

Vakuová měření

1. Základní pojmy

Jde v podstatě o metody měření fyzikálních veličin, definovaných a užívaných v předchozích odstavcích, například: tlak plynu, proud plynu, tenze páry, čerpací rychlost, mezní tlak..... Protože základní veličinou charakterizující vakuový systém je tlak, je nejdůležitějším měřením ve vakuové fyzice a technice právě měření tlaku, celkového i parciálního.

Měření tlaku je také téměř vždy součástí měření ostatních vakuových veličin.

Lze rozlišit dvě základní kategorie:

1. *přímé měření tlaku*

Používá definice tlaku jako síly působící na jednotku plochy, eventuálně se využije souvislosti síly s deformací pružného tělesa. Údaje takových **tlakoměrů (manometrů, vakuometrů, vakuoměrů)** nezávisejí na druhu plynu – jsou to **tzv. absolutní tlakoměry**

2. *nepřímé měření tlaku*

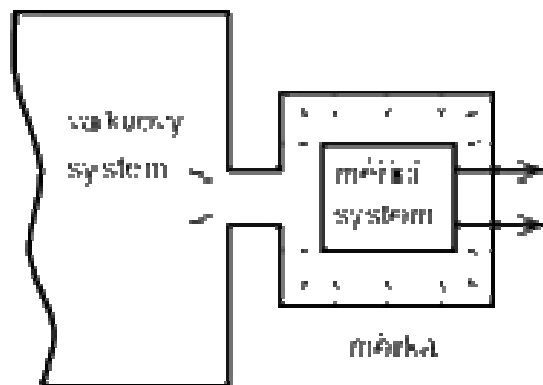
Využívá jinou fyzikální veličinu, která je jednoznačně funkcí tlaku - například tepelná vodivost plynu, tření plynu..... Tyto veličiny ovšem většinou závisejí i na dalších proměnných parametrech, jako je druh plynu, teplota, atd. ... tlakoměry pak **nejsou absolutní**.

Vhodnost užití konkrétní měřicí metody, respektive konkrétního přístroje (vakuoměru) musíme dále posoudit podle:

1. **měřicího oboru** – tedy rozsahu měřených tlaků,
2. **citlivosti** – tj. poměru změny údaje přístroje a změny tlaku,
3. **přesnosti** – vyjádřené chybou měření, stabilitou a reprodukovatelností údajů.
4. **doby odezvy** přístroje - s níž reaguje na změnu tlaku,
5. **vlivu vakuoměru na tlak** plynu ve vakuovém systému - některé vakuoměry mají čerpací efekt (čerpají plyn jako vývěvy),
6. **vlivu vakuoměru na složení** plynu ve vakuovém systému – např. manometr s kapalinou vnese do systému její páry, ionizační vakuoměr vytváří ionty a disociuje molekuly, apod.

Důležité je také **umístění vakuoměrů** ve vakuovém systému:

1. pozor na tlakový spád ve vakuovém systému - zejména při chodu vývěvy
2. pozor na vliv samotné měrky vakuoměru - ty jsou velmi často vyrobeny ve tvaru malých komůrek, které chrání vlastní měřicí systém a s vakuovým systémem je spojuje relativně malý otvor :



Pak má ovšem na údaj tlaku vliv :

- efúze
- čerpací efekt vakuoměru
- adsorpce a desorpce stěn měřky.

Tyto vlivy zmírní co největší otvor do měřky optimální je proto tzv. *vnořený měřicí systém*.

2. Přímé měřicí metody

Pístové tlakoměry

Obsahuje vertikální píst v pouzdře (válci). Obě tyto části jsou pečlivě opracované a definují přesnou efektivní plochu pístu. Pro potlačení vlivu tření píst rotuje.

Tlak plynu působí na spodek pístu a vytváří směrem nahoru vertikální sílu, která je vyvážena tíhou přesných závaží, pokládaných na horní část pístu.

Tlakoměr se může seřídít na lokální gravitační zrychlení, lze tak dosáhnout vysoké přesnosti měření řádu 0,005 %.

Používá se pro kalibraci jiných tlakoměrů, i pro měření tlaku, zejména v oblasti vysokých (pře)tlaků (typicky do 70 bar, někdy až 4 000 bar), případně v oblasti hrubého vakua (1 – 1000 mbar), lze použít až do jednotek Pa.

Kapalinové (hydrostatické) tlakoměry

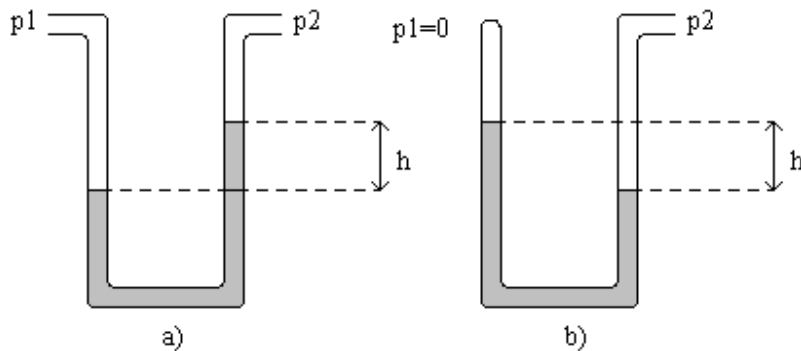
Tlak plynu je vyrovnán hydrostatickým tlakem kapaliny (rtuť, olej), který se stanoví z výšky jejího sloupce.

První konstrukcí byla **Torricelliho trubice**, užitá pro měření atmosférického tlaku.

Pro měření hrubého vakua se dříve hojně používaly vytvarované skleněné trubice, tzv. **U-manometry**:

a) diferenciální U-manometr $p_2 - p_1 = h\rho g$,

b) uzavřený zkrácený U-manometr $p = h\rho g$.

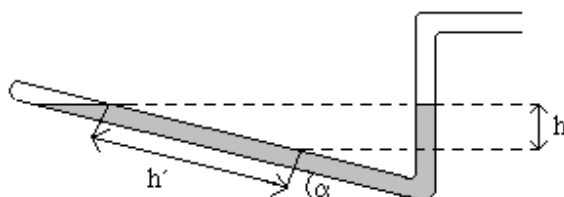


Přesnost měření je dána přesností stanovení rozdílu hladin - lze odhadnout na desetinu milimetru ($\Delta h = 0,1\text{mm}$)

Tedy:

- pro rtuť je přesnost $0,1\text{Torr}$, nebo-li $\Delta h\rho g = 1 \cdot 10^{-4} \cdot 13,59 \cdot 10^3 \cdot 9,81 = 13,3\text{Pa}$,
- pro olej $\Delta h\rho g = 1 \cdot 10^{-4} \cdot 0,9 \cdot 10^3 \cdot 9,81 = 0,8\text{Pa}$. Tato hodnota je i dolní hranicí oboru tlaků.

