montage et mise en place

Le capteur doit être placé aussi près que possible de la position où il faut mesurer la pression. Il doit être connecté au système en utilisant des tubulures de diamètre au moins égal à celui du capteur et sa longueur doit être très courte de manière à minimiser les erreurs causées par la conductance des connexions. Lorsque cela est possible, on peut utiliser un capteur *insérable* tel que la structure des électrodes soit à l'intérieur de la chambre à vide ; il faut cependant se prévenir des ions ou électrons produits à l'extérieur et entrant dans le capteur ou vice-versa. Les performances du capteur sont sensibles aux champs magnétiques parasites, la position du capteur doit en tenir compte et un écran peut être nécessaire.

### 6.4 Fonctionnement

Lorsqu'on utilise un manomètre à cathode froide, il n'y a pas de retard dû aux variations de température car il travaille pratiquement à la température ambiante, cependant il y a un très fort dégazage initial causé par le bombardement des ions sur les électrodes et les surfaces environnantes. Un temps appréciable est donc quelquefois nécessaire pour que les conditions de surface se stabilisent et que la lecture de pression soit stable. Avec un manomètre à cathode chaude, il faut attendre un moment pour que la température d'équilibre du capteur soit atteinte et l'équilibre de pression réalisé. Ceci est dû au fait que pendant la période de chauffage, les surfaces du capteur dégazent ; la stabilisation de la pression et de la composition du gaz à proximité immédiate du capteur doit être réalisée si l'on veut effectuer des mesures précises et répétitives.

A cause des restrictions ci-dessus, il est recommandé de laisser fonctionner les manomètres en permanence et de ne les arrêter qu'en cas de nécessité absolue.



## 6.5 Protection et nettoyage

### 6.5.1 Manomètres à cathode froide

Des précautions identiques à celles pour les manomètres à cathode chaude doivent être prises, mais comme les manomètres Penning ne peuvent pas être nettoyés in situ, le capteur doit être démonté et nettoyé régulièrement si l'on veut obtenir des mesures sûres.

Pour le nettoyage, il faut suivre les indications du constructeur. Dans les dispositifs modernes, la structure des électrodes est conçue pour un montage et un démontage aisés, de plus les électrodes sont assez robustes pour pouvoir être nettoyées avec un abrasif. Si la couche polluée est importante et adhère fortement, on est tenté d'utiliser des solvants chimiques puissants pour la détruire ; cette méthode est déconseillée, mais si on l'applique quand-même, il faut procéder à un lavage et un rinçage énergiques pour éliminer toute trace de produit chimique.

Par expérience, le nettoyage par abrasion est la méthode la plus efficace et la plus sûre.

Cependant, la procédure la plus simple et la moins coûteuse est souvent de remplacer la cathode qui est en général rapidement disponible chez le fabricant. Un baffle est souvent monté devant le capteur pour réduire la pollution (voir aussi fig. 3).

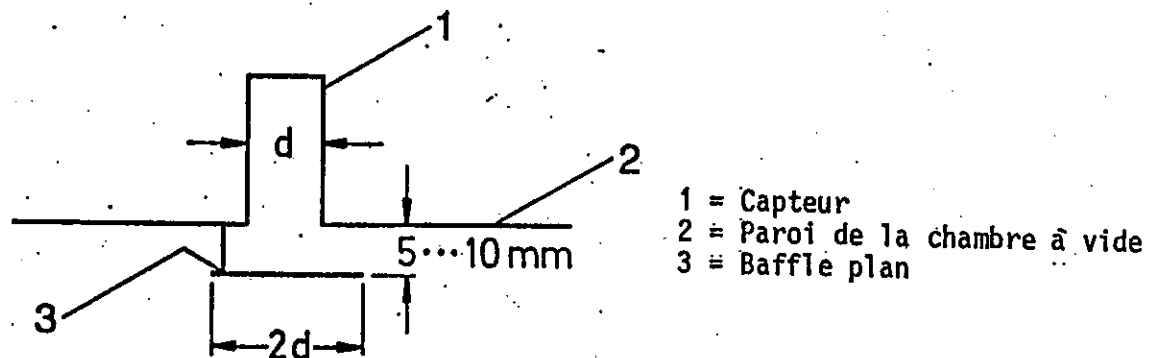


Fig. 3 - Position relative du baffle plan par rapport au capteur

### 6.5.2 Manomètres à cathode chaude

Du fait que les électrodes se polluent après un fonctionnement prolongé, surtout en haute pression, une procédure de dégazage régulière doit être suivie pour effectuer des mesures sûres et répétitives. Le dégazage est effectué en général par bombardement électronique de la grille, mais dans certains cas, il peut l'être par chauffage (effet Joule). Il est très important de suivre les instructions du fabricant pour le dégazage.

