

České vysoké učení technické v Praze
Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská

Katedra fyziky
Obor: Fyzikální technika



Přesnost a preciznost měrek vakua
Precision and Accuracy of Vacuum
Gauges

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Vypracovala: Petra Holejšovská
Vedoucí práce: Mgr. Josef Varju, Ph.D.
Rok: 2022



Katedra: fyziky

Akademický rok: 2020/2021

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

Student: Petra Holejšovská

Studijní program: Aplikace přírodních věd

Obor: Fyzikální technika

Název práce: Přesnost a preciznost měrek vakua
(česky)

Název práce: Precision and accuracy of vacuum gauges
(anglicky)

Pokyny pro vypracování:

- 1) Studium doporučené literatury se zaměřením na přesnost a spolehlivost v měření vakua, příklady kalibračních postupů a aparatur
- 2) Návrh a stavba kalibrační aparatury na IPP
- 3) Kalibrace poskytnutých měrek. Vypracování jednoduchého kalibračního protokolu
- 4) Posouzení dosažených výsledků, případné návrhy na zlepšení, diskuse chyb

Doporučená literatura:

- [1] J. H. Moore: Building Scientific Apparatus, Cambridge University Press, 2009
- [2] W. Umrath: Fundamentals of Vacuum Technology, Leybold, 1998
- [3] P. Scherz: Practical electronics for Inventors, McGraw-Hill, 2000
- [4] I. R. Walker: Reliability in Scientific Research, Cambridge University Press, 2010
- [5] D. M. Hofman, J. H. Thomas, B. Singh, Handbook of Vacuum Science and Technology, Elsevier, 1997

Jméno a pracoviště vedoucího bakalářské práce:

Mgr. Jozef Varju, Ph.D.
Ústav fyziky plazmatu AV ČR, v.v.i.
Za Slovankou 1782/3
182 00 Praha 8 - Libeň

Datum zadání bakalářské práce: 23.10.2020

Termín odevzdání bakalářské práce: 07.07.2021

Doba platnosti zadání je dva roky od data zadání.



.....
garant oboru



.....
vedoucí katedry



.....
děkan

V Praze dne 23.10.2020

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem svou bakalářskou práci vypracovala samostatně a použila jsem pouze podklady (literaturu, projekty, SW atd.) uvedené v příloženém seznamu.

V Praze dne

.....
Petra Holejšovská

Poděkování

Děkuji Mgr. Josefu Varju, Ph.D. za vedení mé bakalářské práce a za podnětné návrhy, které ji obohatily.

Petra Holejšovská

Název práce:

Přesnost a preciznost měrek vakua

Autor: Petra Holejšovská

Studijní program: Aplikace přírodních věd

Obor: Fyzikální technika

Druh práce: Bakalářská práce

Vedoucí práce: Mgr. Josef Varju, Ph.D.
Ústav fyziky plazmatu AV ČR, v.v.i.,
Za Slovankou 1782/3
182 00, Praha 8, Libeň

Abstrakt: Tato bakalářská práce se zabývá problematikou kalibrace vakuových měrek. Nejprve jsou uvedeny nejdůležitější pojmy a vztahy, se kterými budeme v této práci dále pracovat. Poté pojednává o nejdůležitějších druzích vakuových měrek a nejčastějšími metodami jejich kalibrací. Součástí práce je experiment na pracovišti tokamak COMPASS, kdy jsme nejdříve vytvořili návrh experimentu a k němu provedli diskusi zdrojů chyb a jejich vlivů. Podle tohoto návrhu jsme poté sestavili reálnou aparaturu a provedli praktická měření. Tento praktický experiment sestával z kalibrace flowmetru a jeho následného použití pro kalibraci manometru. V závěrečné kapitole jsme shrnuli naše poznatky a navrhli možná budoucí vylepšení.

Klíčová slova: vakuum, měření tlaku, vakuové měrky, kalibrace, proud plynu

Title:

Precision and Accuracy of Vacuum Gauges

Author: Petra Holejšovská

Abstract: This bachelor thesis deals with the problems of calibration of vacuum gauges. First, the most important concepts and equations, which we will use through all this work, are presented. It then discusses the most important types of vacuum gauges and the most common methods of their calibration. Part of this work is an experiment at the tokamak COMPASS workplace, for which we propose the design of the experimental apparatus and discuss its sources of errors and their effects. According to this proposal, we then assembled a real apparatus and carried out practical measurements. This practical experiment consisted of calibrating a flowmeter and subsequently using it to calibrate a manometer. In the final chapter, we summarized our findings and suggest possible future improvements.

Key words: vacuum, pressure measurement, vacuum gauges, calibration, gas flow

Obsah

Úvod	1
1 Základní pojmy a vztahy	2
Úvod k základním pojmům	2
1.1 Fyzikální pojmy a veličiny	2
1.1.1 Tlak	2
1.1.2 Vakuum	2
1.1.3 Střední volná dráha	3
1.1.4 Proud plynu	3
1.1.5 Vodivost	4
1.1.6 Čerpací rychlost	5
1.2 Nejistoty měření	5
1.2.1 Správnost a preciznost	5
1.2.2 Chyby měření	5
Přímé měření	6
Nepřímé měření	7
Kombinace dat s různou chybou	7
2 Vakuové měřky	8
Úvod k měření vakua	8
2.1 Druhy vakuových měrek	8
2.2 Přímé měření	8
2.2.1 Mechanické manometry	9
2.2.2 Kapalinové manometry	9
2.3 Nepřímé měření	11
2.3.1 Viskózní manometry	11
2.3.2 Tepelné manometry	11
Piraniho měřka	12
Konvektron	12
Termočlánek a termistor	12
2.3.3 Ionizační manometry	13
Žhavená katoda	13
Studené katody	15
3 Metody kalibrace vakuových měrek	16
Úvod ke kalibraci	16
3.1 Kalibrace porovnáním	16
3.2 Statická metoda	17
3.3 Metody využívající závislosti tlaku-čas	19
3.4 Dynamická metoda	21
3.5 Další metody	22
4 Návrh experimentu	24

Úvod k návrhu experimentu	24
4.1 Požadavky a očekávání	24
4.2 Porovnání metod	24
4.2.1 Statická metoda	25
4.2.2 Postupný vzrůst tlaku	25
4.2.3 Dynamická metoda	27
4.2.4 Závěr a navrhnutí aparatury	29
5 Praktický experiment	30
5.1 Kalibrace flowmeteru	30
5.1.1 Aparatura	30
5.1.2 Postup měření	30
Měření tlaku	30
Měření objemu	32
Měření času	33
5.1.3 Měření $\frac{dp}{dt}$	34
5.1.4 Měření volného natékání	35
5.1.5 Kalibrační křivka flowmeteru pro vzduch	36
5.1.6 Kalibrační křivka flowmeteru pro hélium	40
5.1.7 Shrnutí a diskuze kalibrace flowmeteru	43
5.2 Kalibrace vakuové měrky PKR-251	44
5.2.1 Měření tlaku	44
5.2.2 Kalibrační křivka pro vakuovou měrku PKR-251	47
5.3 Závěr praktického experimentu	51
Závěr	52
Bibliografie	53
Přílohy	55
A Grafy jednotlivých měření pro kalibraci flowmeteru vzduchem	55
B Grafy jednotlivých měření pro kalibraci flowmeteru héliem	67
C Měření tlaku měrkou PKR-251	76

Úvod

Vakuum, nebo také vzduchoprázdno, je prostor s velmi nízkou koncentrací částic neboli také s tlakem menším než atmosférickým. Takovýto prostor je klíčový pro různá odvětví dnešní vědy a techniky, například laserová nebo částicová experimentální fyzika se dnes bez vakua téměř neobejdou.

V současné době existuje mnoho fyzikálních a technických aplikací, které vyžadují vakuum o určité kvalitě, potřebujeme tedy nástroje schopné takovéto podmínky dostatečně kvalitně a přesně změřit.

K tomuto měření se nejčastěji používají manometry neboli měrky měřící tlak. Avšak jakožto všechny měřiče, i tyto podléhají určitým nejistotám měření, vyplývajícím buď z náhodné povahy měření nebo z technologických nedostatků.

Pro stanovení rozdílu mezi naměřenou a skutečnou hodnotou měření provádíme kalibraci. Kalibrace může sestávat z jednoduchého porovnání měřidla s etalonem nebo může obsahovat několika krokové porovnání naměřených hodnot s hodnotami vypočítanými analytickým způsobem.

V této práci si nejdříve uvedeme základní pojmy, se kterými v této práci dále pracujeme. Dále si představíme nejčastější typy vakuových měrek používané ve vysokém až extrémně vysokém vakuu a poté jejich možné metody kalibrace.

Součástí této práce je také návrh kalibračního systému použitelného na pracovišti tokamak COMPASS a jeho následná částečná realizace.

Kapitola 1

Základní pojmy a vztahy

Úvod k základním pojmům

V celé této práci se budeme zabírat zkoumáním vakua a procesy v něm. Na začátku si tedy definujeme, co kterými pojmy máme na mysli.

1.1 Fyzikální pojmy a veličiny

1.1.1 Tlak

Tlak p je veličina, která vyjadřuje sílu F , kterou plyn působí na jednotku plochy S .

$$p = \frac{F}{S} \quad (1.1)$$

Jednotka tlaku v SI je pascal, značeno [Pa] = 1 N/m². Tlak se však často udává i v jiných jednotkách, ve starší literatuře se často používá například torr. Převod mezi jednotkami je v Tab. 1.1.

	Pa	bar	hPa	torr	atm	psi
Pa	1	$1 \cdot 10^{-5}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$7,5 \cdot 10^{-3}$	$9,87 \cdot 10^{-6}$	$1,45 \cdot 10^{-4}$
bar	$1 \cdot 10^5$	1	$1 \cdot 10^3$	750	0,987	14,5
hPa	100	$1 \cdot 10^{-3}$	1	0,75	$9,87 \cdot 10^{-4}$	$1,45 \cdot 10^{-2}$
torr	$1,33 \cdot 10^2$	$1,33 \cdot 10^{-3}$	1,33	1	$1,32 \cdot 10^{-3}$	$1,93 \cdot 10^{-2}$
atm	$1,01 \cdot 10^5$	1,013	1013	760	1	14,7
psi	$6,89 \cdot 10^3$	$6,89 \cdot 10^{-2}$	68,9	51,71	$6,8 \cdot 10^{-2}$	1

Tabulka 1.1: Tabulka převodů pro různé jednotky tlaků p . Uvedené jednotky jsou: pascal, bar, hectopascal, torr, atmosféra a psi (pond per square inch - libra síly na čtvereční palec) Převzato od firmy Pfeiffer [1].

1.1.2 Vakuum

Tímto pojmem obecně označujeme prostor s velmi malou hustotou částic, obvykle tedy v případě, že tlak je podstatně nižší než atmosférický.

V technických oborech se definují různé druhy vakua podle toho, v jaké tlakové oblasti se nacházíme. V Tab. 1.2 jsou tyto druhy vypsány s jejich příslušnými rozsahy.

Toto rozdělení je orientační, různá odvětví průmyslu mohou používat lehce odlišné rozsahy.

Druh vakua	Jednotky		
	Pa	mBar	torr
Atmosférický tlak	10^5	1000	750
Nízké vakuum (LV)	$10^5 - 10^2$	1000 - 1	750 - 0,750
Střední vakuum (MV)	$10^2 - 10^{-1}$	1 - 10^{-3}	0,750 - $7,5^{-4}$
Vysoké vakuum (HV)	$10^{-1} - 10^{-5}$	$10^{-3} - 10^{-7}$	$7,5^{-4} - 7,5^{-8}$
Velmi vysoké vakuum (UHV)	$10^{-5} - 10^{-10}$	$10^{-7} - 10^{-12}$	$7,5^{-8} - 7,5^{-13}$
Extrémně vysoké vakuum (XHV)	$< 10^{-10}$	$< 10^{-12}$	$< 7,5^{-13}$

Tabulka 1.2: Řádové rozmezí druhů vakua pro různé jednotky. Převzato podle firmy Pfeiffer [1].

1.1.3 Střední volná dráha

Střední volná dráha λ , je průměrná dráha, kterou urazí částice mezi dvěma kolizemi s jinou částicí. Vypočítá se jako

$$\lambda = \frac{kT}{\sqrt{2}\pi p d_m^2} \quad (1.2)$$

kde k je Boltzmannova konstanta, T je absolutní teplota, p je tlak a d_m^2 je průměr molekuly.

Pro vzduch o teplotě 20°C, bude střední volná dráha

$$\lambda \cdot p \text{ (vzduch 20°C)} = 0,0066 \text{ m Pa}^1 \quad (1.3)$$

1.1.4 Proud plynu

Proud plynu q definujeme jako množství plynu, které projde daným průřezem za jednotku času, tedy

$$q = \frac{d(pV)}{dt} \quad (1.4)$$

kde p je tlak, V je objem a t je čas. Obvykle bývá v jednotkách [$\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \text{s}^{-1}$]. V Tab. 1.3 jsou převody mezi různými jednotkami proudu plynu.

V naší práci pracujeme často s jednotkami scem, značící standart cubic centimeter per minute neboli [cm^3/min] při standardních podmínkách teploty a tlaku. Tyto standardní podmínky jsou obvykle 0°C a 1,01 bar, v různých zemích však mohou být definovány jinak, například pro 20°C.

Mějme plyn, jehož molekuly mají střední volnou dráhu λ . Pokud tento plyn teče trubicí s průměrem d , mohou nastat tři typy proudění v závislosti na tom, zdali převládají srážky molekul plynu se stěnou trubice nebo mezi jednotlivými molekulami plynu.

¹Převzato z [2]

	Pa m ³ /s	mbar l/s	torr l/s	sccm	slm
Pa m ³ /s	1	10	7,5	592	0,592
mbar l/s	0,1	1	0,75	59,2	5,92 · 10 ⁻²
torr l/s	0,133	1,33	1	78,9	7,89 · 10 ⁻²
sccm	1,69 · 10 ⁻³	1,69 · 10 ⁻²	1,27 · 10 ⁻²	1	10 ⁻³
slm	1,69	16,9	12,7	1000	1

Tabulka 1.3: Tabulka převodů pro různé jednotky proudu plynu q . Jednotka sccm značí standart cubic centimeter per minute a jednotka slm je standart liter per minute. Převzato od firmy Pfeiffer [3].

- **Viskózní proudění** ($\lambda \ll d$) - plyn se chová jako kontinuum, uplatňuje se vnitřní tření, viskozita plynu a obdobné vlastnosti. Toto proudění se dále dělí na turbulentní a laminární.
- **Molekulární proudění** ($\lambda \gg d$) - molekuly plynu se pohybují od stěny ke stěně a vzájemně se neovlivňují.
- **Viskózně molekulární proudění** ($\lambda \approx d$) - kombinace viskózního a molekulárního proudění, někdy také nazýváno jako přechodné nebo Knudsenovo proudění.

1.1.5 Vodivost

Teče-li trubicí proud plynu, vodivost C této trubice je

$$C = \frac{q}{p_1 - p_2} \quad (1.5)$$

kde q je proud plynu a $p_1 - p_2$ je rozdíl tlaků na obou koncích trubice. Vodivost C se nejčastěji udává v jednotkách [l/s].

Komponenty s různou vodivostí můžeme kombinovat.

Máme-li komponenty o vodivosti C_1, C_2, \dots, C_n a zapojíme je paralelně, celková vodivost C bude

$$C = C_1 + C_2 + \dots + C_n \quad \text{Paralelní zapojení} \quad (1.6)$$

Pro sériové zapojení dostaneme celkovou vodivost jako

$$\frac{1}{C} = \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2} + \dots + \frac{1}{C_n} \quad \text{Sériové zapojení} \quad (1.7)$$

Vodivost dále závisí na tom, v jakém druhu proudění se momentálně nacházíme.

Mějme vzduch o teplotě 20°C, který viskózně proudí dlouhou trubicí. Vodivost této dlouhé trubice je dána vztahem

$$C_{vis}(\text{vzduch } 20^\circ\text{C}) = 1,365 \frac{d^4 (p_1 + p_2)}{l} [\text{l/s; cm; Pa}]^2 \quad (1.8)$$

kde d je průměr trubice, l je její délka a p_1, p_2 jsou tlaky na jednom a druhém konci.

²Převzato z [4]

Pokud by touto trubicí proudil vzduch molekulárním prouděním, vodivost se změní na

$$C_{mol, trubice}(\text{vzduch } 20^{\circ}\text{C}) = 12,1 \frac{d^3}{l} [\text{l/s; cm}]^2 \quad (1.9)$$

kde v tomto případě bereme dlouhou trubicí jako $l \gg 100d$.

Pokud použijeme clonku (velmi krátká trubka $l/d < 10^{-2}$), bude její vodivost

$$C_{mol, clonka}(\text{vzduch } 20^{\circ}\text{C}) = 11,6 \cdot A [\text{l/s; cm}^2]^2 \quad (1.10)$$

kde A je průřez clonky.

1.1.6 Čerpací rychlost

Čerpací rychlost S ([l/s] nebo [m^3/s]) nám udává objem plynu, který vývěva odčerpá za jednotku času.

Budeme-li čerpat uzavřený objem, bude v něm změna tlaku popsána jako

$$-\frac{d(pV)}{dt} = Sp \quad (1.11)$$

kde p je tlak plynu, V je jeho objem, t je čas a S je čerpací rychlost, kterou naměříme u ústí vývěvy.

Prakticky však v objemu V máme další parazitní zdroje plynu q_{par} (natékání, odplyňování, netěsnosti...), skutečná nebo také efektivní čerpací rychlost bude

$$\frac{d(pV)}{dt} = q_{par} - Sp = -S_{ef}p \quad (1.12)$$

1.2 Nejistoty měření

1.2.1 Správnost a preciznost

Každé měření provádíme s určitou přesností. K této přesnosti přispívá jeho **správnost** (nebo také pravdivost) a **preciznost**.

Správnost měření určuje, jak moc se měřené hodnoty liší od skutečné.

Preciznost určuje, jak velká shoda je mezi jednotlivými měřeními.

Ilustrace rozdílu mezi správností a precizností je na Obr. 1.1.