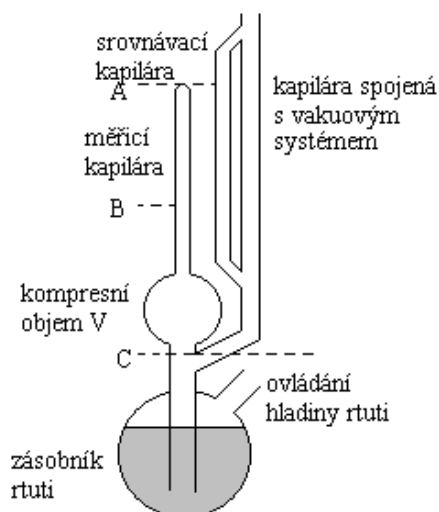
Další zlepšení přineslo **šikmé rameno manometru**. Pro úhel sklonu ramene $\alpha \approx 6^\circ$ vychází h' přibližně desetkrát větší než h . Citlivost je tudíž větší o faktor $\frac{1}{\sin \alpha}$ vzhledem k manometru se svislým ramenem.



Kompresní tlakoměry

Hydrostatický tlak kapaliny opět vyrovnává tlak plynu, který je ale podstatně zvětšený přesně definovanou izotermickou kompresí plynu.

Zásadní snížení dolní hranice měřených tlaků (až 10^6 krát) dosáhl **McLeodův kompresní manometr**.



Princip měření je jednoduchý: velký objem plynu o nízkém tlaku se stlačí rtutí (jako pístem) na malý objem (za konstantní teploty - tedy pomalu - a proto platí $pV = \text{konst.}$). Tím vzroste tlak plynu natolik, že může být změřen jako v U-manometru.

Postup měření: pomalým pootočením ventilu do atmosféry se zvýší tlak v zásobníku rtuti, její hladina stoupá a dosáhne-li výšky C, oddělí se objem plynu V od měřeného systému. Při dalším stoupání rtuti se stlačuje plyn v kompresním objemu, za neustálého zvyšování jeho tlaku.

Stoupání rtuti lze ukončit ve dvou variantách:

1. když hladina rtuti ve srovnávací kapiláře dosáhne místa A (tedy úrovně konce měřicí kapiláry (obr. a).

Pak platí: $h = p - p_x$,

kde p je tlak v měřicí kapiláře a p_x je tlak v měřeném systému.

Použijeme Boyleův-Mariottův zákon:

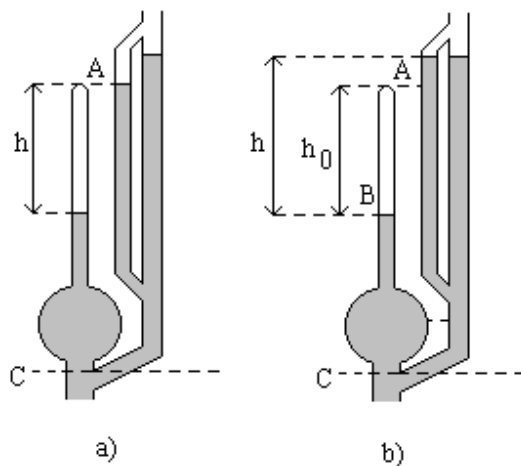
$$p_x V = p h S = S h^2 \Rightarrow p_x = \frac{S}{V} h^2 = k h^2 \text{ (kvadratická závislost).}$$

Odlehlost h se neměří, ale zhotoví se stupnice tlaků podél kapiláry - tzv. měření na **kvadratické stupnici**.

Většinou bývá:

- kompresní objem $V = 11$,
- průměr měřicí kapiláry $S = 1 \text{ mm}^2$,
- pak je kompresní poměr $k = \frac{V}{S} = \frac{1}{10^6}$.

Pro $h = 1 \text{ mm}$ je $p_x = 10^{-6} \text{ Torr}$, což je dolní hranice oboru tlaků



2. nebo zvedneme hladinu rtuti ke značce B (do výšky h_0 od konce měřicí kapiláry - obr. b). Dostaneme tedy konstantní kompresní poměr.

Pak: $p_x V = p h S \Rightarrow p_x = \frac{h_0 S}{V} h = k h$ (lineární závislost).

V tomto případě jde o měření na **lineární stupnici**.

McLeodův manometr se **dodnes používá ke kalibraci** nepřímých vakuometrů. Nehodí se ale pro běžnou praxi, protože:

- měří pomalu,
- neměří plynule,
- neměří tlak kondenzujících par (například vody) - tyto páry zkapalní při kompresi,
- vnáší páry rtuti do vakuového systému.

Mechanické (deformační) tlakoměry

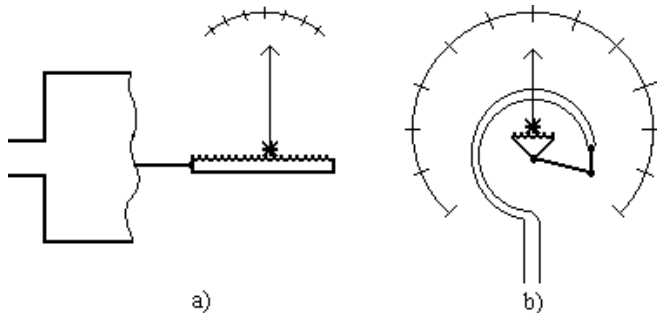
Mechanicky snímají pohyb pružného elementu. Jedná se zejména o následující dva typy:

- **membránové** (obr. a) - tenká pružná membrána (často zvlněná soustřednými kruhy) se prohýbá působením tlaku a pomocí páčky a převodu působí na ručku, která se pohybuje po stupnici. Na jedné straně membrány působí tlak známý, na druhé tlak měřený
- **trubicové** (obr. b) - místo membrány se používá dutá tzv. **Bourdonova trubice** s tenkými stěnami, která je kruhově ohnuta, zploštělá a na jednom konci uzavřena. Druhým otevřeným koncem je spojena s vakuovým systémem. Působením tlaku plynu se zvětšuje křivost této trubice - to má za následek pohyb ručičky přes ozubený převod. (Eugene Bourdon, 1849)

Měřicí obor: od atmosférického tlaku do tlaku asi 1 mbardobře měří i přetlak (desítky bar)

Použití:

Procesní tlakoměry v některých průmyslových technologiích, hlídače vakua (vakuové relé)



Přesné membránové tlakoměry

Zásadní vylepšení mechanických manometrů přinesly přesné metody snímání deformace pružného elementu – membrány :

Piezo-rezistivní membránový tlakoměr

Pružnou deformaci jeho membrány (z nerez, keramiky nebo křemíku) snímá piezo-rezistivní prvek (tenzometrický snímač, odporový tenzometr), jehož elektrický odpor se mění s mechanickou deformací.