Dans quelques applications, par exemple les fours à vide, il est important de monter le capteur dans une position telle qu'il ne puisse pas recevoir de corps étrangers. A cette fin, il est souvent nécessaire d'ajouter un baffle plan à la sortie du capteur pour le protéger, mais il faut s'assurer que celui-ci ne réduise pas la conductance de façon sensible. La figure 3 montre une configuration typique.

#### 6.6 Incertitude de mesurage et étalonnage

Pour un manomètre à cathode froide, la précision obtenue est de l'ordre d'un facteur 2 de la lecture, mais d'après ce qui a été dit plus haut, la précision dépend du degré de pollution des électrodes au moment de la mesure.

Pour un manomètre à cathode chaude, la précision est de l'ordre de  $\pm 15\%$  jusqu'à  $10^{-8}$  mbar, si les électrodes ont été correctement dégazées et si la température et la pression sont stabilisées.

La pression indiquée par tous les manomètres ioniques est une pression moyenne dépendant de la composition du gaz à proximité du capteur et il est souvent pratique de noter la pression en équivalent azote.

Cependant, lorsque l'on sait que l'atmosphère résiduelle est constituée d'un gaz prédominant, la pression de ce gaz peut être connue en multipliant la valeur indiquée par le facteur de gaz approprié donné par le fabricant.

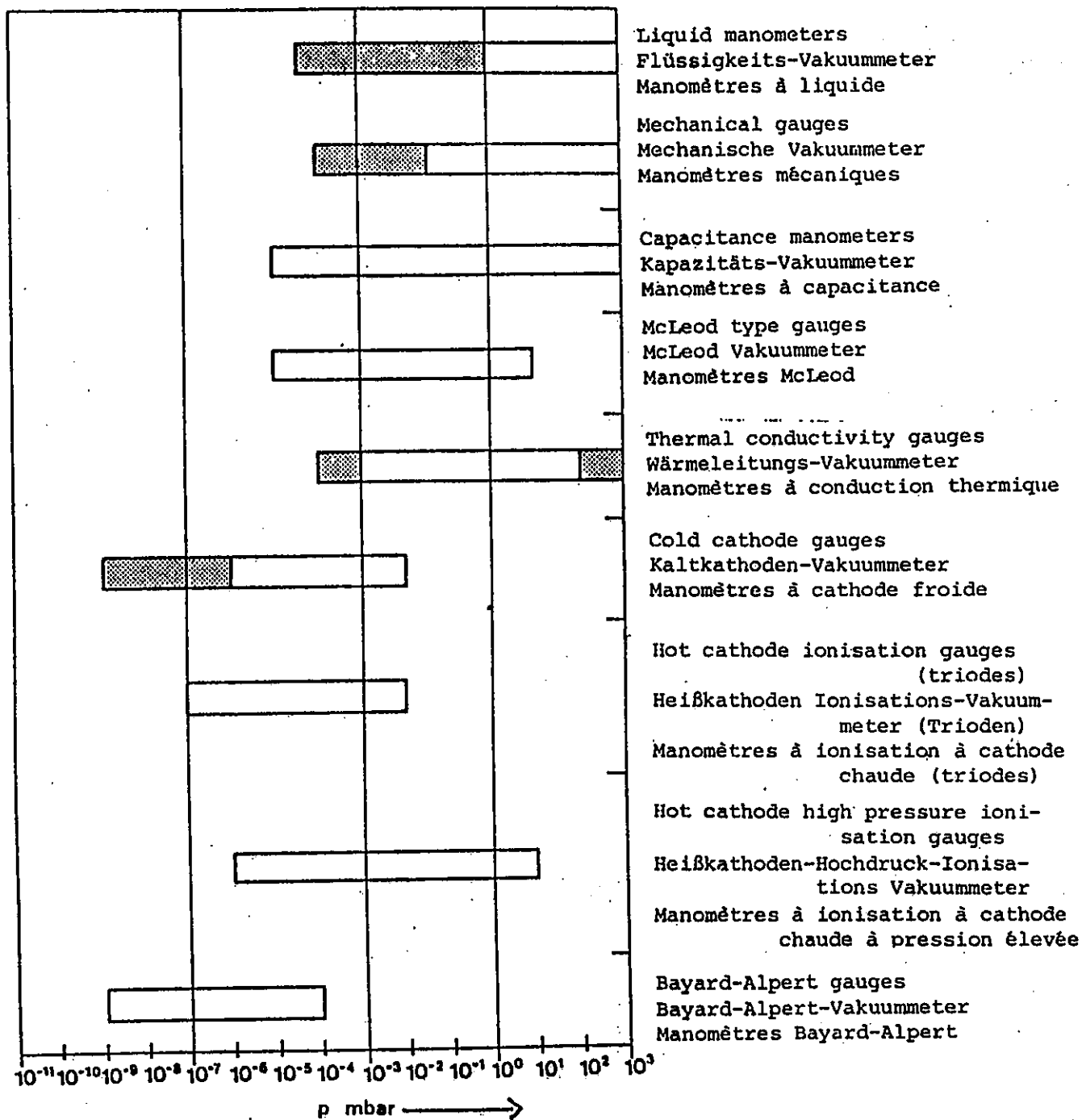
Si l'on cherche à effectuer des mesures plus précises en utilisant un gaz spécifique ou un mélange gazeux, le capteur doit être étalonné avec son alimentation à l'aide d'un banc d'étalonnage approprié dans lequel le gaz ou le mélange gazeux pourra être introduit avec des niveaux de pureté connus etc.