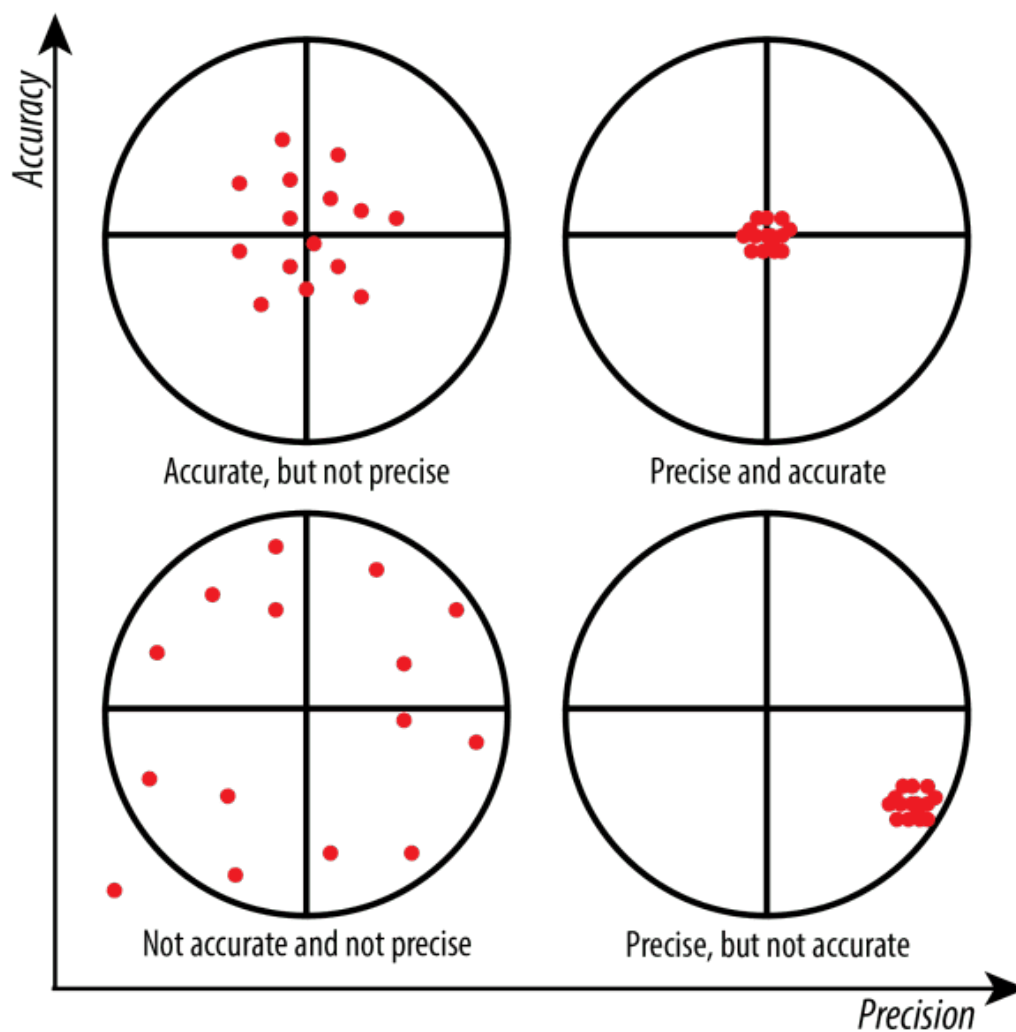
1.2.2 Chyby měření

V rámci měření nikdy nezískáme naprosto přesnou hodnotu, určíme ji pouze s možnou nejistotou (chybou). Nejistoty měření rozdělujeme na dva druhy:

- Typ A - statistické
- Typ B - ostatní

Nejistoty typu A zjišťujeme statistickými metodami, například opakovaným měřením.

Nejistoty typu B jsou určeny ostatními metodami. Tyto chyby jsou například udávány výrobcí jako nepřesnost měřidla nebo jsou odhadnuty experimentátorem.



Obrázek 1.1: Ilustrace rozdílu mezi správností (accuracy) a precizností (precision) měření. Převzato z <https://wp.stolaf.edu/it/gis-precision-accuracy/> [cit. 1.7. 2022].

Kombinovaná standardní nejistota je

$$u^2 = u_A^2 + u_B^2. \quad (1.13)$$

V textu budeme dále označovat všechny druhy nejistot kolektivně jako chyby a budeme je obvykle značit symbolem σ

Přímé měření

Provedeme-li opakovaně přímé měření (hodnotu měříme přímo, nevypočítáváme ji podle jiné závislosti), nejlepší odhad naměřené hodnoty vypočítáme aritmetickým průměrem \bar{x}

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (1.14)$$

jehož chybu σ_0 (nazývanou střední kvadratická chyba měření) spočítáme jako

$$\sigma_0 = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (1.15)$$

kde x_i jsou jednotlivá měření a n je jejich počet.

Nepřímé měření

Pro nepřímé měření (hodnotu vypočítáme z jiných veličin na základě funkčního vztahu) kde funkční vztah je

$$u = f(x, y \dots)$$

$$x = (\bar{x} \pm \sigma_x) \quad y = (\bar{y} \pm \sigma_y)$$

máme potom aritmetický průměr \bar{u} a jeho chybu σ_u jako

$$\bar{u} = f(\bar{x}, \bar{y} \dots) \quad \sigma_u = \sqrt{\left(\frac{\partial f}{\partial x}\right)^2 \sigma_x^2 + \left(\frac{\partial f}{\partial y}\right)^2 \sigma_y^2 + \dots} \quad (1.16)$$

Kombinace dat s různou chybou

Budeme-li opakovaně měřit hodnotu x , pokaždé s různou chybou σ_i , můžeme tato měření zkombinovat a vypočítat vážený průměr \bar{x}_{kom}

$$\bar{x}_{kom} = \frac{\sum_{i=1}^n p_i x_i}{\sum_{i=1}^n p_i}, \quad p_i = \frac{1}{\sigma_i^2} \quad (1.17)$$

a chyba tohoto váženého průměru bude

$$\sigma_{kom} = \sqrt{\frac{1}{\sum_{i=1}^n p_i}} \quad (1.18)$$

Kapitola 2

Vakuové měrky

Úvod k měření vakua

Fyzikální veličina tlak p je podle definice síla působící na plochu. Tuto veličinu můžeme měřit buď přímými metodami podle definice, nebo pomocí nepřímých metod.

Vakuovou měrkou se zde myslí měřidlo pro měření tlaků (manometr) menších, než je atmosférický tlak. Při měření vakua se dnes pohybujeme ve velmi velkém řádovém rozsahu, od atmosférického tlaku ($\approx 10^5$ Pa) až k 10^{-9} Pa. Pro toto rozpětí hodnot je nemožné používat jedinou metodu měření s dostatečnou přesností, a proto se využívá několika různých typů měřidel.

Do experimentu nám vstupuje mnoho parametrů, které komplikují naši přesnost, jako např. složení plynu v měřeném objemu. Různé druhy aparatur mají odlišné odezvy v závislosti na tom, zda-li reagují na lehké molekuly jako vodík, nebo naopak těžší jako kyslík, či na koncentraci vodní páry. Důležitá je také teplota plynu, na které je závislá kinetická energie molekul plynu, a tudíž i jeho vedení tepla. V neposlední řadě nám také může ovlivnit měření i to, v kterém místě objemu umístíme měrku.

2.1 Druhy vakuových měrek

2.2 Přímé měření

Pokud budeme provádět měření vycházející z přímé definice tlaku:

$$p = \frac{F}{S},$$

kde p je tlak a F je síla působící kolmo na plochu S , budeme tato měření nazývat přímá.

Ze znalosti kinematiky víme, že síla F je způsobována dopadem molekul na stěnu a bude tedy záviset na množství molekul plynu a jejich teplotě (kinetické energii).

Měrky tohoto typu tedy nebudou závislé na druhu plynu. Obecně se však tyto měrky nehodí pro měření vysokého vakua, kde máme velmi malý počet molekul.

V dalších podkapitolách jsou blíže popsány nejpoužívanější manometry tohoto typu.

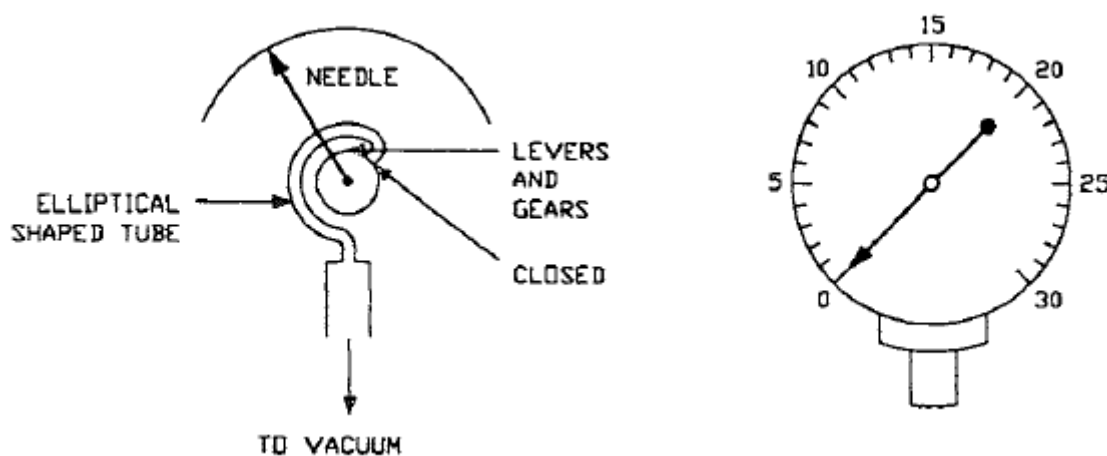
2.2.1 Mechanické manometry

Mechanické manometry využívají deformace pevného měřícího tělíska při působení síly (tlaku).

Nejčastěji se používají pouze dva typy těchto manometrů, a to kapslové a membránové. Oba tyto typy měrek jsou citlivé i na malé výkyvy teploty

Mezi **kapslové manometry** patří hlavně Bourdonova trubice. Standardní kapslové manometry fungují na principu deformace vnitřní kapsle při změně tlaku. Citlivost takovýchto měrek je nízká a hodí se spíše pro tlaky vyšší než atmosférický.

V Bourdonově trubici je kapsle ve formě trubice stočené do kruhu, kdy otevřený konec je v místě měření vakua. Při změně tlaku je trubice deformována a připevněná ručička se na číselníku vychýlí. Diagram je na Obr. 2.1



Obrázek 2.1: Bourdonova trubice. Převzato z [5], str. 263.

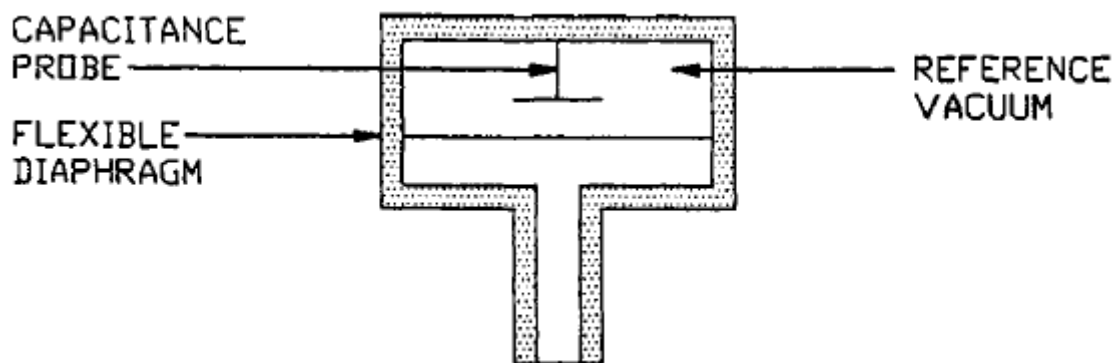
Druhý typ jsou **membránové manometry**, které také fungují na principu deformace, tentokrát však s membránou. Na jedné straně membrány máme referenční tlak (buď atmosféru, nebo tlak podstatně menší než měřený) a na druhé straně je měřený tlak. Změna tlaku způsobí výkyv membrány. Pokud spojíme pohyb membrány s elektrickým obvodem, můžeme dosáhnout větší přesnosti.

Tohoto využívá kapacitní membránový manometr. Pohyblivá membrána tvoří jednu z desek kondenzátoru. Při změně tlaku se deformuje membrána a tedy i kapacita, která se změří. Tento typ měrek se dá použít až k jednotkám Pa, při nižších hodnotách tlaku však prudce stoupají nejistoty měření. Takovéto měření je velmi náchylné na teplotu, avšak různé měřící hlavice dnes již mívají zabudovanou kontrolu a korekci teploty. K chybě měření také může přispívat vliv hystereze (předchozí měření může ovlivňovat budoucí měření), mechanické vibrace nebo opotřebování. Diagram je na Obr. 2.2.

2.2.2 Kapalinové manometry

Kapalinové manometry představují nejjednodušší způsob přímého měření tlaku. Síla působí na hladinu kapaliny (rtuť, olej, voda...) a změna hladiny určuje tlak.

Pro kapalinové manometry je jednou z nejprimitivnějších možností použití **U-trubice**. Tato trubice je buď na jednom z konců otevřená do atmosféry (otevřený U-manometr), a poté měříme podtlak plynu v aparatuře vůči atmosféře, nebo je

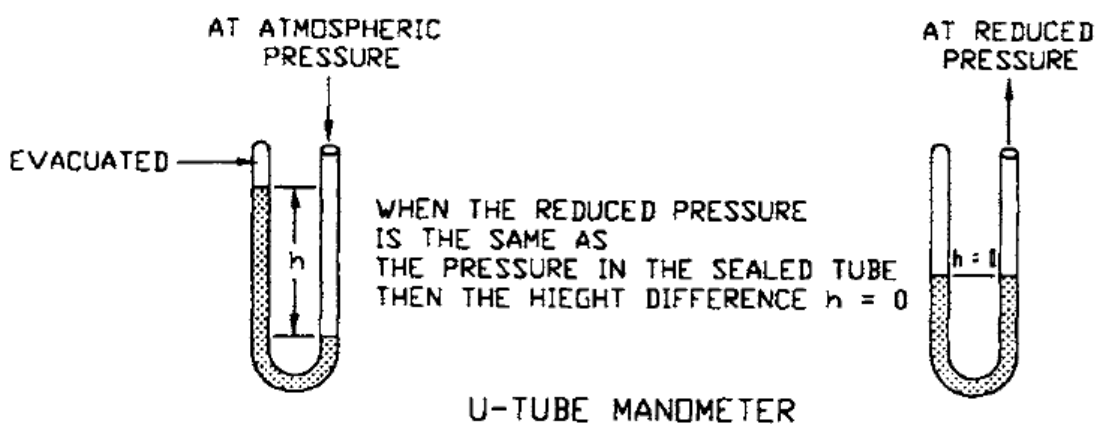


Obrázek 2.2: Kapacitní membránový manometr. Převzato z [5], str. 264.

jedno rameno uzavřené s tlakem odpovídajícím tlaku par při pokojové teplotě nad hladinou kapaliny. Druhý konec trubice je v měřeném objemu.

Trubice je obvykle naplněna rtuťí nebo olejem a rozdíl hladin mezi rameny nám poté udává tlak. Zobrazeno na Obr. 2.3

Pouhým okem jsme schopni určit polohu hladiny s chybou ± 1 mm, to odpovídá zhruba 100 Pa při použití rtuťi, při použití oleje s nízkou hustotou pak zhruba 10 Pa. Do tohoto měření však vstupují možné kapilární jevy, elevace, deprese či teplotní roztažnost.



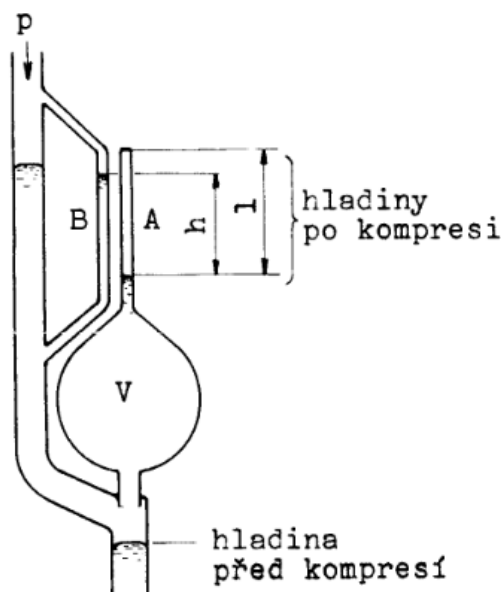
Obrázek 2.3: Kapalinový U-manometr. Převzato z [5], str. 261.

Pro tyto limitace U-manometru v roce 1874 McLeod vytvořil **McLeodův kompresní manometr**, který využívá principu kapalinového manometru spolu s kompresí plynu. Diagram je na Obr. 2.4.

Princip je následující:

Před měřením je hladina rtuťi ve spodní poloze, viz Obr. 2.4. Při snížení tlaku nám hladina stoupne a plyn v baňce V se nám stlačí do kapiláry A . V kapiláře B vystoupá hladina výše než v kapiláře A a výsledný rozdíl hladin nám určí tlak p v měřeném objemu.

I když se McLeod ještě dnes dá používat k absolutní kalibraci, z hlediska toxicity a praktičnosti se dnes již tolik nevyužívá. Tyto měrky mohou do jisté míry být ovlivňovány hlavně kapilárními jevy a výpary z rtuťi nebo oleje mohou znečišťovat vakuum.



Obrázek 2.4: McLeodův kompresní manometer. Převzato z [4], str. 13.

2.3 Nepřímé měření

Tyto typy měření neměří tlak podle definice, ale podle sdružených vlastností plynu, jako například jeho hustota, tepelná a elektrická vodivost nebo pravděpodobnost ionizace. Tyto hodnoty obvykle závisí na typu plynu a je tedy potřeba uvést různé korekce.

2.3.1 Viskózní manometry

Princip těchto manometrů využívá změnu vnitřního tření (viskozity) plynu v závislosti na tlaku. Pokud budeme mít rotující prvek (obvykle kotouč nebo kuličku), do které narážejí molekuly plynu, změna rotace bude závislá na množství molekul a tedy měřeném tlaku.

Obvyklé uspořádání měrek tohoto typu sestává z kovové kuličky, která je magnetickým polem levitována tak, aby se nijak nedotýkala stěn objemu, ve kterém měříme tlak. Tato kulička je vnějším magnetickým polem rotována k počáteční rychlosti zhruba 425 Hz. Po nabytí této počáteční rychlosti kuličku necháme a sledujeme postupný pokles otáček. Ten závisí právě na viskozitě plynu, viskozita pak závisí na tlaku plynu.

Viskozita plynu závisí na molární hmotnosti a teplotě, tato metoda je tedy citlivá na použitý typ plynu a možné výkyvy teplot. Mechanické vibrace také mohou způsobovat nepřesnosti v měření.

Při správné konstrukci a užívání tyto měřky však vykazují velmi dobrou dlouhodobou stabilitu a odolnost a stále se široce využívají v laboratořích.

2.3.2 Tepelné manometry

Máme-li mezi dvěma tělesy teplotní rozdíl, dochází k výměně tepla. Tato výměna může probíhat buď vedením (kondukcí), sáláním (radiací), nebo prouděním

(konvekci). U plynů s nízkým tlakem převládá vedení (kondukce).

Z termodynamiky víme, že jedna z veličin, na které tepelná vodivost plynu závisí, je počet molekul v něm. Při standardních tlacích je tato závislost téměř zanedbatelná, budeme-li však tlak (a s ním počet molekul) snižovat, bude se úměrně snižovat i tepelná vodivost. Tohoto principu využívají tepelné manometry.