Rozsah 0,1 – 1000 mbar (může být i vyšší), přesnost 0,2 - 0,3 % .

Pozn. : Existují také **piezo-elektrické** snímače tlaku – používají se pro velmi vysoké tlaky

Kapacitní membránový tlakoměr

Zásadního snížení dolní meze a dalšího zvýšení přesnosti membránového vakuoměru bylo dosaženo použitím *velmi tenké kovové membrány* (inconel, nerez, také se užívá keramika Al_2O_3 , dříve i krystalický Si) a *velmi přesným měřením* její průhybu : pomocí změny *kapacity membrány* oproti pomocné deskové elektrodě (elektrodám), která se určuje elektronickou *můstkovou metodou* .

Tato tzv. *kapacitní membránová měrka* je velmi citlivá na změny teploty, jejím vyhříváním na stabilizovanou teplotu (45, 100, až 200) se podařilo dosáhnout přesnosti měření **pod 0,1 % !!** (vysoká teplota měrky rovněž omezuje znečišťování jejího vnitřního prostoru).

Mechanický systém měrky také reaguje na vnější síly (gravitace, dotek ruky), proto nejpřesnější měrky s nejnižšími rozsahy (2 Pa) vyžadují montáž v definované poloze (většinou vodorovně).

Rovněž nepříznivě působí tlakové přetížení membrány, proto je vhodný oddělovací ventil, kterým se měrka uzavírá před napouštěním aparatury .

Rozsahy od : 0,01 – 1000 mbar (rozpětí až 5 řádů)

až do : 10^{-6} – 0,02 mbar

Přesnost měření (celková) : 0,12 – 0,25, také až 0,05 % .

Kapacitní membránový vakuoměr je nepostradatelný pro měření pracovního tlaku u plazmových depozičních aparatur, zejména pro nezávislost jeho údajů na druhu plynu. Jeho přesnost a stabilita jsou výrazně vyšší než u piezo měrky, také ovšem i jeho cena.

3. Nepřímé měřicí metody

Tlak je určován pomocí jiné veličiny, která na něm závisí. Poznali jsme již jevy přenosu, kdy v oboru nízkých tlaků je velikost přenesené veličiny závislá na tlaku plynu k měření tlaku lze tedy použít přenosu energie, nebo impulsu a samozřejmě i jiné vhodné jevy, například ionizace molekul ... atd.

Je nepříjemné, že ve všech takových případech závisí měřená veličina i na dalších veličinách (parametrech) charakterizujících měřený plyn – výsledky takového měření tedy závisí i na druhu plynu – měření již *není absolutní* .

Tepelné vakuoměry

Jsou založeny na přenosu tepla - jev tepelné vodivosti plynu.

Nejběžnější provedení: Skládá se z baňky, do níž je zataveno tenké kovové vlákno. Přímým průchodem proudu se tento odporový drátek elektricky ohřívá na teplotu několika set °C (například 200°C), která ještě neporušuje složení měřeného plynu (disociace, ionizace).

Ochlazování ohřátého vlákna plynem, které závisí na tlaku, lze měřit za různých podmínek :

- Při konstantním příkonu (nebo proudu, nebo napětí) - a pak při větším ochlazení vlákna se zmenšuje jeho **teplota** - je tedy mírou tlaku.
- Při konstantní teplotě vlákna (tj. při konstantním elektrickém odporu vlákna) - při větším ochlazení je nutné dodávat větší elektrický **příkon** - ten je tedy mírou tlaku . Toto provedení je nejčastější a také nejpresnější, vyžaduje ovšem přesné můstkové měření elektrického odporu (odporový vakuoměr).

Tepelné vakuoměry byly zkonstruovány ve třech provedeních :

- 1) **Termočlánekový vakuoměr** : Při konstantním elektrickém příkonu (nebo proudu) je měřena teplota vlákna pomocí termočlánku (jeho jeden spoj se dotýká vlákna)
- 2) **Piraniho vakuoměr** (odporový) : Změnou elektrického příkonu je udržován konstantní odpor vlákna (měřený v můstkovém zapojení). Měřicí rozsah 10^{-4} mbar – 1 (10)(100) mbar. (Marcello Stefano Pirani, 1906)
- 3) **Konvekční vakuoměr** : Pracuje za stejných podmínek jako Piraniho vakuoměr, ale jeho měřicí obor je rozšířen až k atmosférickému tlaku - využívá přenosu tepla samovolným **prouděním** (konvekci) plynu mezi ohřátým vláknem a chladnějším okolím (proudění vzniká v gravitačním poli země z důvodu nižší hustoty ohřátého plynu).

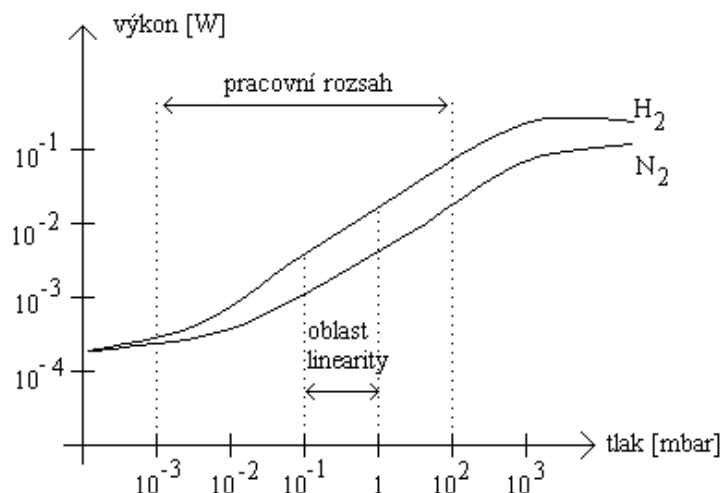
Toto proudění výrazně závisí na **tlaku plynu**, také ovšem na **geometrii** měřky, její **poloze** a na teplotě okolí (více než při nízkém tlaku) : vodorovné vlákno, vyhříváné konstantním proudem, je umístěné v ose vodorovného válce, ovinutého tepelně kompenzačním vinutím, jehož elektrický odpor kompenzuje v můstkovém zapojení změny teploty měřky. Rozsah 10^{-4} – 1000 mbar.