Les manomètres à ionisation mesurent le nombre volumique de molécules plutôt que la pression, et comme la densité varie avec la température - dans un système ouvert - il est important de s'assurer dans certaines applications, par exemple les fours à vide, que le gaz dans le capteur soit à la même température que dans la zone où la pression doit être connue.

Appendix A Measuring ranges of common vacuum gauges

Anhang A Meßbereiche gebräuchlicher Vakuummeter

Annexe A Gamme de mesure des manometres à vide usuel



Ultra High Ultrahoch- Ultravide	High Hoch- Vide poussé	Medium Fein- Vide moyen	Rough Grob- Vide grossier	Vacuum Vakuum
$10^{-7}$ mbar $10^{-5}$ Pa	$10^{-7}$ ... $10^{-3}$ $10^{-5}$ ... $10^1$	$10^{-3}$ ... 1 $10^{-1}$ ... $10^2$	1 ... $10^3$ ... $10^5$	mbar Pa

Extended measuring range for special design or mode of operation

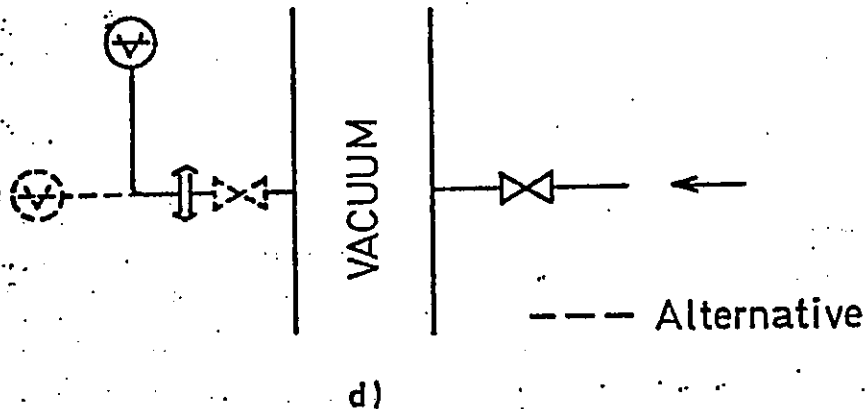
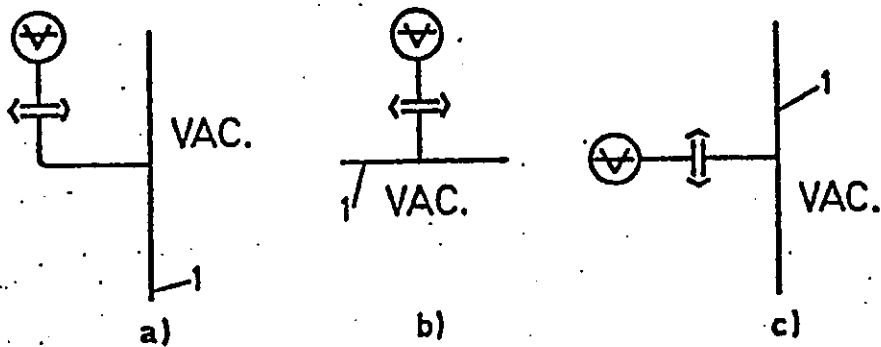
Erweiterter Meßbereich für spezielle Konstruktionen oder Betriebsarten

Gamme étendue avec un dispositif ou mode opératoire spécial.

Appendix B

Anhang B

Annexe B



Various positions of vacuum gauges  
(for details see text)

Verschiedene Positionen von Vakuummetern  
(Einzelheiten siehe Text)

Positions divers des vacuomètres  
( pour les détails voir texte)

1 = { Wall of pipe or vacuum vessel  
Wand des Rohres oder der Vakuumkammer  
Parois du tube ou de la chambre à vide