Piraniho měrka

V Piraniho měrce máme citlivé vlákno, kterým prochází proud, a tedy se z něj vyzařuje teplo. Se změnou tlaku se také mění tepelná vodivost plynu, a tedy se teplota citlivého vlákna bude také měnit.

Změna teploty vlákna způsobí změnu jeho odporu, kdy vlákno je jedna z větví Wheatstonova můstku.

Pokud budeme mít měrku v uspořádání THERMOTRON - tepelné manometry s proměnným odporem, které se dříve obvykle používaly, pak je citlivé vlákno zahříváno konstantním proudem. Pokud tlak stoupne, stoupne i tepelná vodivost plynu a klesne teplota vlákna a můstek se vychýlí. Proud na můstku indikuje tlak plynu.

Máme-li uspořádání THERMOVAC - tepelné manometry s konstantním odporem, které jsou dnes častější, pak je citlivé vlákno opět větví můstku. Napětí se mění tak, aby odpor a teplota vlákna byly konstantní a můstek je tedy vždy vyvážený. Pro takovéto změny napětí potřebujeme aparaturu s časovou konstantou na úrovni milisekund, aby dokázala rychle reagovat na změny tlaku. Napětí na můstku tedy bude odpovídat tlaku. Tímto způsobem dokážeme měřit v rozpětí desetin Pa.

Pro tato měření je důležitá teplotní vodivost plynů, která se liší v závislosti na složení plynu. Na Obr. 2.5 je závislost naměřeného tlaku a skutečného tlaku pro různé plyny. Měření také může silně ovlivňovat stav a opotřebení citlivého vlákna.

Konvektron

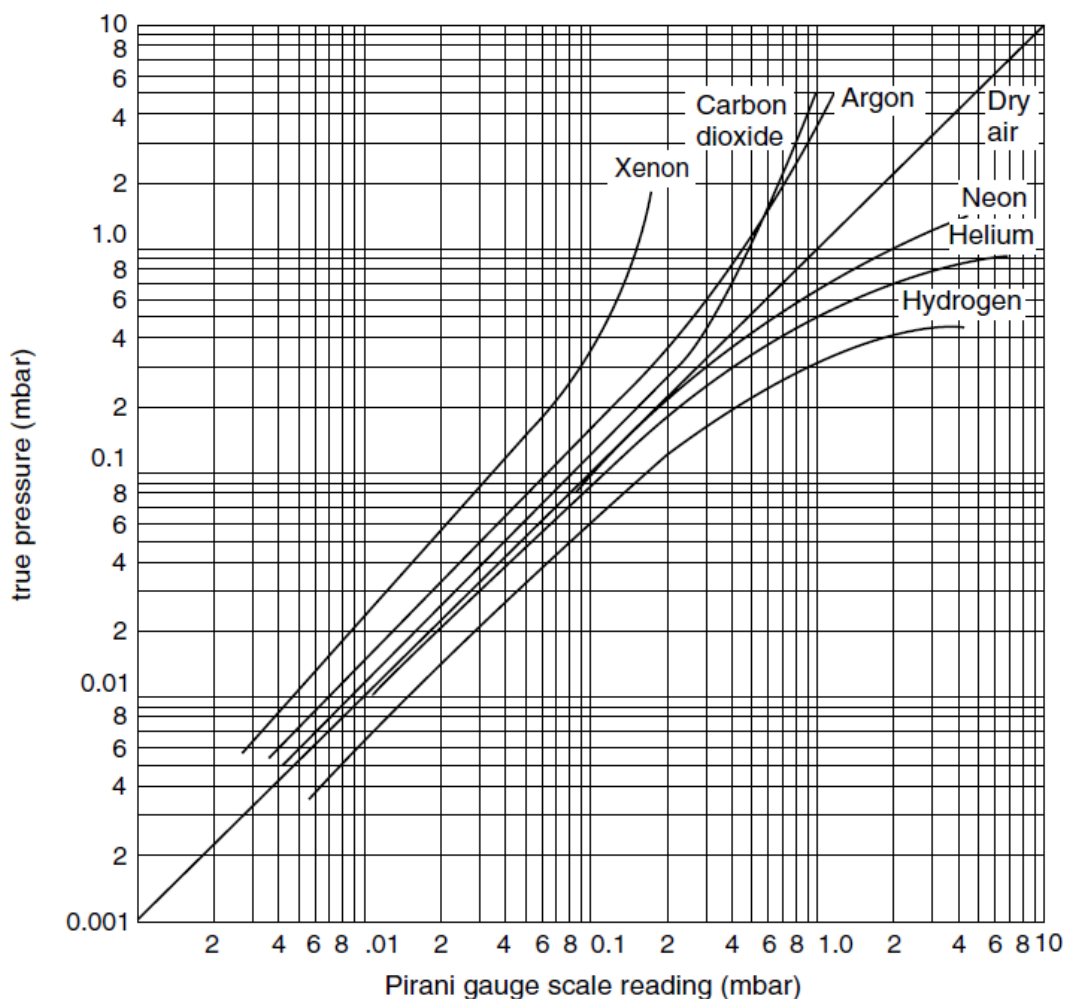
Jak bylo dříve zmiňováno, převod tepla vedením převládá pouze zhruba do 100 Pa, pro vyšší tlaky je tepelná vodivost téměř konstantní. K přenosu tepla však z malé části přispívá proudění (konvekce), čehož využívá Konvektron. Obvykle bývá již zabudován jako součást Piraniho měrky a měří tlaky až k atmosférickému.

Termočlánek a termistor

Pro **termočlánek**, obdobně jako u Piraniho měrky, máme vlákno zahřívané proudem. K tomuto vláknu je připojen velmi jemný termočlánek (součástka produkující napětí úměrné teplotě), přímo měřící teplotu vlákna. S konstantním proudem skrz vlákno nám bude jeho teplota stoupat, jak bude tlak klesat (snižuje se tepelná vodivost). Napětí na termočlátku se zvýší a je tedy nepřímě úměrné tlaku.

Chceme-li použít **termistor**, jehož odpor závisí na teplotě, zapojíme ho jako jednu z větví Wheatsonova můstku. Termistorem prochází proud a je zahříván na teplotu zhruba 100°C. Při poklesu tlaku se zvýší teplota termistoru společně s jeho odporem, což vyvolá změnu v proudu. Tlak tedy poté závisí na proudu protékajícího termistorem.

Dnes se již termočlánekové ani termistorové měrky příliš nevyužívají.



Obrázek 2.5: Závislost naměřených hodnot tlaku Piraniho měrkou a reálných hodnot tlaku pro různé plyny (v mbar). Převzato z [6], str. 200.

2.3.3 Ionizační manometry

Ionizační manometry využívají toho, že pokud máme dostatečné elektrické pole, molekuly plynu můžou ionizovat a výsledný iontový proud je závislý na koncentraci plynu, tedy i na tlaku.

Tímto typem měrek dokážeme měřit hodnoty pro vysoké až velmi vysoké vakuum. Odezva však opět závisí na typu plynu, jelikož různé molekuly mají různé ionizační energie.

Dnes se používají hlavně dva typy ionizačních manometrů, a to manometr se žhavenou katodou a studenou katodou.

Žhavená katoda

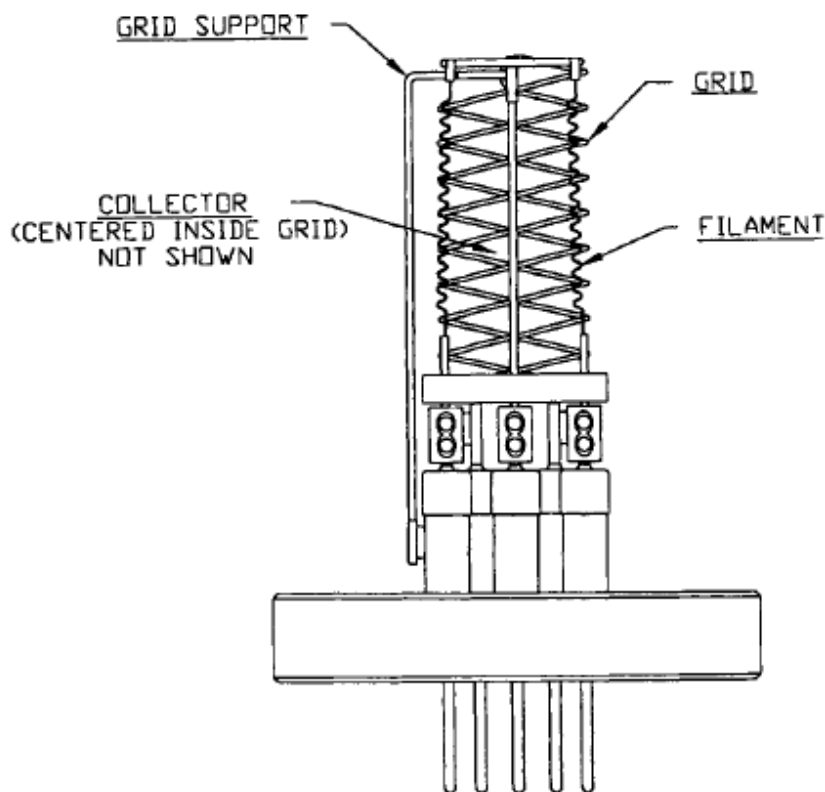
Ionizační manometry tohoto typu obvykle mají tři elektrody: termoemisní (žhavenou) katodu, anodu (ve tvaru mřížky) a iontový kolektor.

Rozžhavená katoda (obvykle ve tvaru vlákna) produkuje velké množství elektronů, které jsou následně pomocným napětím urychlovány směrem k anodě a ionizují po cestě molekuly plynu. Vzniklé kladné ionty jsou poté transportovány k iontovému kolektoru.

Tento kladný iontový proud I^+ je tedy úměrný množství molekul a tedy tlaku jako

$$I^+ = c \cdot I^- \cdot p, \quad (2.1)$$

kde I^- je elektronový proud produkovaný katodou, p je tlak při dané teplotě a c je konstanta úměrnosti a udává citlivost manometru. Konstanta c se liší pro různé plyny, jelikož energie potřebná k ionizaci se různí pro různé plyny.



Obrázek 2.6: Obnažená iontová měrka, tvořena z žhaveného vlákna (filament), anody ve tvaru mřížky (grid) a kolektoru (collector). Převzato z [5], str. 275.

Elektronový proud bývá maximálně v řádech desítek mA. Pro velmi vysoké vakuum, kdy iontový proud je takto malý, může být problém ho spolehlivě změřit, a může být významně ovlivněn elektrickými parazitními proudy, například způsobené rentgenovým zářením.

V letech 1940 se přišlo na zadržel v konstrukci těchto horkých katod. Elektrony narážející do anody produkují nízko energetické rentgenové záření, které dále zasáhne iontový kolektor, ze kterého jsou emitovány fotoelektrony. Tyto vzniklé fotoelektrony proudí od kolektoru směrem k anodě, což vede ke stejnému signálu jako kolekce pozitivních iontů.

Tento problém se dá vyřešit vhodným geometrickým uspořádáním a snížením plochy kolektoru, což vyřešili Bayard a Alpert a vytvořili **Byard-Alpertovu měrku**, jednu z dnes nepoužívanějších měrek pro vysoké a velmi vysoké vakuum.

Druhým nejčastějším parazitním jevem je proud vyvolaný elektronovou desorpčí. Na povrchu materiálu se mohou hromadit molekuly plynů, kapalin či pevných látek účinkem mezi-povrchových přitažlivých sil. Tomuto procesu se říká adsorpce. Opakem je desorpce, kdy se tyto materiály naopak uvolňují.

Budeme-li bombardovat povrch materiálu elektrony, může docházet právě k částečné iontové desorpci, která bude přispívat k parazitnímu proudu. Tomu se můžeme vyvarovat pokud manometr před měřením odplyneme.

V dnešních konstrukcích jsou různé parazitní jevy již potlačeny, můžeme tak dosáhnout měření velmi nízkých tlaků, až k 10^{-9} Pa.

Nevýhodou těchto měrek je, že pokud při měření náhle zvedneme tlak, může dojít ke spálení rozžhaveného vlákna (katody) a jejímu poškození až destrukci. Rozžhavené vlákno může také ovlivňovat složení plynu a způsobovat chemické reakce, které mohou ovlivňovat přesnost měření.

Studené katody

Tyto měrky využívají závislosti elektrického nízkotlakového výboje na tlaku.

Dnes nejpoužívanější je **Penningův vakuometr**. V základní podobě měrka sestává ze dvou paralelních deskových katod, mezi nimiž je anoda ve tvaru prstence nebo válcového pláště. Působící vnější magnetické pole zakřivuje dráhu elektronů tak, aby jejich dráha byla co nejdelší a zvětšila se pravděpodobnost ionizační srážky s molekulou plynu.

Elektrony z ionizační srážky jsou dále vedeny magnetickým polem, zatímco vzniklé ionty letí ke katodám, kde při dopadu uvolňují další sekundární elektrony.

Proud výboje je přímo úměrný hustotě molekul a tedy tlaku.

Nevýhodou tohoto uspořádání je, že se při měření počítá s příspěvky od sekundárních elektronů, vznikajících na katodách. Měrka tedy bude citlivá na možné znečištění katod. Výsledný proud je však měřitelný bez potřeby zesilovačů, což je výhoda oproti žhaveným katodám.

Kapitola 3

Metody kalibrace vakuových měrek

Úvod ke kalibraci

V průběhu měření vakua často narazíme na různé parazitní jevy (absorbce, desorbce, paprsky X...), ale také na technické limity (opotřebenění, mikropraskliny, netěsnosti atd.).

Proto je důležité zjistit, zda-li námi zvolené způsoby měření a k tomu zvolené měřky jsou dostatečné pro naše účely. Pro přesné měření však potřebujeme také přesné měřidlo, a to vyžaduje kalibraci.

Ke kalibraci buď můžeme použít přímé metody měření, porovnání s jiným známým standardem, a nebo porovnáním s přesně nastaveným tlakem.

V dalších kapitolách se podrobněji podíváme na tyto metody.

Dále v textu budeme předpokládat, že všechny měřky jsou ucelené jednotky a budeme se soustředit na kalibraci hlavních měřících komponentů a hlavice. Většina dnes používaných měřidel má v sobě zakomponovaný elektrický obvod, nebo-li řídicí jednotku, která převádí naměřené hodnoty na dále použitelná data. Budeme předpokládat, že řídicí jednotka je řádově více přesná než samotná hlavice.

Tento předpoklad nemusí být v reálu splněn. To, že hlavice manometru měří přesně ještě nemusí znamenat, že tato data budou i dále převedena do digitální či analogové formy se stejnou přesností. Pokud bychom chtěli měřit exaktně, měli bychom provést samostatnou kalibraci jak hlavice, tak řídicí jednotky.

Jelikož však většina dnes komerčně prodávaných výrobků má jak hlavici, tak řídicí jednotku v pevně uzavřeném obalu, nebudeme se dále zabírat kalibrací pro jednotlivé komponenty, ale pouze hlavního měřícího komponentu.

3.1 Kalibrace porovnáním

Při této metodě porovnáváme naši měřku, kterou chceme kalibrovat, s referenční měrkou, která je již kalibrována podle určitého standardu. Jedná se o nejjednodušší a nejrychlejší kalibrační metodu, i když může být zatížena významnou chybou.

Nejvýše v hierarchii standardů jsou státní (primární) etalony, které se obvykle nachází v Národním metrologickém institutu nebo v přidružených laboratořích. Etalony jsou měřící přístroje, které jsou určeny k definování nebo uchování určité veličiny a mají sloužit jako reference.

Pod nimi jsou referenční etalony, které obvykle vystavují akreditované kalibrační laboratoře a na ně dále navazují pracovní etalony, které se již obvykle využívají v průmyslu.

Čím níže jdeme po tomto metrologickém řetězci standardů, tím větší můžeme očekávat konečnou chybu.

Pokud kalibrujeme měřky v obvyklých laboratořích a nepotřebujeme akreditovanou kalibraci, obvykle použijeme nej přesnější dostupné měřidlo a to použijeme jako referenční.

Jelikož zde porovnáváme měření jedné měřky s měrkou druhou, je nutné, aby obě měřky byly vystaveny stejným podmínkám. U této metody je významně důležité geometrické uspořádání aparatury, aby například jedna z měrek nebyla blíže k ústí vakuové vývěvy, než druhá. Teplota v celém systému by měla být uniformní a rozdíly způsobené sorpcí a podobnými jevy musí být minimalizovány.

Kvalita kalibrace zde závisí hlavně na referenční měrce.

Pro nízké vakuum se mohou používat buď U-trubice nebo McLeodův kompresní manometr. Tyto měřky využívají přímého měření a jejich přesnost je dána naší schopností přesně změřit hladiny rtuti (či jiné kapaliny). Použitím laserové interference nebo ultrazvuku jsme dnes schopni změřit takovouto hladinu s přesností 10 nm, to však vyžaduje specializované vybavení a laboratoř.

Obvykleji se využívají kapacitní membránové měřky. S použitelností obvykle ke střednímu vakuu, jsou vhodné jak pro přímé porovnání, tak jako referenční měrka v jiných kalibračních metodách. Je potřeba je kontrolovat na hysterezi, dále by při měření měli být umístěny v oblasti s minimálními vibracemi a se správnou orientací (dle výrobce).

Pro vyšší vakuum se občas používají ionizační měřky, ty obvykle však nejsou příliš dlouhodobě stabilní a případná referenční měrka by se měla používat pouze pro jeden konkrétní plyn. Její chyba také bude stoupat s opotřebením.

Pro vyšší oblasti vakua se obvykle využívají jiné, vhodnější metody.

3.2 Statická metoda

Statická metoda, též někdy přesněji nazývána statická expanze plynu (static expansion method), je metoda využívající model ideálního plynu a Boyleův-Mariottův zákon.

Boyleův-Mariottův zákon říká, že pokud máme ideální plyn o stálé teplotě, pak

$$pV = \text{konst.} \quad (3.1)$$

tedy, že součin tlaku plynu p a objemu daného množství plynu V je konstantní.

Při pozdější experimentech se ukázalo, že tato konstanta je závislá na teplotě, z čehož vznikla stavová rovnice ideálního plynu

$$pV = nRT \quad (3.2)$$

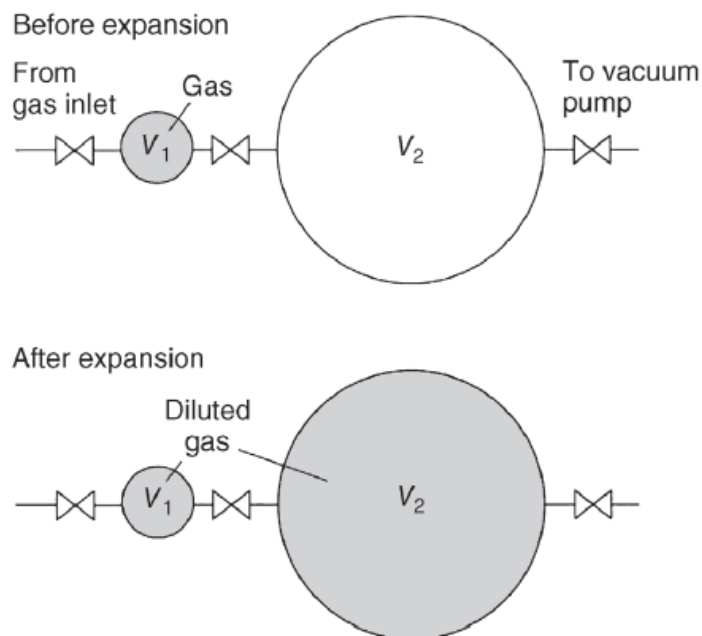
kde n je látkové množství plynu, $R = 8,3145 \text{ J}\cdot\text{K}^{-1}\text{mol}^{-1}$ je molární plynová konstanta a T je absolutní teplota plynu.