Následující obrázek ukazuje kalibrační křivky tepelného vakuoměru (Pirani) – tj. závislost elektrického příkonu do vlákna na tlaku.

Tento příkon závisí na druhu plynu v souladu se závislostí tepelné vodivosti na druhu plynu. Přímková část v relativně malé oblasti tlaků přechází při vyšších tlacích na konstantu (součinitel tepelné vodivosti λ nezávisí na tlaku plynu).

(U konvekčního vakuoměru pak tepelná konvekce způsobuje další růst kalibrační křivky, s výrazně ostřejší závislostí na druhu plynu než u tepelné vodivosti – není na obrázku)

Z důvodu odvodu tepla také elmg. zářením a tepelnou vodivostí přívodů vlákna existuje **dolní hranice** měřeného tlaku – kdy všechny křivky přecházejí na konstantu.



Výhody tepelných vakuoměrů:

- jednoduchost,
- neovlivňují tlak a složení plynu - nízká teplota vlákna,
- lze je dobře odplynit,
- chyby měření **známého plynu** jsou několik procent.

Nevýhoda:

- chyby měření **neznámého plynu** jsou až stovky procent (i 500 %).

Viskózní vakuoměry

Využívají závislosti koeficientu tření na tlaku plynu (přímá úměra za nízkého tlaku) .

Konstrukční provedení: do vakua je třeba umístit pohybující se těleso a měřit brzdící působení plynu nebo přenos impulsu na jiné těleso. Většinou se užívá rotační nebo kmitavý pohyb.

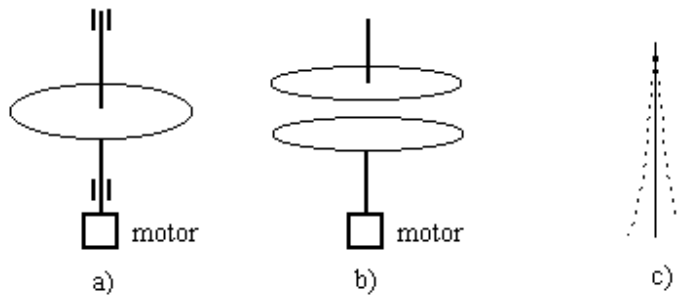
Příkladem byla *kruhová deska* (obr. a), která se roztočila motorkem a třením plynu se brzdí její pohyb. Mírou tlaku je moment brzdící síly :

- lze stanovit z výkonu motoru, který je potřeba k udržení daných otáček,
- nebo se motor vypne a brzdící moment se určí z poklesu otáček kotouče za určitý čas.

Přidáním dalšího kotouče do blízkosti prvního lze měřit přenos impulsu. Tím vzniká *Langmuirův-Dushmanův vakuoměr* (obr. b). Jeden z kotoučů rotuje a uvádí tím do přídatného pohybu molekuly plynu, druhý je zavěšený na vlákně. Pohybující se molekuly dopadají na spodní kotouč a předávají mu svůj impuls. Z jeho úhlu natočení je možno stanovit velikost přeneseného impulsu.

Rozsah 10^{-4} mbar – 1 mbar

Dalším typem je *Langmuirův vakuoměr* (obr. c). Je tvořen z tenkého křemíkového vlákna zavěšeného v baňce. Elektromagnetickým polem se vybudí kmity tohoto pružného vlákna. Vytvoří se tlumené kmity a mírou tlaku je potom útlum kmitů.



Z uvedených příkladů je zřejmé, že princip metody je jednoduchý, ale měřené veličiny se obtížně určují (zejména rozkmit vlákna). Při rotačním pohybu je největším problémem tření v ložiskách. Není proto překvapivé, že tyto vakuoměry našly použití jen ve vědeckých laboratořích.

Až v nedávné době byl doveden k běžnému použití *viskózní vakuoměr s rotující kuličkou* (typ Viscovac od firmy Leybold-Heraeus).

Princip: malá ocelová kulička o průměru 4,5 mm se roztočí v magnetickém závěsu (střídavým imag. polem) okolo svislé osy na 425 otáček za minutu, a měří se doba, za kterou dojde k poklesu na 405 otáček za minutu. Opakováním lze dobře vyčíslit přesnost měření. Celý proces řídí mikroprocesor.

Měřicí obor: 10^{-7} – 1 mbar , přesnost: 2 %.

Výhody:

- nemusí se kalibrovat - tlak lze vypočítat ze známých parametrů kuličky a plynu,
- snadná odplynitelnost ocelové kuličky a malé komory až do 400 °C.

Ionizační vakuoměry

Využívají ionizace molekul měřeného plynu v ionizačním prostoru tlakoměru. Měří se počet vzniklých iontů, který je přímo úměrný počtu neutrálních molekul (při konstantním působení ionizačního čidla). Tento počet iontů lze určit pomocí jejich proudu:

$$I = n \cdot e \cdot \vec{v},$$

kde: n je koncentrace iontů plynu, e je elementární náboj (iontu), \vec{v} je rychlost iontů.

Je známo, že obecně existuje několik způsobů ionizace:

- 1) ionizace srážkami s elektrony - zdrojem elektronů pak může být žhavá nebo studená katoda, fotokatoda nebo elektrický výboj,
- 2) ionizace dopadem záření - fotoionizace,
- 3) ionizace v silném elektrickém poli,
- 4) ionizace srážkami iontů.

Běžné ionizační vakuoměry používají první způsob – ionizaci srážkami s elektrony.

Výbojové vakuoměry

Byly užívány ke stanovení, případně k odhadu tlaku pomocí samostatného elektrického výboje, ve kterém je plyn ionizován srážkami s elektrony.

Elektrické parametry výboje (proud, napětí), jeho tvar, případně barva výrazně závisí na tlaku a druhu plynu.

Výbojová trubice

V ní se mezi dvěma terčovými elektrodami o stejnosměrném napětí několik kV při tlaku 10 - 20 *mbar* zapálí výboj, jenž s klesajícím tlakem mění svůj vzhled. Nejprve má tvar tenkého provazce mezi elektrodami, při nižším tlaku vyplní celou výbojovou trubici a při tlaku 10^{-3} *mbar* úplně zmizí a procházející proud klesá na nulu.

Vysokofrekvenční bezelektrodivý výboj

Velmi výhodně se užívá k odhadu tlaků u skleněných vakuových systémů. K jeho stěně se přiblíží elektroda sekundárního obvodu Teslova transformátoru a vzniká výboj, jehož vzhled závisí na tlaku plynu:

tlak <i>mbar</i>	vzhled výboje
$1 \cdot 10^0$	výboj v ose (například skleněného potrubí)
$1 \cdot 10^{-1}$	vyplňuje celý systém
$1 \cdot 10^{-2}$	ztrácí na intenzitě a barva bledne
$1 \cdot 10^{-3}$	ustává a světélkuje při vnitřním povrchu stěny

Podle barvy výboje lze odhadnout i druh plynu, například :

fialová vzduch

modrá argon

červenáneon

Bezelektrodoým výbojem je možno získat rychle přehled o tlaku v různých částech aparatury, bývá užíván i k hledání netěsností.

Pro exaktní měření se používá:

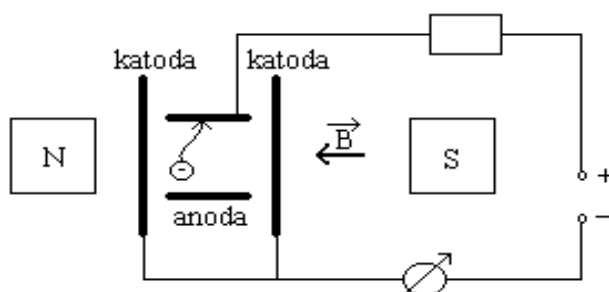
Penningův vakuoměr

(Penning gauge, Frans Michel Penning, 1949)

Při nižších tlacích než 10^{-3} mbar samostatný elektrický výboj zaniká. Dráha elektronu v systému je již kratší než jeho střední volná dráha a ionizační efekt nestačí k udržení výboje. Problém je principiálně řešitelný buď zvýšením počtu ionizujících elektronů nebo prodloužením dráhy elektronů použitím magnetického pole - tak vznikl právě tento vakuoměr.

Skládá se ze tří elektrod: dvou terčových, které jsou spolu vodivě spojeny (při napětí několik kV) a válcové anody (v původní konstrukci jen kroužek) umístěné mezi nimi tak, aby osa sondy procházela kolmo středem katod. Systém elektrod je umístěn ve skleněné baňce a celý manometr je vložen do magnetického pole (o magnetické indukci 0,1 - 0,2T) tak, aby jeho siločivky procházely rovnoběžně s osou elektrodového systému.

Elektrony působením Lorentzovy síly konají dlouhé dráhy tvaru epicykloidy. Tento pohyb je doplněn kmitáním ve směru osy anody mezi oběma katodami a probíhá tak dlouho, než elektron dopadne na anodu. Přitom již elektrony dostatečně ionizují plyn a vzniká *Penningův výboj*.



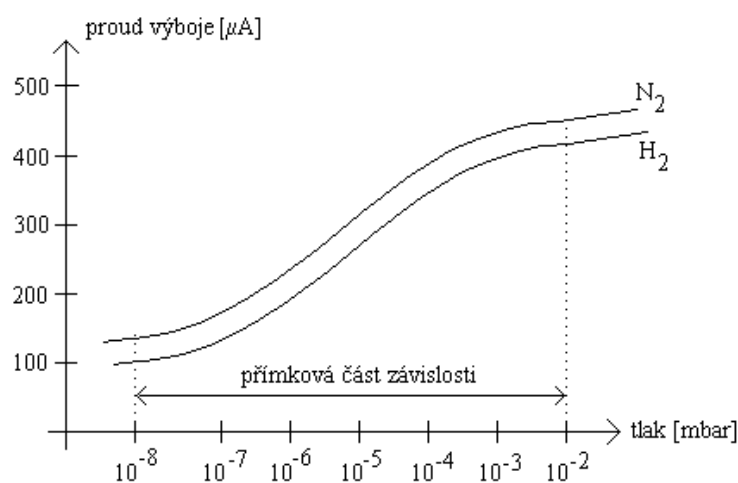
Rozsah tlaků : 10^{-9} mbar – 10^{-2} mbar

Dolní hranici oboru tlaků omezuje nepříznivě **proud autoelektronů**, které jsou emitovány z katod v místech silného elektrického pole (na okrajích anody, zejména na povrchových nerovnostech).

Tomuto efektu lze zabránit použitím stínících elektrod na potenciálu katody ve tvaru prstenců, které jsou vloženy mezi katody a okraje anody, autoemise pak nastává na těchto elektrodách a neovlivňuje měřený proud.

Tím lze dosáhnout snížení dolní hranice oboru tlaků až na hodnotu 10^{-11} mbar.

Ukázka kalibračních křivek Penningova vakuoměru:



Magnetronový vakuoměr

(Magnetron gauge, P.A. Redhead, 1959)

Podobná konstrukce, s katodou v ose, spojující obě vnější katody

Téměř výlučně se ale dnes používá:

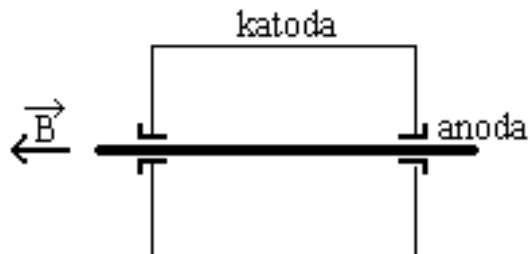
Inverzní výbojový vakuoměr

(Inverted magnetron, Redhead gauge, Haefler 1955, J.P. Hobson, P.A. Redhead, 1958)

Vyznačuje se obrácenou a upravenou konfigurací elektrod. Je tvořen válcovou katodou s otvory v ose, kterými prochází tyčová anoda.

Okraje otvoru (kde je nejsilnější elektrické pole) opět stíní před autoemisí pomocná elektroda na potenciálu katody (vnější katoda)

Elektrody jsou v baňce, jenž je vložena do magnetického pole se siločivkami rovnoběžnými s anodou. Dráhy elektronů: hypocykloidní + oscilace.



Měřicí obor je prakticky stejný jako u původního Penningova uspořádání, tedy :

Typický : 10^{-9} mbar – 10^{-2} mbar

Speciálním provedením lze rozšířit na: 10^{-11} mbar – 10^{-2} mbar

Výhody:

- jednoduchý a mechanicky odolný
- většinou se kombinuje s tepelným manometrem - navazuje na jeho měřicí obor.