Rovnici 3.1 můžeme využít pro kalibraci manometrů.

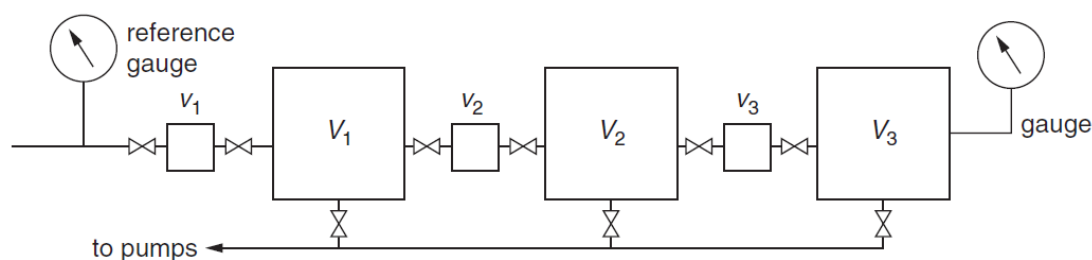
Pokud budeme mít plyn v uzavřeném objemu V_1 s tlakem p_1 a expandujeme ho do druhého známého objemu V_2 , můžeme vypočítat vzniklý tlak p_2 jako

$$p_2 = p_1 \frac{V_1}{V_1 + V_2} \quad (3.3)$$

Na Obr. 3.1 je znázorněn princip statické metody.



Obrázek 3.1: Schématický diagram principu statické metody. V objemu V_1 máme počáteční tlak p_1 , který poté expandujeme do objemu V_2 . Převzato z [2] str. 710



Obrázek 3.2: Schématický diagram pro statickou metodu pomocí série expanzí. Převzato z [6], str. 219.

Tento postup můžeme zopakovat několikrát, abychom dosáhli ještě nižšího konečného tlaku. Takovéto rozšíření se nazývá série expanzí, znázorněna na Obr. 3.2. Po n expanzích budeme mít tlak v kalibrační komoře p_n jako

$$p_n = p_1 \frac{V_1}{V_1 + V_2} \cdot \frac{V_2}{V_2 + V_3} \cdots \frac{V_{n-1}}{V_{n-1} + V_n} \quad (3.4)$$

Výhodou této metody je, že počáteční tlak p_1 může být dostatečně vysoký na to, abychom ho mohli měřit přímo a tedy snížili případné další chyby.

Pokud bychom chtěli tuto metodu využít ke kalibraci v co nejnižších tlacích, musíme splnit několik podmínek:

- Zajištění stálosti teploty v průběhu měření (či případně provést opravu na změnu teploty).
- Konečný tlak by měl být alespoň o dva řády vyšší než tlak zbytkového plynu v aparatuře.
- Postupné odplyňování ze stěn objemu nesmí výrazně přispívat k výslednému tlaku.
- Ztráta kalibračního plynu způsobená adsorpcí musí být zanedbatelná.

Případné teplotní rozdíly můžeme vyrovnat tak, že necháme plyn po expanzi ustálit. Nemůžeme však použít měřky, které by výrazně změnilly teplotu plynu, jako některé tepelné manometry.

Pro snížení tlaku zbytkového plynu a případného odplyňování můžeme aparaturu vypéct a poté nechat dlouho čerpat. Vždy nám však zůstane jistý minimální tlak.

Poslední bod ve výše uvedených podmínkách je důležitý, jelikož ne všechny plyny jsou pro tuto metodu vhodné. Obecně řečeno, vzácné plyny a dusík výrazně neadsorbují až k tlakům 10^{-6} Pa. Naopak, kyslík a plyny, které kyslík obsahují, kvůli adsorpci mohou být použity pouze k tlakům 10^{-2} Pa, pro tuto metodu se tedy nedoporučují.

Nejdůležitější, avšak nejtěžší aspekt je co nejpřesnější určení objemů. Výsledná chyba kalibrace bude nejvíce záviset na chybě měření objemu, zvláště pokud použijeme sérii expanzí.

Pro objemy větší než 100 ml se obvykle využívá gravimetrická metoda, tedy že aparaturu vyplníme kapalinou a na základě hmotnosti této kapaliny a její známé hustoty určíme objem. Jako kapalina se obvykle používá destilovaná voda či alkohol. Je potřeba zajistit, že v objemu nezůstávají vzduchové bubliny, což u komplikovaných aparatur může být problém.

Při využití vícekrokové expanze je možné se dostat ke konečným hodnotám tlaku v řádech až 10^{-5} Pa, to však vyžaduje dodržení výše uvedených podmínek v takto nízkých tlacích, což pro standardní laboratoře není možné.

3.3 Metody využívající závislostí tlaku-čas

Tato metoda, také označována v anglické literatuře jako pressure-time dependence methods, využívá závislosti změny tlaku v čase, buď postupným vzrůstem (Rate of Rise), nebo poklesem (exponenciální metoda). Metoda postupného vzrůstu je častěji využívána, budeme ji tedy prozkoumávat primárně.

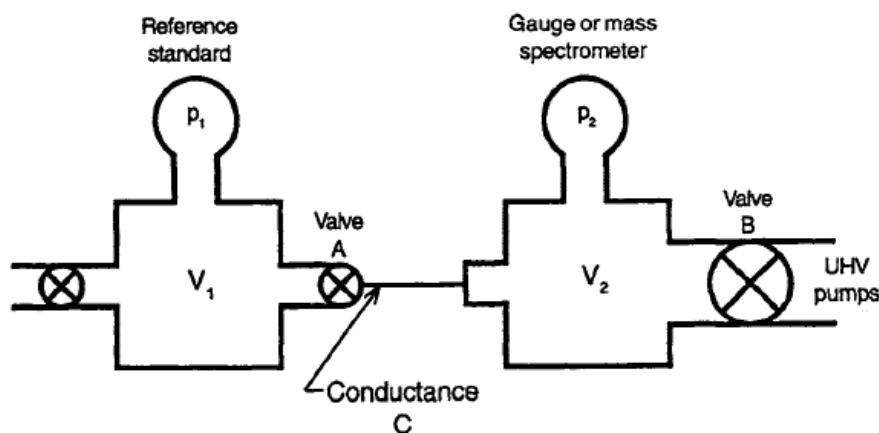
U této metody máme obvykle dva malé vyčerpané objemy V_1 a V_2 , které jsou spojeny trubicí o známe vodivosti C , zakončenou ventilem. Objem V_1 natlakujeme tlakem p_1 , který jsme schopni změřit s dostatečnou přesností. Po otevření ventilu začne v objemu V_2 stoupat tlak jako

$$V_2 \frac{dp_2}{dt} = C(p_1 - p_2) \quad (3.5)$$

a jelikož $p_1 \gg p_2$, pak

$$p_2(t) = p_1 \frac{C}{V_2} t \quad (3.6)$$

kde p_1 je počáteční tlak, V_2 je objem kalibrační komory, C je vodivost komponentu spojujícího objem V_1 a V_2 a t je čas.



Obrázek 3.3: Schématický diagram pro metodu pomalého vzrůstu tlaku. V objemu V_1 máme známý tlak p_1 , který měříme referenční měrkou. Objem kalibrační komory V_2 je spojen s objemem V_1 komponentem o známé vodivosti C . Převzato z [5], str. 366.

Můžeme předpokládat, že změna tlaku v čase má lineární závislost, avšak pouze za podmínky, že zachováme p_1 konstantní.

Toho docílíme buď tak, že vodivost C bude v porovnání s p_1 dostatečně malá na to, aby v průběhu měření nebyl způsoben výrazný pokles tlaku p_1 . Problém zde však nastává s dostatečně přesným určením vodivosti C . Jak již bylo dříve zmiňováno, vodivost se mění v závislosti na typu proudění, tato metoda je tedy vhodná pouze pro tlaky, kdy můžeme zajistit molekulární proudění po celou dobu měření.

Druhou možností je, že využijeme definici vodivosti 1.5 a při předpokladu $p_1 \gg p_2$ dostaneme

$$q = Cp_1 \quad (3.7)$$

poté bude rovnice 3.6

$$p_2(t) = \frac{q}{V_2}t \quad (3.8)$$

Touto metodou jsme tedy schopni vypočítat tlak v čase, pokud známe proud plynu q tekoucího do objemu V_2 . Proud plynu q nám do objemu může dodávat například kalibrovaný flowmeter (průtokoměr).

K tomuto proudu však musíme započítat příspěvky od parazitních proudů, například ze sorpce a desorpce stěn kalibrační komory či netěsností, pokud by tvořily nezanedbatelnou část vnikajícího proudu plynu.

Jednou z hlavních výhod této metody je, že jsme schopni získat velké množství bodů pro kalibraci, jelikož nám reálně stačí zaznamenávat pouze tlak ukazovaný na měrce, kterou kalibrujeme v průběhu času. Měření času je dnes možné s velmi velkou přesností, největší příspěvek chyby tedy bude záležet na přesnosti referenčního flowmeteru a určeném objemu. Možnost poměrně jednoduchého provedení nám také umožňuje tuto metodu provést ve standardní laboratoři, pokud máme potřebné referenční měrky.

Nevýhodou je, že pokud budeme tuto metodu používat pro kalibraci měrek v celém jejich rozsahu měření tlaku (např. 3-4 řády), může výsledná doba měření být

až v řádech hodin. Naopak pokud bychom měli příliš velký proud plynu na malý objem, měření by mohlo trvat méně než 1 s, což mnohé měřky nemusí být schopné dostatečně rychle zaznamenat.

Při použití této metody se můžeme dostat až tlakům 10^{-5} Pa. Existují však další modifikace, například několikanásobné opakované použití této metody, kterým je možno se dostat až k 10^{-7} Pa. (viz [7]).

3.4 Dynamická metoda

Pod tímto názvem se obvykle myslí dvě hlavní metody dynamického nastavení tlaku a to **dynamická expanze** (orifice flow method nebo dynamic flow method) a **dynamická redukce** (pressure ratio method).

My si zde blíže představíme jen metodu dynamické expanze.

Dynamická expanze je zobrazena na Obr. 3.4. Do první komory je pomocí flowmeteru přiváděn stálý proud plynu q , zároveň je však odčerpáván pomocí vakuové vývěvy, která má čerpací rychlostí S . Mezi vývěvou a první komorou je clonka se známou vodivostí C . Pokud je čerpací rychlost S mnohem větší než vodivost C ($S \gg C$), efektivní čerpací rychlost v první komoře je dána převážně vodivostí C . Tlak p v první komoře tak můžeme vyjádřit jako

$$p = \frac{q}{S_{ef}}, \quad \frac{1}{S_{ef}} = \frac{1}{S} + \frac{1}{C} \quad (3.9)$$

kde S_{ef} je efektivní čerpací rychlost, kterou jsme získali z pravidla pro sčítání vodivostí v sériovém zapojení (viz. 1.7)

Jelikož se však jedná o dynamickou metodu, mohou v tomto systému vznikat tlakové spády, tedy případ, že tlak p není v celém objemu uniformní.

Tomuto můžeme zabránit několika způsoby:

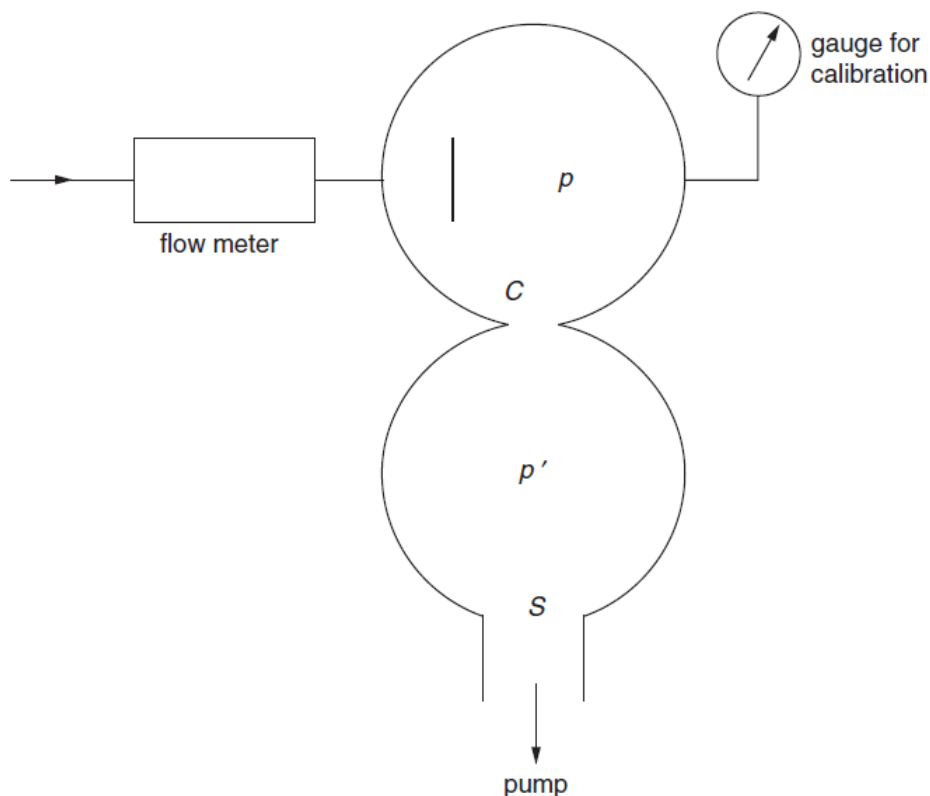
- Před ústí flowmeteru v objemu vložíme překážku, která bude rozptylovat vstupní proud plynu a tímto se potlačí preferovaný směr proudu.
- Plocha koule vepsané vevnitř kalibrační komory by měla být alespoň 1000x větší než plocha clonky, aby počet molekul proudící dovnitř a ven z objemu byl v porovnání s celkovým počtem molekul v objemu malý.
- Objem kalibrační komory by měl být alespoň 50x větší než objem připojených měrek určených ke kalibraci.

Minimální tlak, kterého touto metodou dosáhneme je převážně dán nejmenším možným vstupním proudem q . K tomuto proudu však budou přispívat parazitní jevy (hlavně odplyňování), které jsou dány plochou stěn kalibrační komory a použitými materiály při konstrukci.

Efektivní čerpací rychlost je přednostně dána vodivostí clonky C , pokud tedy chceme zvýšit S_{ef} , musíme zvětšit plochu clonky. Z podmínek však víme, že musíme pak také zvětšit celkový objem aparatury. S větším objem však také stoupne vliv odplyňování a tím parazitní proud q_{par} .

Pokud chceme co nejvíce potlačit proud z odplyňování stěn aparatury, musíme použít vhodné materiály a případně provést před měřením vypečení aparatury.

Při použití této metody se můžeme dostat až k tlakům o rozsahu 10^{-7} Pa. Tato metoda se dnes standartě používá pro kalibraci měrek určených pro vysoké až velmi vysoké vakuum.



Obrázek 3.4: Schématický diagram pro dynamickou expanzi. Do kalibrační komory nám pomocí flowmeteru teče známý proud plynu q , který je současně odčerpáván vakuovou vývěvou čerpací rychlostí S . Mezi kalibrační komorou a vývěvou je clonka s vodivostí C . Převzato z [6], str. 220.

3.5 Další metody

Existuje mnoho dalších kalibračních metod než ty výše uvedené, z různých důvodů je však nebudeme dopodrobna rozebírat a pouze si je stručně uvedeme zde.

Metoda molekulových svazků funguje na principu generace svazku molekul. Máme aparaturu, která se skládá ze dvou přepážek s přesně známými otvory. Známe-li vzdálenost mezi těmito otvory, jejich plochu a celkovou geometrii uspořádání, jsme potom schopni vypočítat počet částic, které projdou první clonou, dopadnou na druhou, a dostanou se tak do kalibrační komory.

Při tomto měření potřebujeme zajistit, že molekuly se neodrazí od stěn (čehož docílíme ochlazením stěn k teplotě tekutého hélia).

Touto metodou se můžeme dostat až k 10^{-10} Pa, tedy až k extrémně vysokému vakuu. Konstrukčně je však tato metoda velice náročná a provoz vyžaduje speciální podmínky (chlazení, schopnost vůbec vytvořit takto čisté vakuum atd.).

Brownův pohyb levitující částice - původně se předpokládalo, že tato metoda bude fungovat podobně jako viskózní manometry. V objemu by bylo magnetickými silami levitováno malé zrnko tak, aby se nijak nedotýkalo stěn objemu. V důsledku srážek molekul plynu s tímto zrnkem by docházelo k jeho náhodným výkyvům (Brownův pohyb), nebo se zamýšlelo, že zrnko bude buzeně kmitat a bude se sledovat postupný útlum kmitů.

Kvůli technickým problémům, jako například manipulace s tak malým zrnkem či komplikace při umisťování zrnka, bylo od této metody upuštěno a dnes se již

nepoužívá.

Laserová absorpční spektroskopie - tato metoda určuje složení plynu pomocí spektroskopie a spektrálních čar. Toto je velmi neinvazivní způsob, jak zjistit složení plynu, které nám dovoluje jednoduše měřit tlak v konkrétních místech aparatury. Důležitou složkou je však vhodný laser a schopnost přesně měřit světlo. Tato metoda je stále ve stádiu výzkumu.

Na podobném principu pracuje také **optický interferometr**. Pomocí interferometru se snažíme zjistit tlak podle indexu odrazu světla v plynu. Tato metoda je však použitelná pouze pro nízké vakuum a nenabízí vysokou přesnost.

V některých případech můžeme kalibrací naměřit pouze body pro vyšší tlaky, ze kterých poté **extrapolujeme kalibrační křivku** do oblasti nižších tlaků. Tento postup však nemůžeme uplatnit pro všechny měřky, jelikož ne všechny manometry mají lineární odezvu. Také nám v těchto oblastech bude zatěžovat výslednou kalibraci vysoká chyba.

Kapitola 4

Návrh experimentu

Úvod k návrhu experimentu

Součástí této práce je návrh a realizace aparatury použitelné ke kalibraci vakuových měrek.

Pro kompletní návrh experimentu je potřeba brát v potaz několik věcí. V první řadě je důležité přesně zadat, jaká máme od experimentu očekávání. Naproti tomu máme reálné možnosti práce a tyto dvě podmínky musíme co nejlépe zkombinovat.