Nevýhody:

- hůře se odplyňuje - je masivní a obsahuje magnet,
- do určité míry ovlivňuje složení plynu - dochází k disociaci a ionizaci molekul ve výboji,
- elektrody jsou ve výboji rozprašovány \Rightarrow sorpce - existuje tedy čerpací efekt manometru (až 1l/s).

S tím souvisí i desorpce, a pak dochází k tzv. **paměťovému jevu**, kdy se do systému dostávají molekuly sorbované při dřívějším měření (projevuje se hlavně při střídavém měření různých směsí).

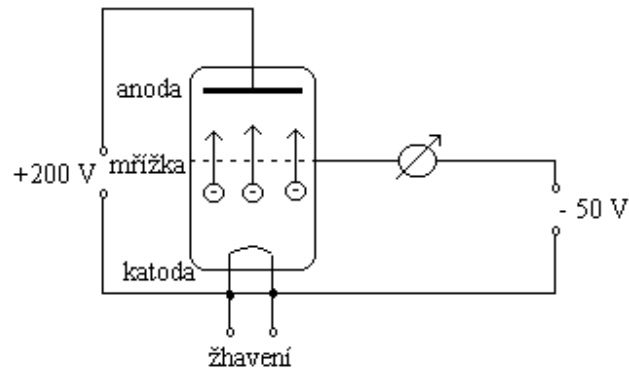
Přesnost měření při tlaku:

- $> 10^{-4}$ Pa projevují se nestability výboje, chyby měření 20–30 %, proud závisí na čistotě katody,
- $< 10^{-4}$ Pa stabilní výboj, chyby měření do 5 %, proud úměrný tlaku.

Pro měření tlaku ve vakuových systémech s velkým obsahem uhlovodíků, které silně znečišťují elektrody vakuoměru, se používá **dvojitý inverzní magnetron**. Tento vakuoměr je sestavený ze dvou inverzních systémů ve společné komůrce, z nichž vstupní první slouží pouze k zachycení molekul uhlovodíků (a je ho možno lehce demontovat a vyčistit), do druhého měřicího systému pak vstupuje pouze malá část uhlovodíků a jeho životnost je tak mnohonásobně.

Ionizační vakuoměr se žhavou katodou

Vyšší ionizace nutná pro samostatný výboj za nízkého tlaku se získá žhavou katodou.



Klasické uspořádání: jako elektronka trioda (tři elektrody - žhavá wolframová katoda, mřížka, kolektor). Při dostatečně vysoké teplotě katody předávají tepelné kmity jejich částic energii elektronům a ty z ní vystupují (termoemise). Následně procházejí velmi řídkou mřížkou a dopadají na anodu - vzniká elektronový proud I_e . Elektrony ve srážkách ionizují molekuly plynu a počet vzniklých iontů je úměrný:

- počtu elektronů - tj. proudu elektronů,
- koncentraci plynu - tj. tlaku plynu.

Kladné ionty jsou přitahovány zápornou mřížkou (kolektorem nabitým záporně vzhledem ke katodě) a vytvářejí iontový proud I_i :

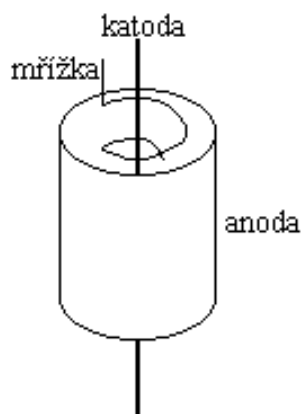
$$I_i = CI_e \cdot p = k \cdot p,$$

kde: C je konstanta přístroje a k jeho citlivost.

..

Proud I_i závisí na geometrickém uspořádání, potenciálech elektrod. Rovnice platí ve velmi širokých mezích - hlavní výhodou tohoto vakuoměru je lineární stupnice.

Konstrukce: opět jako elektronka - válcová symetrie. Katoda je umístěna v ose mřížky, která je buď ve tvaru spirály nebo je tvořena několika podélnými tyčkami.

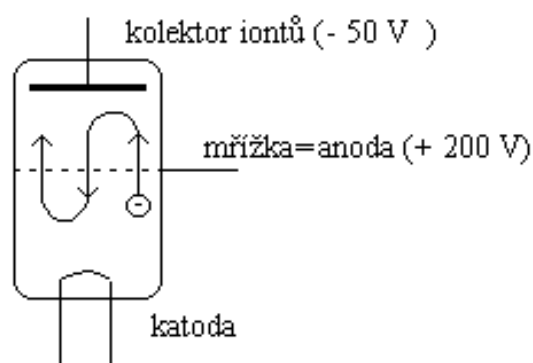


Měřicí obor: 10^{-6} mbar – 10^{-3} mbar ,

Vakuoměr pracuje i při vyšší tlaku – který je ale nebezpečný pro katodu (bombardování ionty , oxidace).

Ionizační vakuoměr s klystronovým uspořádáním elektrod

Citlivost uvedeného geometrického uspořádání lze více než stokrát zvýšit pouhým prohozením funkce mřížky a anody. Jedná se o *ionizační vakuoměr s klystronovým uspořádáním elektrod*. Elektrony přitahované mřížkou jí proletí, obrátí se a vracejí se zpět – vzniká kmitavý pohyb- důsledkem jsou dlouhé dráhy a zvýšená ionizace plynu.



Měřicí rozsah je 10^{-8} mbar – 10^{-3} mbar

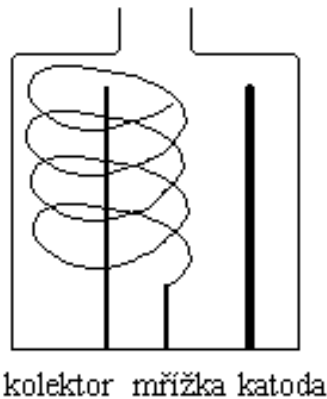
Dolní hranice je dána *rentgenovskou mezí*: urychlené elektrony dopadají na kolektor elektronů a vzniká tak velmi měkké a slabé rentgenové záření. To se šíří všude kolem a po dopadu na kolektor iontů vyvolá sekundární emisi elektronů (fotoelektrický jev) a jimi vytvořený proud - *fotoelektrický* - se sečte s iontovým. Celkový proud dopadající na kolektor iontů je pak :

$$I_{nakol.iontů}^{celkový} = I_i + I_{fotoel.}$$

Bayard-Alpertova měrka

(R.T. Bayard, D. Alpert, 1950)

Proud fotoelektronů lze zmenšit snížením plochy kolektoru iontů, proto se místo válcové anody použije velmi tenký drátek. Tak dojde ke snížení plochy až o 2-3 řády, stejně tak i fotoproudu.



Tato úprava značně zredukuje odsávací schopnost kolektoru iontů, proto se musí změnit celá geometrie přístroje: kolektor iontů je místo katody (tím se k němu směřují elektrické siločáry), mřížka zůstává a katoda je umístěna vně.

Rozsah pak bude 10^{-10} mbar – 10^{-3} mbar

Zmenšením průměru kolektoru na několik μm lze dále snížit dolní hranici až k 10^{-11} mbar.

Použitím odolnější katody (iridium, povlakované vrstvou kysličníku thoria, případně yttria) je možno zvýšit horní hranici až k 10^{-1} mbar, výjimečně do řádu mbar.

Hlavní předností tohoto vakuoměru je už dříve zmíněná přímková charakteristika:

$$I_i = \text{konst.} \cdot p \cdot I_e.$$

Ovšem pozor, elektronový proud I_e také ovlivňuje iontový proud I_i . Přístroje proto musí mít stabilizátor elektrického proudu. Na jeho kvalitě závisí i přesnost měření - běžné hodnoty kolem 1 % a méně \Rightarrow jedná se o nejpřesnější vakuoměr v oboru ultravakua a vysokého vakua.

Vlastnosti:

- vyrábí se většinou vnořené měrky,
- vakuoměr má čerpací (až 1l/s) i paměťový efekt,
- dobře se odplyňuje - zařízení pro odplynění měrky má každý vakuoměr většinou v sobě zabudované (na elektrody se připojí záporné napětí a bombardováním se zhaví po dobu několika minut),

- stupnice jsou kalibrovány pro dusík (vzduch) - při měření jiného plynu tedy neukazují správný tlak (poskytovaný údaj se nazývá *dusíkový ekvivalent*).

Pro měření tlaků menších než 10^{-11} mbar byla nutná další opatření :

Rtg. proud může být vyloučen střídavou modulací iontového proudu pomocí přídavné modulační elektroda v prostoru mřížky - nepříliš úspěšný pokus - jen malé zlepšení (P.A. Redhead 1960)

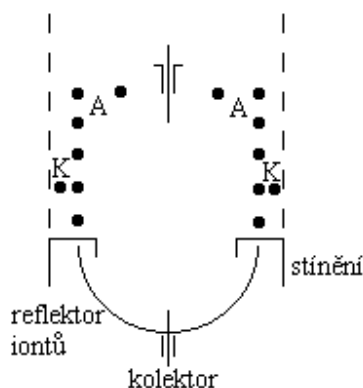
Úspěšnější byla další změna geometrie – skrytí kolektoru:

Extraktorový ionizační vakuoměr

Umožnil další snížení dolní hranice měřicího oboru na 10^{-12} až 10^{-13} mbar

Dle obrázku má thoriová katoda (K) tvar prstence, kolektor ve tvaru tenké tyčinky je umístěn vně anody ve středu polokulového reflektoru iontů, který je na potenciálu anody (A) a je od ní oddělen stíněním na potenciálu katody. Vnitřní stěny baňky jsou pokryty vrstvou SnO_2 , který je na potenciálu katody.

Ionty vzniklé u anody proudem elektronů vystupujících z katody jsou přitahovány ve směru stínění a většina jich prochází otvorem ve stínění a působením kladného potenciálu polokulového reflektoru směřují na kolektor. Tok rentgenového záření na kolektor je malý, do značné míry je snížen i vliv elektronové desorpce z anody.



Spektroskopická ionizační měrka

(F. Watanabe, 1992)

Další ukrytí kolektoru před rtg. zářením umožnilo měření tlaků až do $2 \cdot 10^{-14}$ mbar

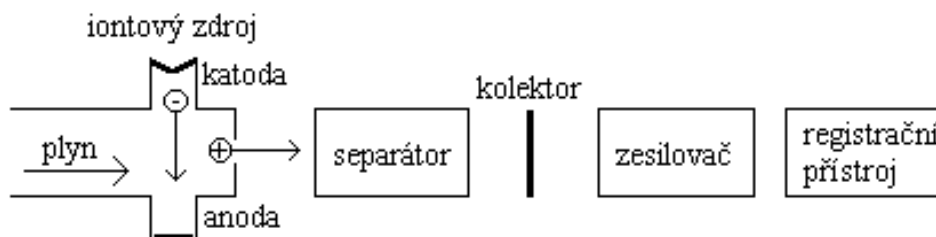
4. Měření parciálních tlaků

Ve fyzice vakua je nutné znát i složení plynů a tlaky jeho jednotlivých složek. Zbytkové plyny jsou ve vysokém vakuu a v ultravakuu tvořeny zejména He, H₂, Ar, N₂, O₂, CO₂.

Jediný prakticky užívaný způsob měření v poslední době poskytuje **hmotnostní spektrometr**, který provádí analýzy složení plynů většinou při tlacích menších než 10⁻³ mbar.

Pracuje na principu ionizace molekul analyzované směsi plynů, výběru vzniklých iontů určité hmotnosti (a náboje) a jejich zachycení kolektorem. Kolektorový proud je pak úměrný koncentraci iontů a tím i koncentraci molekul (a pravděpodobnosti ionizace).

Blokové schéma hmotnostního spektrometru:



Má tři hlavní části:

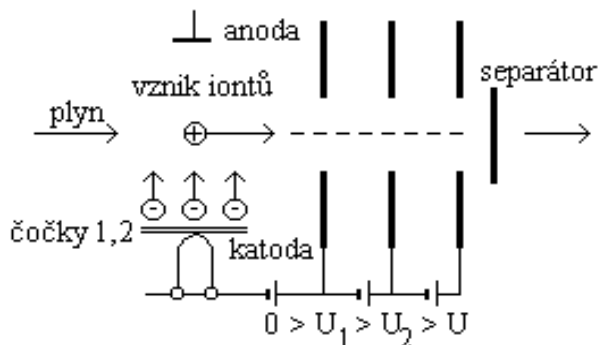
1) Zdroj iontů

Ionty se v něm vytvářejí jako v elektronových ionizačních vakuometrech, tedy ionizací neutrálních částic plynu bombardováním elektrony. Navíc se požaduje, aby vznikl úzký svazek iontů o určité rychlosti.

Podle zákona zachování energie platí:

$$\frac{1}{2}mv^2 = e \cdot U,$$

kde: e je náboj iontu, v je rychlost iontu, U je napětí elektrického pole.