V první části této kapitoly porovnáváme nejčastější metody kalibrace rozebírané v kapitole 3 a jejich výhody či nevýhody pro náš konkrétní experiment.

Po vybrání nejlepší metody navrheme možnou aparaturu, která bude vyhovovat jak teoretickým, tak praktickým požadavkům. Na závěr shrneme naše poznatky.

4.1 Požadavky a očekávání

Při standardním provozu tokamaku COMPASS se nejvíce užívají jak Piraniho, tak ionizační měrky. Tímto se dostatečně pokryje celý potřebný rozsah a jelikož tokamak nevyžaduje přesnost na úrovni etalonu, můžeme si dovolit použít tyto měrky i s jejich poměrně vysokou chybou.

Tlakový rozsah, který bychom kalibrací chtěli ideálně pokrýt, je od 10^{-6} Pa až k atmosféře (100 000 Pa). To je rozsah o 10 řádech, z čehož je hned vidět, že řešení nebude jednoduché.

Můžeme také očekávat, že se měrky budou používat i pro plyny jiné než vzduch, což by vybraná kalibrační metoda měla brát v potaz.

K dispozici nám bylo obvyklé vybavení vakuové laboratoře, obsahující hlavně objemy, spojové komponenty a různé druhy vakuových vývěv. Dále jsme měli již kalibrovaný kapacitní vakuometr, který byl možný použít pro vyšší rozsahy od 10 Pa k atmosféře.

4.2 Porovnání metod

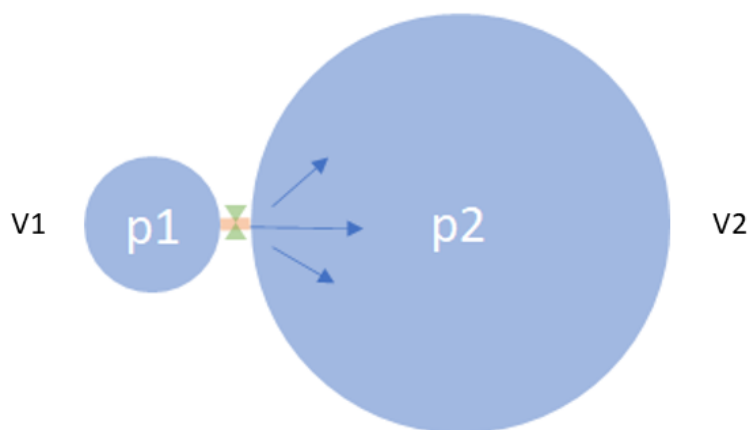
V kapitole o různých metodách kalibrace jsme zmiňovali hlavní metody, kdy jsme uváděli i příklady ostatních.

V tomto rozboru se budeme zabírat pouze třemi hlavními metodami, jelikož jsou nejvíce probádané v rámci našich požadavků a omezení.

Laboratoř má standardní vybavení objemů, spojů, těsnění a pump. Nicméně některé metody, ačkoli by byly použitelné, by vyžadovaly zakázkovou výrobu komponentů, na kterou nebyl z časových důvodů dostatečný prostor, nebo byly příliš nepraktické z rozměrových důvodů.

4.2.1 Statická metoda

Velice jednoduchá metoda stojící na vzorci $p_2 = p_1 \frac{V_1}{V_1 + V_2}$. Hlavní omezení, která nám tato metoda klade, spočívají v poměru $\frac{V_1}{V_1 + V_2}$. Pro co nejmenší tlak potřebujeme minimální počáteční objem V_1 a maximální konečný objem V_2 .



Obrázek 4.1: Schéma aparatury pro kalibraci statickou metodou. V_1 je počáteční objem s tlakem p_1 , otevřením ventilu je pak tlak rozepnut do druhého objemu V_2 a po ustálení nastane v celé aparatuře tlak p_2 .

Pro nás dostupné vybavení byl nejmenší možný objem 0,01 l a největší 50 l. Ve skladišti byl k nalezení ještě objem 600 l, z praktických důvodů jsme však jeho využití zavrhli, viz dále.

Při $V_1 = 0,01$ l a $V_2 = 50$ l, dostaneme $\frac{V_1}{V_1 + V_2} \approx 2 \cdot 10^{-4}$.

Pro dostatečně přesného měření p_1 použitím přímé měřky můžeme nastavit počáteční tlak v řádu 10^2 Pa. Při těchto řádech bychom se dostali na nejnižší tlak kolem 10^{-2} Pa, což nevyhovuje našim požadavkům.

I kdybychom použili objem 600 l, nebo se pokusili o víceřadovou expanzi, narazíme na další problémy.

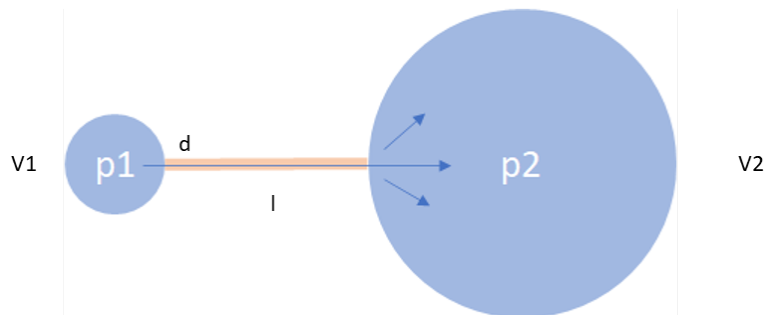
Jak bylo v kapitole pro tuto metodu již řečeno, pokud bychom použili objem 600 l, výrazně by nám stoupl odplyňování ze stěn tohoto objemu, což by výrazně přispělo k chybě měření. Nepraktičnost manipulace s takto velkým objem byla další nevýhoda.

Z těchto důvodů jsme tedy tuto metodu zamítli.

4.2.2 Postupný vzrůst tlaku

Z rovnice $p_2(t) = p_1 \frac{C}{V_2} t$ je vidět, že hlavní parametry jsou: vodivost C , objem kalibrační komory V_2 a počáteční tlak v prvním objemu p_1 .

Pro co nejnižší konečný tlak potřebujeme velký objem V_2 a malou vodivost C . K dispozici máme reálně největší objem o 50 l.



Obrázek 4.2: Schéma aparatury pro kalibraci metodou Rate of Rise. V_1 je počáteční objem s tlakem p_1 , přes trubici (či clonku) o známých rozměrech s průměrem d a délkou l vypočítáme vodivost C . Plyn postupně proudí z V_1 do V_2 , dle vzorce 3.6.

Vodivost spojovacího elementu bude různá v závislosti na tom, zda-li použijeme pouze clonku či dlouhou, tenkou trubici. Budeme-li však znát geometrii této clonky, jsme schopni ji vypočítat. Co je však pro vodivost důležitější, je to, že vodivost se mění v závislosti na typu proudění plynu aparaturou. Toto proudění je závislé na rozměrech clonky a na tlaku.

Pro nízké tlaky můžeme bezpečně předpokládat molekulární proudění, pro vyšší tlaky se však začneme dostávat do oblasti viskózně-molekulárního proudění, kdy vodivost již nebude konstantní.

Na co však narazíme ještě dříve, je požadavek zachování p_1 konstantní.

Rovnice 3.6 předpokládá, že počáteční tlak p_1 se v průběhu měření nemění. Zároveň však nám z počátečního objemu plyn uniká a postupně naplňuje objem V_2 .

Stálost tlaku p_1 tedy musíme zajistit, a to buď stálým přítokem plynu do V_1 , například pomocí průtokoměru, a nebo zavedeme maximální dobu měření t_{max} a řekneme, že po tuto dobu bude p_1 konstantní, tedy

$$p_{1 < t_{max} >} \approx \text{konst.} \quad (4.1)$$

To, jak rychle tlak p_1 klesá závisí právě na vodivosti C . Při malé vodivosti bude tlak p_1 klesat velmi pomalu, při velké naopak rychle. Například pokud bychom měli clonku o průměru $d = 1$ mm, objem $V_2 = 50$ a počáteční tlak $p_1 = 100$ Pa, měnil by se nám tlak v měřící aparatuře jako $p_2(t) = 0,24$ Pa/s. To za prvé nepokrývá námi požadovaný spodní rozsah tlaku, a za druhé bychom takto mohli měřit pouze zhruba 4 s, než by nám poklesl počáteční tlak p_1 o 1 % z původní hodnoty.

K dispozici nám však byl i nastavitelný flowmeter, s maximálním rozsahem 20 sccm. Využijeme-li rovnice $p_2(t) = \frac{q}{V_2}t$, kde $V_2 = 50$ l a $q = 0,2$ sccm (1 % maximálního rozsahu) a převedeme dle 1.3 proud plynu ze sccm na Pa l /s, dostaneme $p_2(t) = 0,00676$ Pa/s. Tímto se již dostáváme blíže našim požadavkům.

Pokud bychom nechali objem pomalu naplňovat nejmenší rychlostí 0,00676 Pa/s, a chtěli bychom se dostat až například ke 100 Pa, museli bychom počkat asi 4 hodiny.

Aby však měření nezabíralo příliš dlouho času, bylo by vhodnější použít tuto metodu pro vyšší proudy. Při proudu plynu $q = 10$ sccm, bude $p_2(t) = 0,338$ Pa/s. Ke 100 Pa se dostaneme zhruba za 5 minut měření.

U nízkých tlaků by bylo potřeba zajistit, aby aparatura byla co nejméně zatížena odplyňováním, toho je však možno dosáhnout využitím vhodných materiálů a pravidelným vypékáním aparatury.

4.2.3 Dynamická metoda

Rovnice této metody pro dynamickou expanzi je

$$p = \frac{q}{S_{ef}}, \quad \frac{1}{S_{ef}} = \frac{1}{C_{trubice}} + \frac{1}{C_{clonka}} + \frac{1}{S}$$

K dispozici nám byla turbomolekulární vývěva s čerpací rychlostí $S = 700$ l/s a flowmeter s maximálním rozsahem 20 sccm.

Minimální proud plynu, který můžeme na flowmeteru nastavit je 1 % maximálního rozsahu, tedy $q = 0,2$ sccm = 0,34 Pa l/s. Prakticky nám vývěva bude čerpat přes trubici, zakončenou clonkou. Efektivní čerpací rychlost S_{ef} závisí hlavně na velikosti clonky, do rovnice však započítáme všechny příspěvky, dle 1.7.

Zde chceme S_{ef} co největší, budeme tedy potřebovat maximalizovat clonku o vodivosti C_{clonka} . Tato clonka však nemůže být libovolně veliká, jak jsme již zmiňovali v dřívějších kapitolách, plocha koule vepsané uvnitř kalibrační komory V by měla být alespoň 1000x větší než plocha clonky.

Bude-li náš maximální objem $V = 50$ l, koule s tímto objemem bude mít poloměr $r \doteq 23$ cm, podle vzorce $V = \frac{4}{3}\pi r^3$. Plocha potom bude jako $S = 4\pi r^2 \doteq 6560$ cm². Maximální plocha naší clonky by tedy měla být $A \doteq 6,5$ cm², což pro kruhovou clonku bude průměr $d_{clonka} \doteq 3$ cm. Clonku s takovýmto průměrem jsme schopni sami vytvořit v dostupné dílně.

Reálně podmínku pro poměr velikosti objemu a clonky splňovat nebudeme, jelikož v našich odhadech předpokládáme, že objem V má tvar koule. V laboratoři jsou takovéto objemy ve tvaru kříže a ideálně bychom měli počítat pro kouli vepsanou vevnitř tohoto kříže. Výsledná odchylka je však pro nás momentálně přípustně zanedbatelná.

Pro vzduch o teplotě 20°C bude podle 1.10 vodivost naší clonky $C_{clonka} = 75,4$ l/s.

Připojíme-li k vývěvě trubice s průměrem $d_{trubice} = 15$ cm a délkou $l = 50$ cm, bude podle 1.9 její vodivost $C_{trubka} = 817$ l/s.

Obrácená hodnota efektivní čerpací rychlosti tedy bude $\frac{1}{S_{ef}} = \frac{1}{817} + \frac{1}{75,4} + \frac{1}{700} = 0,0159$. Potom $S_{ef} = 62,83$ l/s.

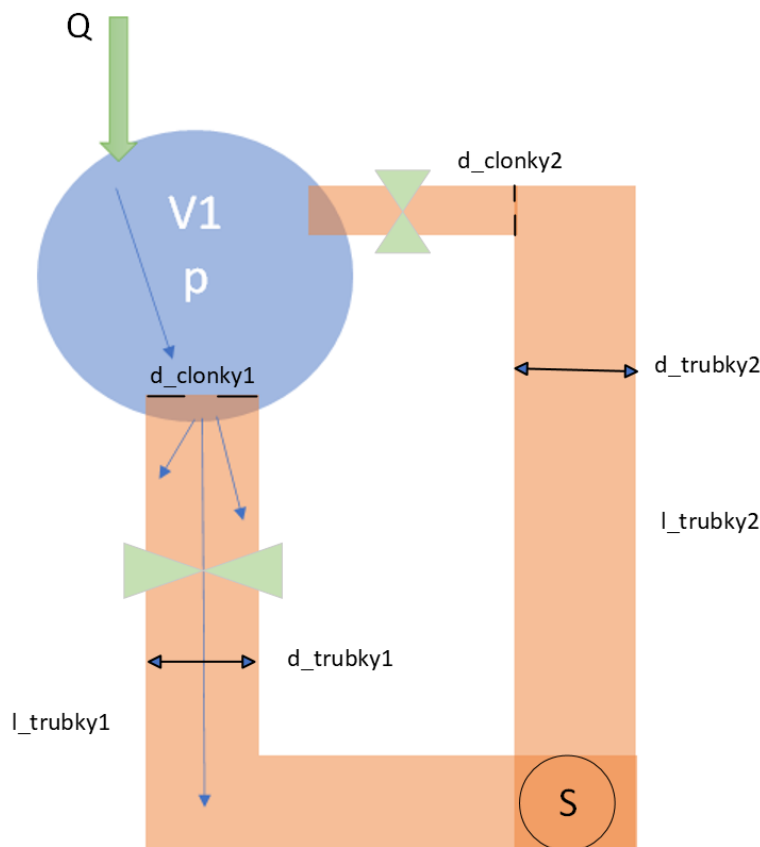
S nejmenším možným proudem plynu se dostaneme na nejnižší tlak $p = 5,4 \cdot 10^{-3}$ Pa. Tímto se blížíme našim požadavkům.

Problém nastává, že pokud budeme chtít kalibrovat pro vyšší tlaky, musíme zkontrolovat, ve kterém typu proudění plynu se nacházíme a zda-li nejsme již mimo molekulární proudění, což by netriviálně změnilo vodivost clonky.

Zvýšíme-li vstupní proud plynu na 20 sccm, tedy $q = 33,8$ Pa l/s, stoupne náš tlak na $p = 0,54$ Pa. Vypočítáme-li pro tento tlak střední volnou dráhu molekul vzduchu podle 1.3, dostaneme $\lambda = 0,012$ m = 1,2 cm. Jelikož rozměr clonky je $d_{clonka} = 3$ cm, budeme se již spíše dostávat do viskózně molekulárního proudění ($\lambda \approx d$), což není žádané.

Abychom zachovali molekulární proudění, museli bychom zmenšit rozměry clonky. Tím bychom si však snížili efektivní čerpací rychlost S_{ef} a zvedl by se výsledný tlak, což bychom museli kompenzovat dalším zmenšováním clonky. Máme tedy konstrukčně daný limit pro náš maximální tlak.

Tento problém můžeme vyřešit tak, že sestrojíme aparaturu, ve které budou dvě clonky, jedna určená pro nižší a druhá pro vyšší rozsahy tlaků. Návrh aparatury je na Obr. 4.3.



Obrázek 4.3: Schéma aparatury pro kalibraci metodou dynamické expanze. Pomocí kalibrovaného flowmeteru teče do objemu V_1 známý proud plynu q . Zároveň je objem čerpán vakuovou vývěvou s čerpací rychlostí S přes dvě potrubí. Každé potrubí má délku $l_{trubky_{1/2}}$ a průměr $d_{trubky_{1/2}}$. V každé trubce je clonka s průměrem $d_{clonky_{1/2}}$. Pomocí uzavření/o-tevření ventilů určíme, kterou z trubic momentálně teče plyn.

Budeme mít kalibrační komoru o objemu V_1 , do které bude přiváděn proud plynu q . Z této komory budeme moci čerpat přes dvě různé větve potrubí, každé se svojí vlastní trubicí a clonkou. Obě potrubí vedou k turbomolekulární vývěvě. Rozměry spojovacích trubek budou pro obě větve stejné, tedy $d_{trubky_{1/2}} = 15$ cm a jejich délka $l_{trubky_{1/2}} = 50$ cm.

Průměr první clonky bude $d_{clonka1} = 3$ cm, druhé bude $d_{clonka2} = 0,3$ cm.

Bude-li potom do objemu V téct proud plynu od $q = 0,2 - 15$ sccm, a budeme čerpat přes první potrubí, dostaneme se k tlakům od $p = 5,4 \cdot 10^{-3} - 4 \cdot 10^{-1}$ Pa.

Druhá clonka bude mít vodivost $C_{clonka2} = 0,82$ l/s, efektivní čerpací rychlost přes druhou větev potrubí tedy bude $S_{ef2} = 0,818$ l/s.

Bude-li potom do objemu V_1 téct proud plynu od $q = 0,2 - 5$ sccm, a budeme čerpat přes druhé potrubí, dostaneme se k tlakům od $p = 4,16 \cdot 10^{-1} - 10,3$ Pa.

Tyto dva rozsahy od jednotlivých větví se téměř překrývají, dostaneme tedy výslednou aparaturu schopnou kalibrovat v rozsahu od $5,4 \cdot 10^{-3} - 10,3$ Pa. Aparatura bude muset být schopná vypékání a musíme počítat s různými nejistotami vycházející z neúplného splnění podmínek, pro naše účely je však provozuschopná.

4.2.4 Závěr a návrhnutí aparatury

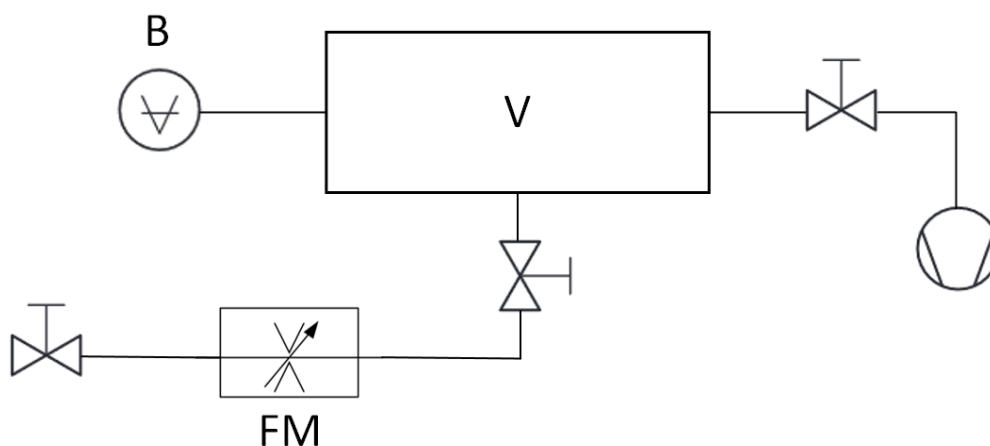
Porovnáním metod jsme došli ke dvou různým možnostem realizace.

První možnost je využití metody postupného vzrůstu tlaku. Verzi této metody, využívající clonku se známou vodivostí C , jsme zamítli, jelikož výroba dostatečně malé clonky by byla otázkou zakázkové výroby, na kterou nebyl čas.

Můžeme však využít modifikaci této metody a využít flowmeter. Jelikož dostupný flowmeter není kalibrován, bude potřeba nejdříve provést samotnou kalibraci flowmeteru, abychom ho mohli dále využít pro kalibraci vakuových měrek. Toho můžeme dosáhnout pomocí vzorce pro výpočet proudu plynu 1.4. Aparatura použitelná pro kalibraci flowmeteru bude také použitelná i pro kalibraci vakuových měrek.

Pro účel kalibrace touto metodou navrhujeme sestavit aparaturu, jejíž diagram je na Obr. 4.4. Aparatura bude sestávat z referenční měrky (dostupný je kapacitní membránový manometr Baratron), známého objemu V , flowmeteru a vakuové vývěvy. Po kalibraci flowmeteru můžeme vyměnit referenční měrku za měrku, kterou chceme kalibrovat a jinak zachovat uspořádání aparatury.

Tento návrh jsme realizovali v praktické části této práce.



Obrázek 4.4: Schéma aparatury pro kalibraci flowmeteru. **V** - Známý objem, do kterého pomocí flowmeteru proudí plyn, **B** - Referenční vakuová měrka Baratron, **FM** - Flowmeter, který chceme kalibrovat.

Druhým řešením je dynamická expanze, konkrétní návrh aparatury je na Obr. 4.3. Tato aparatura by byla vhodnější pro dlouhodobé využití na pracovišti tokamak COMPASS, jelikož je schopná kalibrovat pro konkrétní body. Její praktická realizace by však vyžadovala větší časový prostor a hlubší prozkoumání. Námi diskutované hodnoty vodivosti jsou pouze orientační, v reálných podmínkách bude mít na vodivost vliv například zahýbání trubic či přesnější výpočty. Ideálním řešením by bylo vytvoření 3D modelu konečné aparatury a provést simulace pro výpočet celkové vodivosti, například metodou Monte Carlo. Realizace této metody nebyla v rámci našich možností proveditelná, předestíráme zde tedy pouze její možný návrh.

Pokud bychom chtěli provádět kalibrace pro ještě nižší tlaky, museli bychom získat buď aparaturu o větším objemu nebo flowmeter s menším minimálním proudem q .

Kapitola 5

Praktický experiment

5.1 Kalibrace flowmeteru

Pro námi vybranou metodu (postupný vzrůstu tlaku) je nejdůležitější prvek správně kalibrovaný flowmeter (průtokometr).

Rovnice pro proud plynu q je

$$q = \frac{d(pV)}{dt}$$

kde p je tlak, V je objem a t je čas.

Z této rovnice vidíme, že pokud budeme mít stálý měřící objem, můžeme vypočítat proud plynu pomocí měření změny tlaku v závislosti na čase.

5.1.1 Aparatura

Podle návrhu aparatury na Obr. 4.4 jsme sestavili reálnou aparaturu, zobrazenou na fotografii na Obr. 5.1.

Aparatura sestává z vakuové měřky MKS Baratron® Type 623B Absolute Pressure Transducer with Trippoint Relays, hodnoty z této měřky jsme snímali pomocí digitálního multimetru Proskit Mk-1710 .

Dále jsme používali flowmeter Mass Flow Controller MKS-1259C. Tento flowmeter jsme ovládali pomocí controlleru Multi Gas Controller 647B, na kterém jsme nastavovali, jaký proud plynu má procházet flowmeterem. Tento controller nám také ukazoval aktuální hodnoty proudu plynu procházejícího flowmeterem.

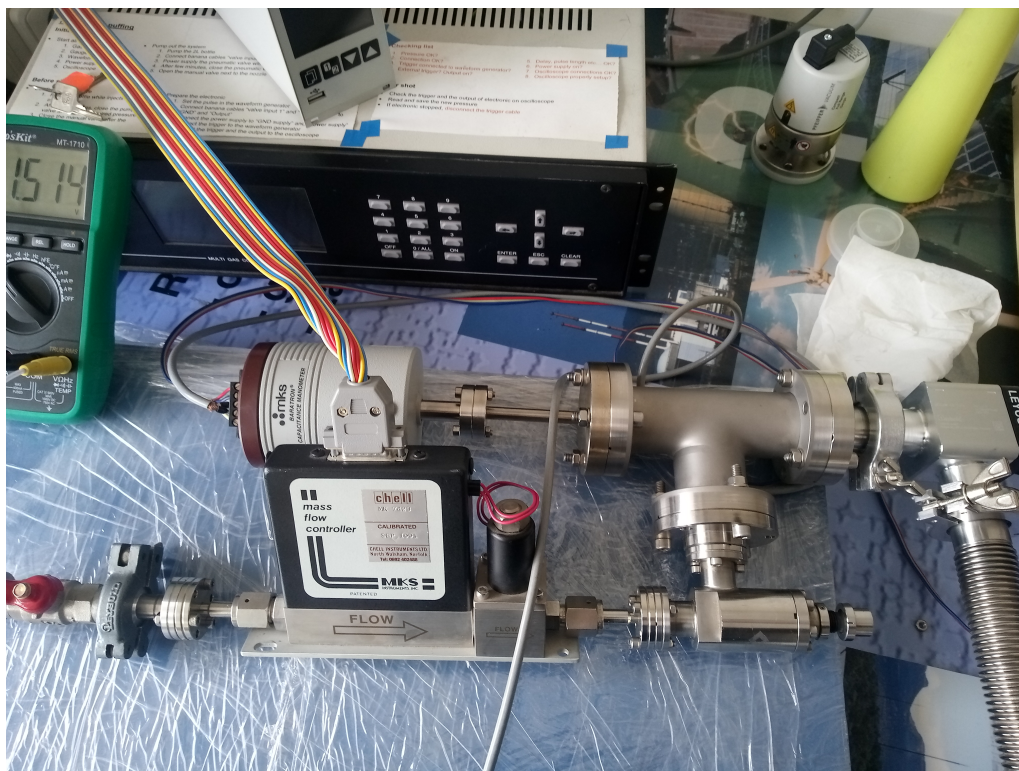
5.1.2 Postup měření

Měření tlaku

V našem měření jsme pro přesné měření tlaku použili MKS Baratron® Type 623B Absolute Pressure Transducer with Trippoint Relays.

Tento Baratron využívá přímé měření tlaku a není nijak závislý na typu plynu. Jeho rozsah je od 0 do 10 V (0 - 1000 mbar), s nejmenším použitelným rozsahem měření 1 mV a s přesností $\pm 0,25$ % měřené hodnoty.

Výstupní napětí Baratronu jsme snímali pomocí digitálního multimetru Proskit Mk-1710, který má jak jemnější, tak hrubší rozsah. Pro menší hodnoty měření jsme použili rozsah do 400 mV, s rozlišením 0,1 mV. Pro vyšší měření jsme použili rozsah do 4 V, s rozlišením 1 mV. Oba tyto rozsahy mají přesnost ± 0.5 %.



Obrázek 5.1: Fotografie reálné aparatury pro kalibraci flowmetru podle diagramu na Obr. 4.4.

Naměřené hodnoty napětí U jsme poté převedli na tlak p a to pomocí vzorce

$$p = \frac{U}{U_{max}} p_{atm} \quad (5.1)$$

kde U_{max} maximální možné napětí a p_{atm} je atmosférický tlak.

Dle výrobce by $U_{max} = 10$ V, my jsme však naměřili

$$U_{max} = 9.89V$$

Tento pokles napětí může být vysvětlen spotřebou energie samotným Baratronem.

Aktuální atmosférický tlak jsme zjistili na webových stránkách Českého hydrometeorologického ústavu a použili jsme data ze stanice Praha-Kbely, kde tedy v dny měření byl obvyklý tlak

$$p_{atm} = 101\,000 \text{ Pa}$$

Pro určení nejistoty měření tlaku p musíme určit chybu měření napětí. Dle 1.13 sečteme jak nejistotu Baratronu, tak multimetru a tedy

$$\sigma_U = \sqrt{(\sigma_{Baratron})^2 + (\sigma_{multimetr})^2} = \sqrt{(0,0025U)^2 + (0,005U)^2}$$

$$\sigma_U = 0.006 \cdot U$$

Dostaneme tedy

$$U_{max} = (9.89 \pm 0.06) \text{ V}$$

Pro atmosférický tlak odhadneme možné kolísání tlaku v průběhu dne na ± 1000 Pa (například vlivem počasí) a tedy

$$p_{atm} = (101\,000 \pm 1000) \text{ Pa}$$

Jelikož se jedná o nepřímé měření, použijeme rovnici 1.16 a dostaneme chybu měření tlaku jako

$$\begin{aligned} \sigma_p &= \sqrt{\left(\frac{p_{atm}}{U_{max}}\right)^2 \sigma_U^2 + \left(\frac{-U p_{atm}}{U_{max}^2}\right)^2 \sigma_{U_{max}}^2 + \left(\frac{U}{U_{max}}\right)^2 \sigma_{p_{atm}}^2} \\ &= \sqrt{\left(\frac{101000}{9.89}\right)^2 (0.006U)^2 + \left(U \frac{-101000}{9.89^2}\right)^2 0.07^2 + \left(\frac{U}{9.89}\right)^2 1000^2} \\ &\doteq 150U \end{aligned} \quad (5.2)$$

kde U je měřené napětí.

Měření objemu

Přesný objem jsme naměřili pomocí odměrného válce s rozsahem 100 ml a nejistotou $\pm 0,5$ ml.

Celý objem aparatury jsme vylili demineralizovanou vodou a poté vodu odměřili pomocí odměrného válce. Měřený objem přesahoval maximální objem válce, bylo tedy nutné postupovat v několika krocích. Dále jsme do objemu započítali příspěvek k objemu od Baratronu, který je dle manuálu výrobce $6,3 \text{ cm}^3$ a poté ještě objem koncové spojky od flowmetru. Ústí flowmetru jsme změřili pomocí digitálního posuvného měřidla a naměřili jsme průměr $d = 2,5 \text{ mm}$ a hloubku $h = 30 \text{ mm}$. Z těchto hodnot jsme vypočítali příspěvek k objemu od flowmetru na 147 mm^3 .

Konečný součet všech objemů tedy je

$$\begin{aligned} V &= \underbrace{88,5 \text{ ml} + 85,5 \text{ ml} + 81 \text{ ml}}_{\text{Měření odměrným válcem}} + \underbrace{6,3 \text{ cm}^3}_{\text{Objem Baratronu dle výrobce}} + \underbrace{147 \text{ mm}^3}_{\text{Vypočítaný objem ústí flowmetru}} \\ &\doteq 261,5 \text{ ml} \end{aligned} \quad (5.3)$$

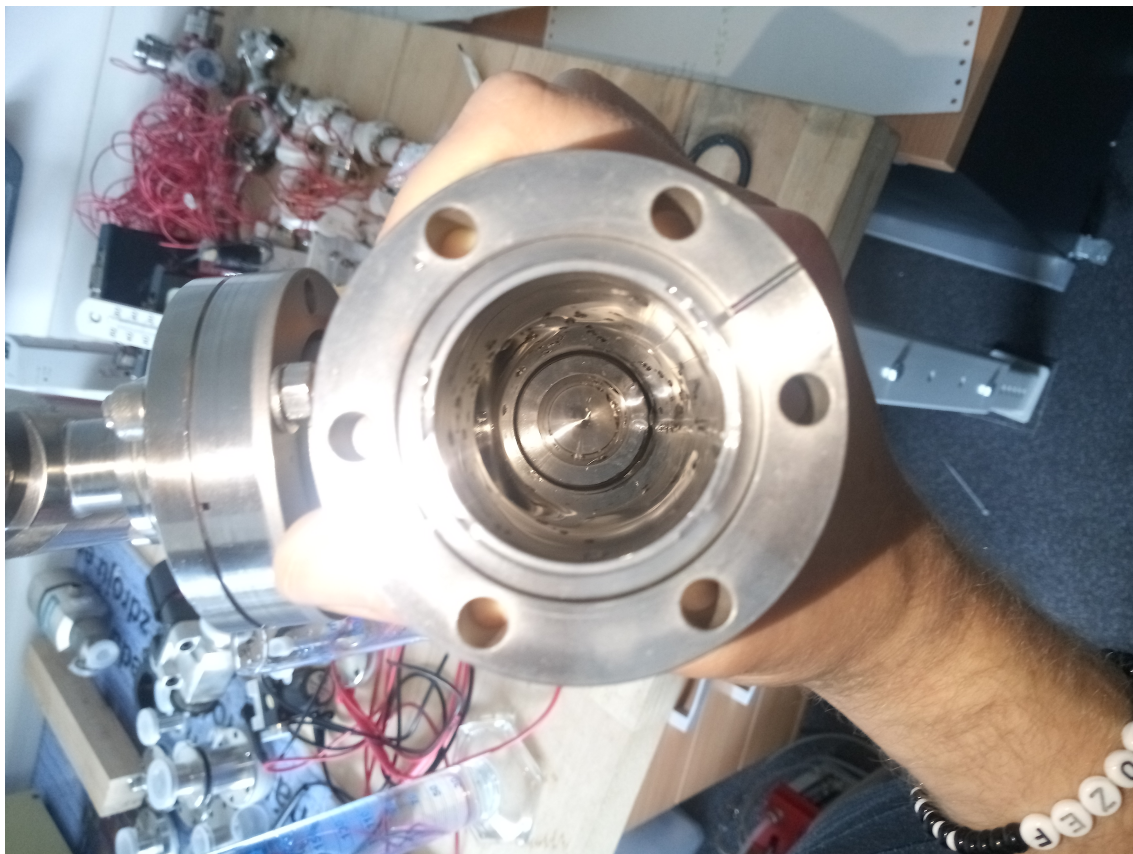
Na fotografie na Obr. 5.2 je vidět, že i přes naše snahy se nám nepodařilo všechnu vodu z objemu dostat.

Pokud budeme předpokládat, že v objemu nám zůstalo zhruba 30 kapek vody, které se nám nepodařilo změřit, a pokud budeme brát objem jedné kapky vody jako $0,05 \text{ ml}$, pak bude výsledná chyba měření navýšena ještě o $1,5 \text{ ml}$.

K této nezměřené vodě ještě přičteme příspěvek nepřesnosti měřidla za každé měření. Výrobce udána nepřesnost je $\pm 0,5 \text{ ml}$, my ji však pro naše účely zvýšíme na 1 ml a to z toho důvodu, že mezi jednotlivými měřeními jsme dokonale nevy-sušovali měřicí válec, dále do této chyby zahrneme i možné chyby vzniklé teplotní roztažností vody, či příspěvkem od Baratronu či flowmetru.

Chybu měření objemu tedy bude

$$\begin{aligned} \sigma_V &= \sqrt{\underbrace{(1 + 1 + 1)^2}_{\text{Chyba měření}} + \underbrace{(1,5)^2}_{\text{Nezměřená voda}}} \text{ ml} \\ &\doteq 3 \text{ ml} \end{aligned} \quad (5.4)$$



Obrázek 5.2: Fotografie z měření objemu aparatury. V aparatuře zůstávají námi neměřitelné kapičky vody.

Výsledný objem tedy bude

$$V = (262 \pm 3) \text{ ml}$$

Měření času

Naměřené hodnoty napětí U jsme zapisovali k času t podle videozáznamu a to s přesností ± 1 s. Chybu času t určíme tedy na

$$\sigma_t = 1\text{s} \tag{5.5}$$

5.1.3 Měření $\frac{dp}{dt}$

Postupně jsme prováděli jednotlivá měření tak, že jsme měli trvale otevřený ventil spojující objem V a flowmeter. Poté jsme zavřeli ventil vedoucí k vývěvě a na flow controlleru jsme nastavili námi požadovanou hodnotu proudu plynu v jednotkách sccm (standart cubic centimeter per minute). Poté jsme otevřeli ventil vedoucí k atmosféře a zaznamenávali jsme změnu napětí na multimetru pomocí videozáznamu.

Naměřená data pro zadaný proud plynu 5,20 sccm jsou v Tab. 5.1. Čas t a napětí U jsou námi naměřená data. Tlak p byl vypočítán podle vzorce 5.1, chyba času σ_t byla odhadnuta dle 5.5 a chybu tlaku σ_p jsme vypočítali jako 5.2.

Tato data jsme následně fitovali lineární závislostí $f(x) = ax + b$, abychom získali $\frac{dp}{dt}_{fit}$, pro další výpočet proudu plynu dle 1.4.

K tomuto fitování jsme použili program Gnuplot, který je schopen fitovat s ohledem na zadané chyby a k výsledným parametrům fitu dokáže vypočítat chybu a to pomocí Levenberg–Marquardt algoritmu nejmenších čtverců. Výsledný graf je na Obr. 5.3.

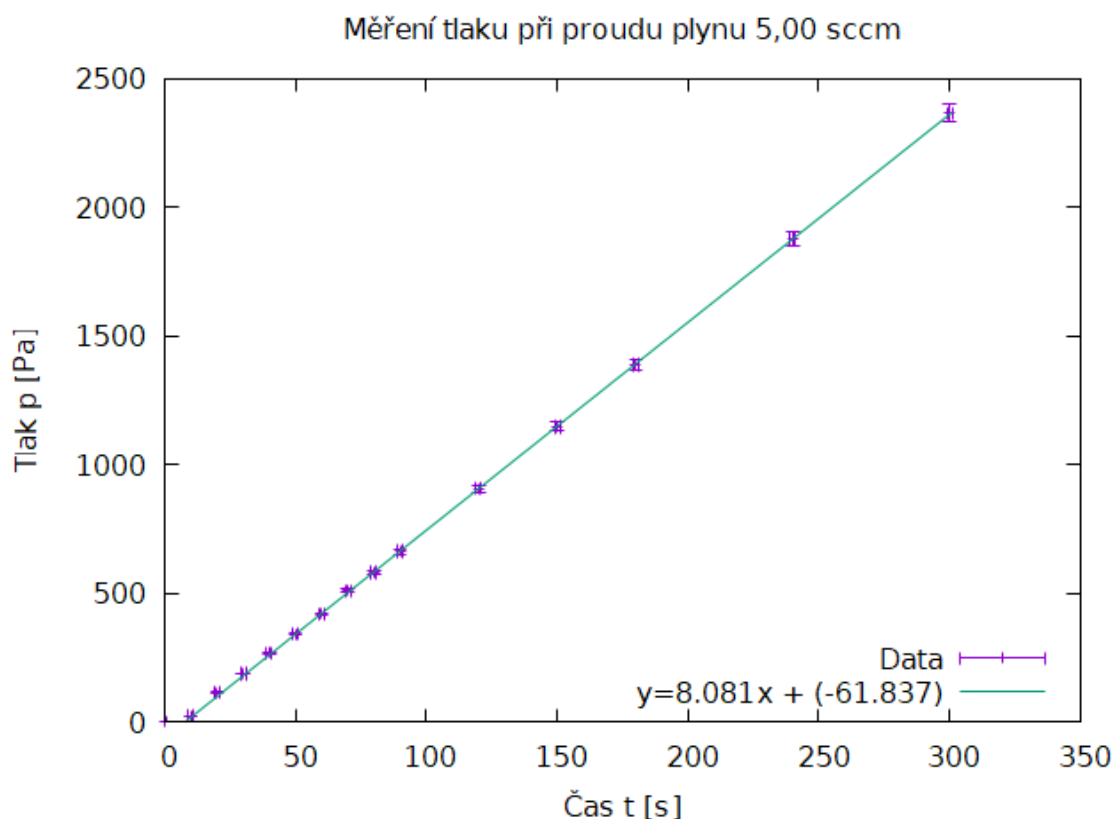
Všechna ostatní měření jsou v příloze A.