Proud elektronů z katody soustředěný elektrickými čočkami, vstupuje do prostoru ionizační komůrky, kde dochází k ionizaci a pak dopadá na anodu. Ionty po urychlení a zformování ve svazek pomocí clony dopadají do výstupního otvoru iontové trysky, z něhož vstupují s různými rychlostmi (závisujícími na hmotnosti) do separátoru.

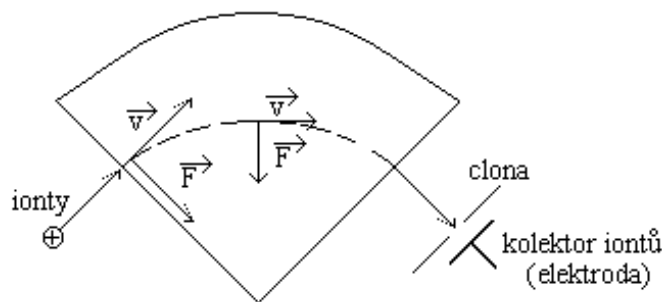
2) Separátor iontů

Odděluje ionty různé hmotnosti.

3) Kolektor iontů

Desková elektroda ve stínícím plášti za úzkou vstupní štěrbinou. Pro zesílení slabého iontového proudu se používá proudový zesilovač, případně elektronový násobič.

Nejstarší používaný je **sektorový separátor**:



Ionty vletí do prostoru (sektoru) s magnetickým polem, kde $\vec{B} \perp \vec{v}$. Síly tohoto pole způsobí, že se proud iontů štěpí na svazky odpovídající různým hmotnostem m .

Platí:

$$\vec{F} = e\vec{v} \times \vec{B} = evB \quad \text{dostředivá síla,}$$

Vzniká kruhová dráha v rovině kolmé na \vec{B} , přitom Lorentzova a odstředivá síla jsou v rovnováze:

$$\frac{mv^2}{r} = evB$$

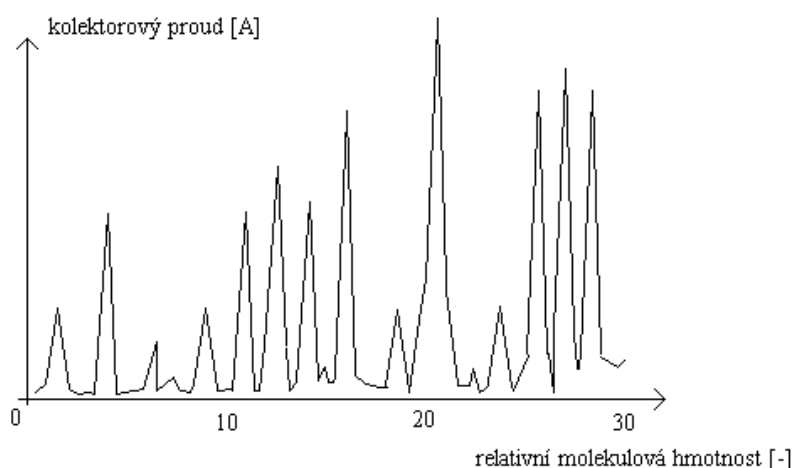
Po úpravě pro poloměr dráhy iontů dostaneme:

$$r = \frac{1}{B} \sqrt{\frac{2mU}{e}}$$

Z rovnice je vidět, že při $B = \text{konst.}$, $U = \text{konst.}$ vyjdou pro různé podíly $\frac{m}{e}$ odlišná r .

Ionty určité hmotnosti $\left(\frac{m}{e}\right)$ tedy vykonají dráhu (má tvar kruhové výseče) určitého poloměru. Na kolektor iontů proto dopadnou (při stálé hodnotě B a U) jen ionty určité relativní hmotnosti, ostatní dopadají před nebo za kolektor. Vznikající iontový proud je opět úměrný koncentraci molekul této hmotnosti, tj. tlaku.

Změnou hodnot U a B dosáhneme toho, že na kolektor dopadají ionty různých hmotností a vzniká tak **hmotové spektrum**:



Výhoda sektorového separátoru :

- dobrá rozlišovací schopnost.

Nevýhody:

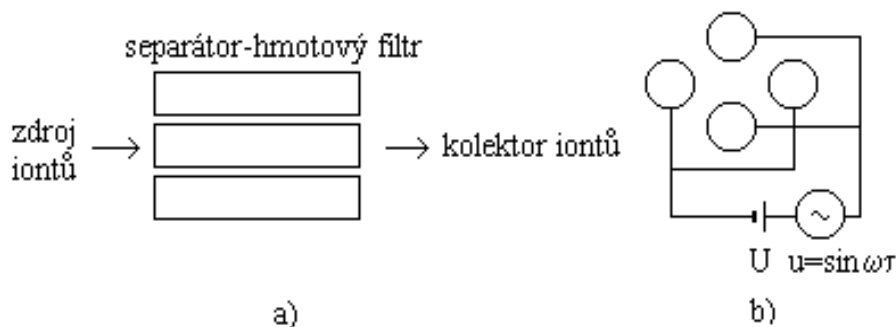
- velké rozměry,
- velký vnitřní povrch \rightarrow těžké odplynění \rightarrow paměťový efekt.

Poznámka:

V grafu hmotového spektra je třeba si dát pozor na dvojnásobnou a vyšší ionizaci – na stejném místě vodorovné osy je jak složka o hmotnosti m jednou ionizovaných atomů či molekul, tak i složku o hmotnosti $2m$ dvojnásobně ionizovaných atomů či molekul.

V současné době se a v analytických přístrojích jako separátor iontů užívá výhradně **hmotový filtr (kvadrupól)** (obrázek a).

Část obrázku b) ukazuje příčný řez hmotového filtru.



Jedná se o systém tvořený čtyřmi rovnoběžnými kovovými válcovými elektrodami umístěnými podélně ke směru pohybu iontů. Tento systém je napájen vysokofrekvenčním napětím $u = U_0 + U_1 \cos \omega\tau$ ze zdroje stejnosměrného napětí U_0 a střídavého napětí U_1 s frekvencí ω . Toto napětí u vytváří elektrického pole mezi elektrodami, které působí na ionty vycházející ze zdroje iontů a pohybující se podél osy ke kolektoru. Dráhy iontů mají oscilační charakter, popisují je tzv. *Mathiuvy rovnice*.

Při vhodné volbě napětí a frekvence a při přesném dodržení rovnoběžnosti elektrod prochází ionty vybrané hmotnosti systémem elektrod ve směru jejich os a dopadají na kolektor, zatímco ostatní dopadají na elektrody.