U mnohých měření (konkrétně např. pro 4,30 sccm) je vidět, že v počáteční části grafu není lineární závislost. Toto můžeme vysvětlit tím, že flowmeter potřebuje určitou dobu na ustálení, hlavně při nižších proudech plynu. Skutečně jsme při měření pozorovali rychlou oscilaci hodnot aktuálního proudu na flow controlleru.

Po ustálení je vidět již plynulá lineární závislost. Všechny fity jsme tedy prováděli až od hodnot $t = 60$ s, abychom zaručili ustálení flowmetru.

Zadaný proud plynu $q_z = 5,20$ sccm				
Čas t [s]	Napětí U [mV]	Tlak p [Pa]	σ_t [s]	σ_p [Pa]
0	0	0	1	0
10	2.47	25	1	0.4
20	11.33	116	1	1.7
30	18.55	189	1	3
40	26.31	269	1	4
50	33.73	344	1	5
60	41.26	421	1	6
70	49.90	510	1	7
80	56.90	581	1	9
90	65.00	664	1	10
120	89.00	909	1	13
150	112.50	1149	1	17
180	136.00	1389	1	20
240	184.10	1880	1	28
300	231.70	2366	1	35

Tabulka 5.1: Naměřená data pro výpočet proudu plynu q . Čas t a napětí U jsou měřená data, tlak p byl vypočítán podle vzorce 5.1, chyby času σ_t a tlaku σ_p jsme získali dle výpočtů a odhadů 5.5 a 5.2



Obrázek 5.3: Výsledný graf pro měření při zadaném proudu plynu 5,20 sccm, z hodnot v Tab. 5.1. Daty je proložena přímkou $y = 8,081t - 61,837$, kdy číslo 8,081 vyjadřuje $\frac{dp}{dt}_{fit}$.

5.1.4 Měření volného natékání

V předchozím kroku jsme naměřili $\frac{dp}{dt}_{fit}$. K této změně tlaku však nepřispívá jen pouze nastavený proud plynu na flowmetru, ale i další parazitní jevy, jako odplyňování aparatury nebo natékání z netěsností.

Abychom tyto netěsnosti naměřili, nechali jsme aparaturu odstavenou a uzavřenou přes noc, kdy jsme si poznamenali počáteční a konečný tlak.

Tato měření jsme provedli dvakrát a naměřené hodnoty jsou v Tab. 5.2.

Datum a čas	8.6.2022, 16:30	9.6.2022, 9:30	9.6.2022, 15:30	10.6.2022, 8:30
Napětí U [mV]	0	261	0	243
Změna tlaku	2665 Pa / 17 hod		2482 Pa / 17 hod	
Volné natékání [Pa/s]	0.0435		0.0406	

Tabulka 5.2: Měření volného natékání aparatury. Měřili jsme přes noc ze dne 8.6. na 9.6. a z 9.6. na 10.6. Z počátečních a konečných hodnot napětí U jsme dle 5.1 vypočítali změnu tlaku pocházející z parazitních proudů.

Z hodnot v Tab. 5.2 uděláme dle 1.14 průměr a dle 1.15 jeho chybu a dostaneme hodnotu volného natékání způsobeného parazitními jevy $(\frac{dp}{dt})_{par}$ jako

$$\left(\frac{dp}{dt}\right)_{par} = (0,042 \pm 0,001) \text{ [Pa/s]} \quad (5.6)$$

5.1.5 Kalibrační křivka flowmeteru pro vzduch

Pro kalibrační křivku flowmeteru potřebujeme porovnání hodnot proudu plynu, který jsme zadali oproti skutečnému proudu plynu. Proud, který aparaturou skutečně procházel, vypočítáme dle vzorce 1.4. Náš vypočítaný proud q_v tedy bude

$$q_v = 0,592 \cdot V \left(\frac{dp}{dt} \right) [\text{sccm}; 1, \text{Pa/s}] \quad (5.7)$$

kde konstanta 0,592 je pro převod z $[\text{Pa} \cdot 1 \text{ s}^{-1}]$ na $[\text{sccm}]$.

Měřený objem je konstantní a dříve jsme ho určili na $V = (262 \pm 3) \text{ ml}$.

Změnu tlaku v čase jsme odečetli z fitů grafů (Obr. 13 - Obr. 35). Tyto hodnoty však v sobě již mají započítané i příspěvky od netěsností. Je tedy nutné vypočítat skutečnou změnu tlaku $\left(\frac{dp}{dt} \right)$ jako

$$\left(\frac{dp}{dt} \right) = \left(\frac{dp}{dt} \right)_{fit} - \left(\frac{dp}{dt} \right)_{par} \quad (5.8)$$

kde $\left(\frac{dp}{dt} \right)_{par}$ jsme určili z měření volného natékání, viz 5.6 a $\left(\frac{dp}{dt} \right)_{fit}$ jsme zjistili pomocí Gnuplotu, fitováním pro jednotlivá měření.

Chybu pro $\left(\frac{dp}{dt} \right)$ získáme tak, že sečteme chybu fitu σ_{fit} , kterou nám určí Gnuplot a chybu z volného natékání $\sigma_{par} = 0,001 \text{ Pa/s}$.

Celková chyba změny tlaku v čase tedy bude

$$\sigma_{\frac{dp}{dt}} = \sqrt{(\sigma_{fit}^2 + 0,001^2)} [\text{Pa/s}] \quad (5.9)$$

Zadaný proud q_z , jsme pomocí flow controlleru nastavili na flowmeteru, a to v jednotkách sccm. Jak bylo dříve zmiňováno, flowmeter se po první minutě ustálil a dle výrobce v manuálu udává chybu tohoto zadaného proudu q_z jako 0,5 % hodnoty + 0,2 % plného rozsahu (plný rozsah je 20 sccm). Určili jsme tedy chybu zadaného proudu q_z na

$$\sigma_{q_z} = 0,005q_z + 0,04 [\text{sccm}] \quad (5.10)$$

Pro výpočet chyby vypočítaného proudu q_v použijeme rovnici 1.16. Dostaneme tedy

$$\begin{aligned} \sigma_{q_v} &= 0,592 \sqrt{\left(\frac{dp}{dt} \right)^2 \sigma_V^2 + V^2 \sigma_{\frac{dp}{dt}}^2} \\ &= 0,592 \sqrt{\left(\frac{dp}{dt} \right)^2 0,003^2 + 0,262^2 \sigma_{\frac{dp}{dt}}^2} [\text{sccm}; \text{Pa/s}] \end{aligned} \quad (5.11)$$

V Tab. 5.3 jsou naměřené a vypočítané hodnoty pro kalibrační křivku flowmeteru. V prvním sloupci je proud plynu, který jsme nastavili na flowmeteru, $\frac{dp}{dt}_{fit}$ je změna tlaku v čase, kterou nám určil Gnuplot, společně s chybou tohoto fitu σ_{fit} .

Od této hodnoty $\frac{dp}{dt}_{fit}$ jsme odečetli natékání způsobené netěsnostmi dle 5.8 a získali jsme tak natékání způsobené čistě flowmeterem $\frac{dp}{dt}$.

Vypočítali jsme skutečný (vypočítaný) proud plynu q_v podle 5.7 a jeho chybu σ_{q_v} dle 5.11, chyba σ_{q_z} je dle 5.10.

Kalibrační graf je na Obr. 5.4a a bližší přiblížení pro nižší hodnoty na Obr. 5.4b.

q_z [sccm]	$\frac{dp}{dt}_{fit}$ [Pa/s]	σ_{fit} [Pa/s]	$\frac{dp}{dt}$ [Pa/s]	q_v [sccm]	σ_{q_z} [sccm]	σ_{q_v} [sccm]
4.10	0.619	0.003	0.577	0.089	0.06	0.001
4.20	1.010	0.003	0.968	0.150	0.06	0.002
4.30	1.908	0.005	1.866	0.289	0.06	0.003
4.60	4.128	0.008	4.086	0.634	0.06	0.007
4.70	4.817	0.005	4.775	0.741	0.06	0.009
4.80	5.436	0.009	5.394	0.84	0.06	0.01
4.90	5.61	0.02	5.57	0.86	0.06	0.01
5.00	6.80	0.02	6.76	1.05	0.07	0.01
5.20	8.08	0.03	8.04	1.25	0.07	0.01
5.50	9.45	0.05	9.41	1.46	0.07	0.02
6.00	13.01	0.07	12.97	2.01	0.07	0.03
6.50	16.44	0.07	16.39	2.54	0.07	0.03
7.00	20.2	0.2	20.2	3.13	0.08	0.04
7.50	23.3	0.1	23.2	3.61	0.08	0.04
8.00	26.53	0.09	26.49	4.11	0.08	0.05
9.00	33.4	0.1	33.4	5.17	0.09	0.06
10.00	40.2	0.3	40.1	6.22	0.09	0.09
13.00	59.8	0.4	59.7	9.3	0.1	0.1
15.00	73.5	0.4	73.5	11.4	0.1	0.1
18.00	93.3	0.4	93.3	14.5	0.1	0.2
20.00	106.5	0.4	106.5	16.5	0.1	0.2
4.80	1.29	0.07	1.25	0.19	0.06	0.01
4.50	1.06	0.03	1.02	0.16	0.06	0.005

Tabulka 5.3: Naměřené a vypočítané hodnoty pro kalibraci flowmeteru. Flowmeteru jsme zadali proud q_z , pomocí programu Gnuplot jsme z měření změny tlaku v čase zjistili $(\frac{dp}{dt})_{fit}$ a chybu tohoto fitu σ_{fit} . Podle 5.8 jsme určili změnu tlaku v čase způsobenou čistě flowmeterem $(\frac{dp}{dt})$. Podle 5.7 máme vypočítaný proud q_v a jeho chybu σ_{q_v} dle 5.11, chyba zadaného proudu σ_{q_z} je vypočítaná dle 5.10. Červené hodnoty pro $q_z = 4,80$ a $4,50$ sccm jsme do kalibrace nezahrnovali, kvůli nesprávnému měření.

Červené body korespondují s body $q_z = 4,50$ a $4,80$ sccm, v Tab. 5.3. Jak je vidět v grafu, tyto hodnoty jsou silně mimo jinak pozorovatelnou lineární závislost.

Při kontrole dat jsme potvrdili, že chyba nenastala při měření ani zápisu hodnot. Zjistili jsme však, že tato dvě měření byla první, která jsme dne 9. 6. 2022 provedli. V manuálech výrobců je zmíněno, že Baratron potřebuje minimálně 15 minut na zahřátí a flowmeter potřebuje minimálně 15 minut, lepší je však vyčkat hodinu.

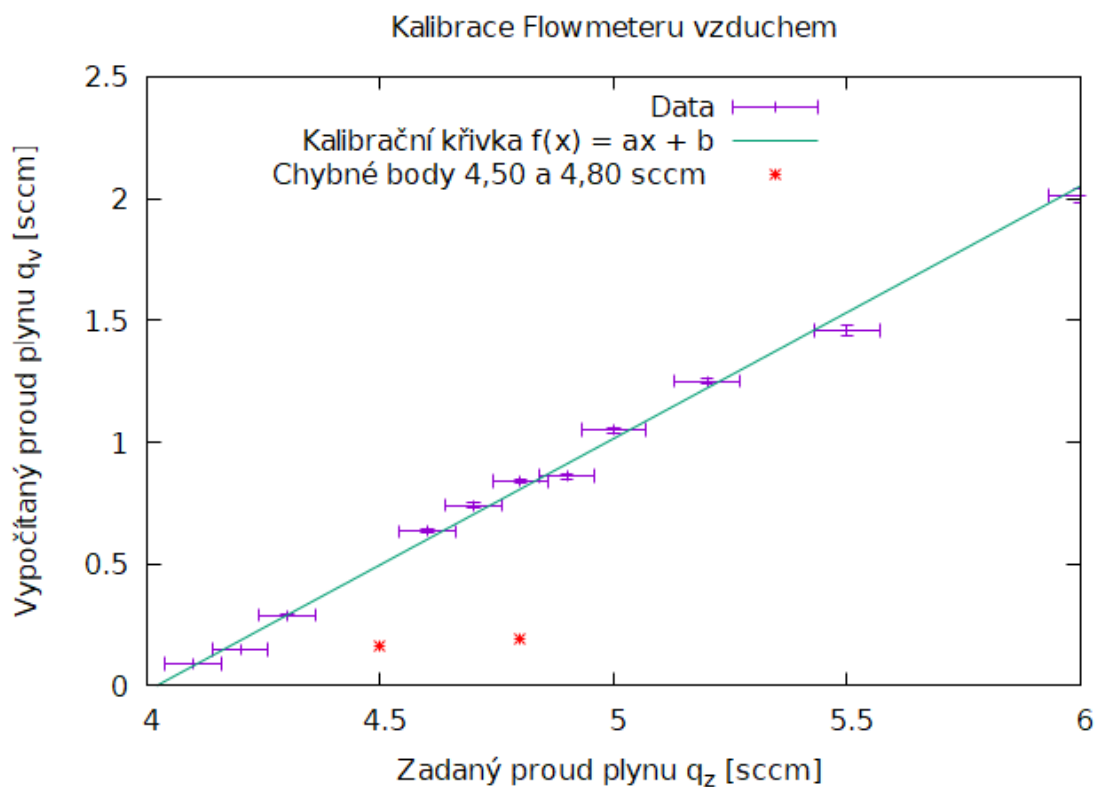
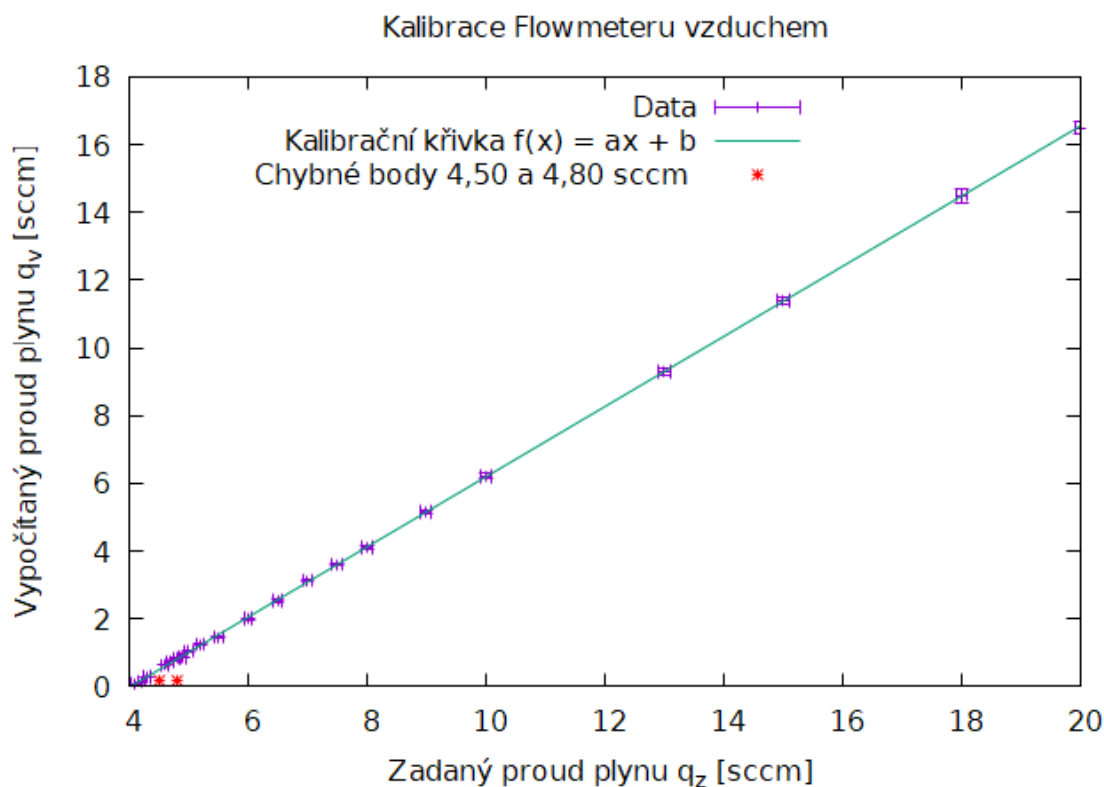
Z tohoto můžeme usoudit, že tato měření byla provedena, když flowmeter ještě nebyl dostatečně termalizován.

Pomocí fitu (obdobně jako u předchozích měření) jsme určili kalibrační křivku pro flowmeter $f(x) = ax + b$ s parametry

$$\begin{aligned}
 f(x) &= ax + b \\
 a &= (1,036 \pm 0,003) \\
 b &= (-4,16 \pm 0,02)
 \end{aligned}
 \tag{5.12}$$

Rovnice pro kalibraci flowmeteru tedy je

$$q_{kal} = 1,036q_z - 4,16 \text{ [sccm]}
 \tag{5.13}$$

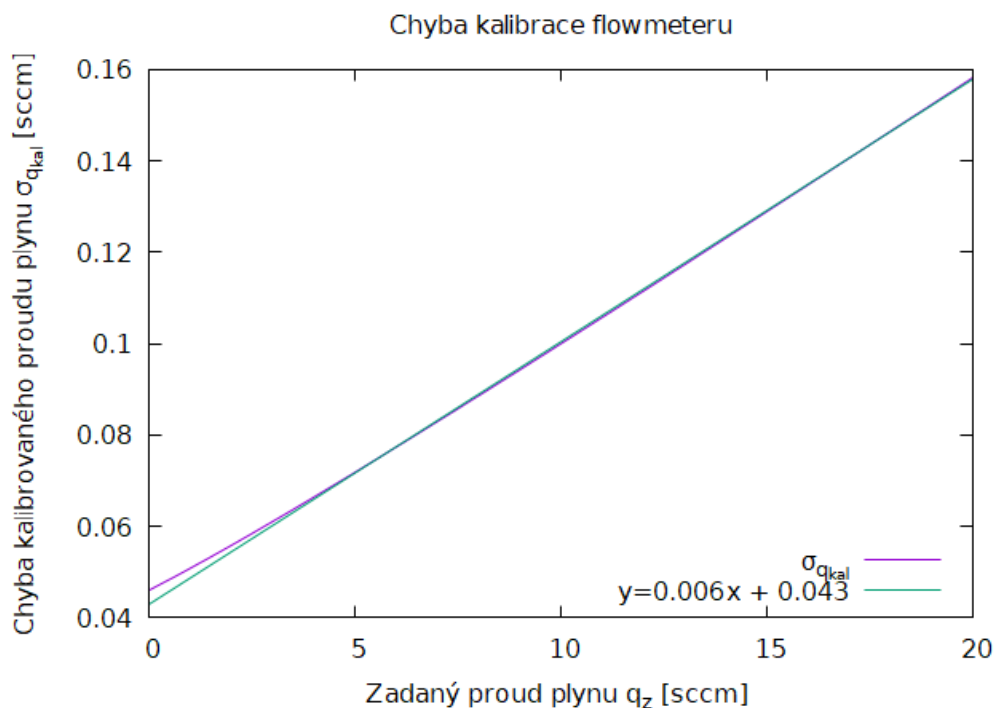


Obrázek 5.4: Kalibrace flowmetru vzduchem podle dat z Tab. 5.3. Parametry kalibrační křivky jsou $a = 1,036$ a $b = -4,16$. Červené hodnoty pro $q_z = 4,50$ a $4,80$ sccm jsme vynechali z kalibračního fitu, kvůli nesprávnému měření hodnot.

a celková chyba kalibrace bude dle 1.16 s parametry a a b

$$\begin{aligned}\sigma_{q_{kal}} &= \sqrt{(q_z \sigma_a)^2 + (a \sigma_{q_z})^2 + \sigma_b^2} \\ &= \sqrt{(0,003q_z)^2 + 1,036^2(0,005q_z + 0,04)^2 + 0,02^2} \\ &= \sqrt{3,6 \cdot 10^{-5}q_z^2 + 4,3 \cdot 10^{-4}q_z + 2,1 \cdot 10^{-3}}\end{aligned}\quad (5.14)$$

Tento vzorec pro výpočet chyby kalibrace je přesný, ale není příliš praktický. Pokud si vykreslíme rovnici 5.14 uvidíme, že pro rozsah od 0 do 20 sccm je závislost téměř lineární. Pokud tedy tuto oblast proložíme lineární přímkou, dostaneme aproximaci chyby $\sigma_{q_{kal}}$. Tento graf je na Obr. 5.5. V tomto rozsahu je rozdíl hodnot vypočítaných pomocí rovnice 5.14 a pomocí rovnice $y = 0,00575q_z + 0,0429$ menší než 0,01 %.



Obrázek 5.5: Porovnání funkce pro řádný výpočet chyby $\sigma_{q_{kal}}$ podle 5.14 a aproximace této funkce lineární rovnicí. Fialová přímka popisuje $\sigma_{q_{kal}} = \sqrt{3,6 \cdot 10^{-5}q_z^2 + 4,3 \cdot 10^{-4}q_z + 2,1 \cdot 10^{-3}}$. Tuto rovnici jsme v rozsahu od 0 do 20 sccm aproximovali lineární rovnicí (zelená přímka) jako $y = 0,00575q_z + 0,0429$.

Můžeme tedy aproximovat chybu kalibrace flowmeteru jako

$$\sigma_{q_{kal}} \approx 0,00575q_z + 0,0429 \text{ [sccm]} \quad (5.15)$$

5.1.6 Kalibrační křivka flowmeteru pro hélium

Obdobným způsobem jako v předchozích měřeních jsme provedli měření kalibrace flowmeteru pro hélium.

K aparatuře jsme k ventilu vedoucího k atmosféře připojili plynovou bombu obsahující He o čistotě $>99,996\%$. Provedli jsme postupně měření $\frac{dp}{dt}$ pro různé q_z . Grafy z těchto měření jsou v příloze B na Obr. 36 až Obr. 50.

Pomocí flow controlleru lze nastavit, jaký plyn při měření používáme. Flow controller obsahuje širokou databázi plynů a jejich příslušné korekční faktory. Korekční faktor pro vzduch je 1,00, pro hélium je 1,45. My jsme měřili s nastavením používaného plynu jako He, flow controller tedy všechna měření již automaticky přenásobil korekčním faktorem.

V manuálu je dále uvedeno, že použití korekčního faktoru snižuje přesnost měření na $\pm 5\%$ měřené hodnoty $+ 0,2\%$ plného rozsahu. Musíme tedy přepočítat chybu zadaného proudu na

$$\sigma_{q_{zHe}} = 0.05q_z + 0.04 \text{ [sccm]} \quad (5.16)$$

Hodnoty V a $\frac{dp}{dt_{par}}$ bereme stejné, jako v předchozím měření.

Tabulka naměřených a vypočítaných hodnot pro kalibraci je v příloze B v Tab.

4

Výsledné kalibrační křivky jsou na Obr. 5.6a a na Obr. 5.6b.

Pomocí fitu jsme určili kalibrační křivku pro flowmeter He $f(x)_{He} = a_{He}x + b_{He}$ s parametry

$$\begin{aligned} f(x)_{He} &= a_{He}x + b_{He} \\ a_{He} &= (1,061 \pm 0,004) \\ b_{He} &= (-6,33 \pm 0,03) \end{aligned} \quad (5.17)$$

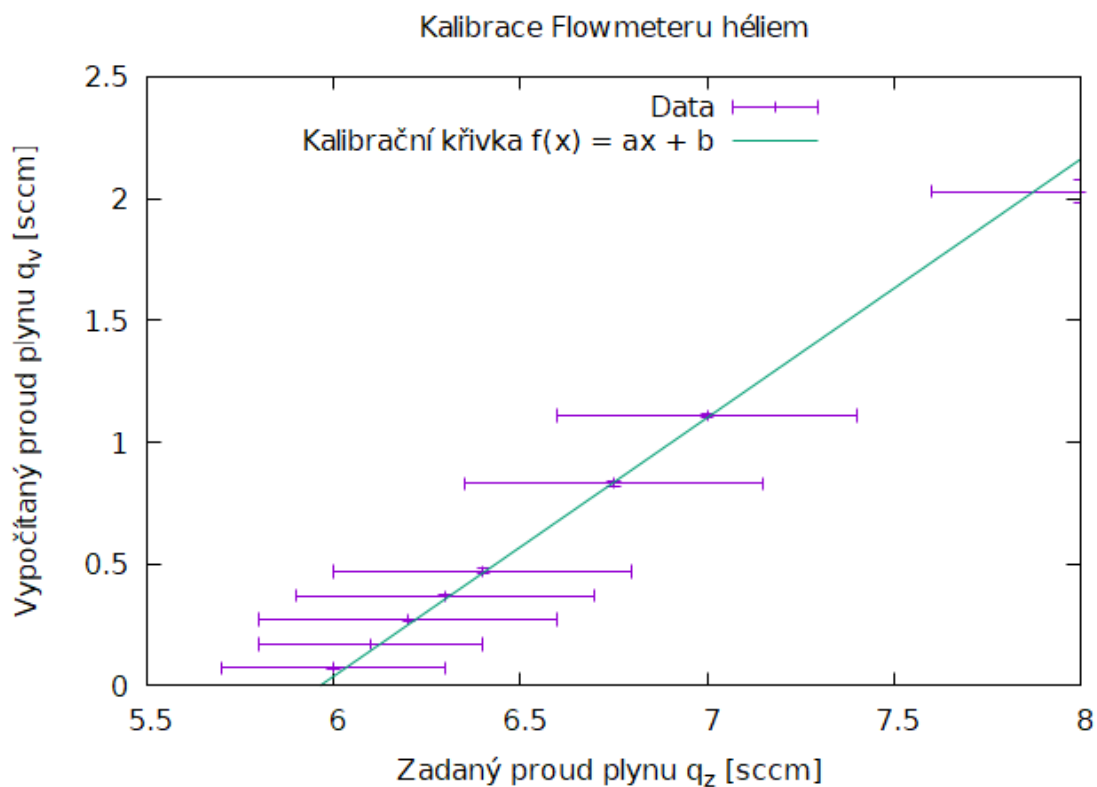
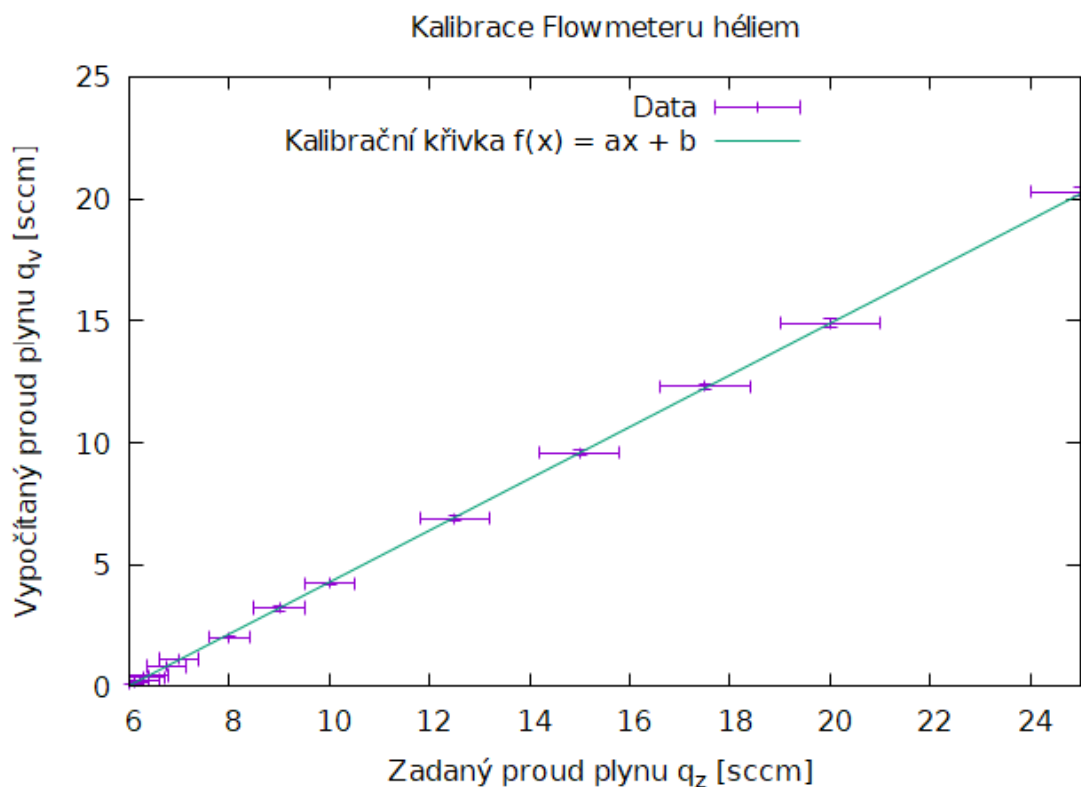
Rovnice pro kalibraci flowmeteru héliem tedy je

$$q_{kalHe} = 1,061q_z - 6,33 \text{ [sccm]} \quad (5.18)$$

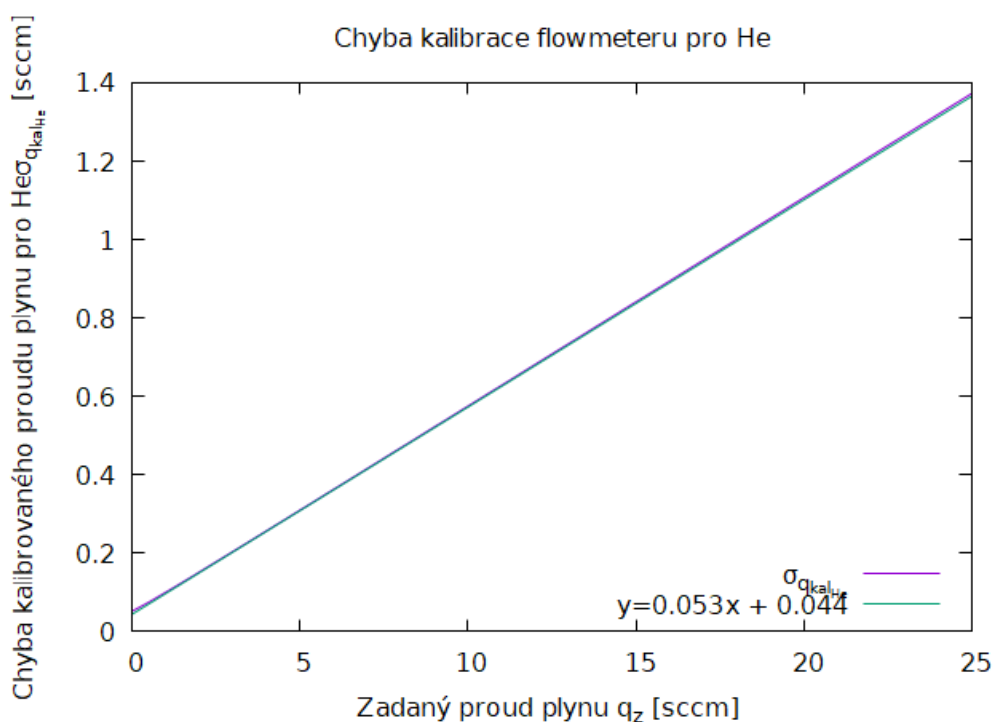
Celková chyba bude vypočítána dle 1.16 s parametry a a b a obdobným způsobem jako při kalibraci vzduchem, tento výsledek aproximujeme pomocí lineární rovnice v rozsahu 0 až 30 sccm jako

$$\begin{aligned} \sigma_{q_{kalHe}} &= \sqrt{(q_z \sigma_{a_{He}})^2 + (a_{He} \sigma_{q_{zHe}})^2 + \sigma_{b_{He}}^2} \\ &= \sqrt{(0,004q_z)^2 + 1,061^2(0,05q_z + 0,04)^2 + 0,03^2} \\ &= \sqrt{2,8 \cdot 10^{-3}q_z^2 + 4,5 \cdot 10^{-3}q_z + 2,7 \cdot 10^{-3}} \\ &\approx 0,05286q_z + 0,0440 \text{ [sccm]} \end{aligned} \quad (5.19)$$

Porovnání vypočítané chyby $\sigma_{q_{kalHe}}$ a její aproximace je na Obr. 5.7. Rozdíl mezi těmito dvěma rovnicemi v rozsahu od 0 do 30 sccm je menší než $0,01\%$.



Obrázek 5.6: Kalibrace flowmeteru héliem. Parametry kalibrační křivky jsou $a = 1,061$ a $b = -6,33$.



Obrázek 5.7: Porovnání funkce pro řádný výpočet chyby $\sigma_{q_{kalHe}}$ podle 5.19 a aproximace této funkce lineární rovnicí. Fialová přímka popisuje $\sigma_{q_{kalHe}} = \sqrt{2,8 \cdot 10^{-3}q_z^2 + 4,5 \cdot 10^{-3}q_z + 2,7 \cdot 10^{-3}}$. Tuto rovnici jsme v rozsahu od 0 do 30 sccm aproximovali lineární rovnicí (zelená přímka) jako $y = 0,052863q_z + 0,04396$.

5.1.7 Shrnutí a diskuze kalibrace flowmeteru

Zkalibrovali jsme flowmeter Mass Flow Controller MKS 1259C s maximálním rozsahem do 20 sccm.

K tomu jsme použili vakuovou měрку MKS Baratron® Type 623B Absolute Pressure Transducer with Trippoint Relays, multimeter Proskit Mk-1710 a kalibrační aparaturu, u které jsme určili její objem i s chybou.

Zadané hodnoty proudu plynu flowmeteru jsme porovnali s hodnotami, které jsme vypočítali podle vzorce $q = V \frac{dp}{dt}$.

Získali jsme kalibrační křivku pro tento flowmeter pro vzduch, vyobrazenou na Obr. 5.4a. Rovnice a chyba této přímky je

$$q_{kal} = 1,036q_z - 4,16 \text{ [sccm]}$$

$$\sigma_{q_{kal}} \approx 0,00575q_z + 0,0429 \text{ [sccm]}$$

kde q_z je zadaný proud plynu a q_{kal} je skutečný, kalibrovaný proud plynu procházející aparaturou.

Výsledné rovnice odpovídají očekáváním. Na flowmeteru se nám nepodařilo nastavit nulovou hodnotu. I když flowmeterem neprocházel žádný plyn, stále nám ukazoval nenulový aktuální proud, který se při měření vzduchem pohyboval okolo 4 sccm.

Dále jsme také vytvořili kalibrační přímku pro tento flowmeter při použití hélia, kdy jsme na flowmeteru již nastavili hélium jako použitý plyn s korekčním faktorem 1,45. Graf je na Obr. 5.6a

Rovnice a chyba této přímky je

$$q_{kal_{He}} = 1,061q_z - 6,33 \text{ [sccm]}$$

$$\sigma_{q_{kal_{He}}} \approx 0,05286q_z + 0,0440 \text{ [sccm]}$$

Konstanta $-6,33$ v kalibrační rovnici pro He by zhruba odpovídala konstantě $-4,16$ u kalibrace vzduchem po přenásobení korekčním faktorem 1,45, i když bychom však očekávali hodnotu blíže 6,03. Tento rozdíl by mohl být zapříčiněn například znečištěním hélia při průchodu aparaturou. Podíváme-li se však do tabulek korekčních faktorů (například na [8]), uvidíme, že pro plyny obvykle obsažené ve vzduchu je korekční faktor menší než 1 ($N_2 = 1,00$, $O_2 = 0,993$), při kontaminaci vzduchem bychom tedy měli naměřit menší číslo.

Naopak nejčastější kontaminant při výrobě hélia je neon, který má korekční faktor 1,46, což by skutečně vedlo k většímu než očekávanému číslu.

Rozdíl naměřené konstanty 6,33 a jejímu očekávání 6,03 je však stále stále zhruba 5 %, což je pokryto naší vypočítanou chybou.

5.2 Kalibrace vakuové měřky PKR-251

Po kalibraci flowmeteru již můžeme kalibrovat vakuový manometr. K dispozici nám byla měřka Pfeiffer Vacuum Compact Full Range Gauge - PKR 251, která pro nižší tlaky používá zabudovanou ionizační měřku a pro vyšší tlaky Piraniho.

V kalibraci budeme porovnávat hodnoty, které nám ukazuje tato měřka, s hodnotami vypočítanými pomocí upraveného vzorce dle 3.8 na

$$p(t) = \frac{q}{V}t$$

kde q je proud plynu proudící do aparatury, V je celkový objem aparatury a t je čas.

Aparaturu jsme použili stejnou jako pro kalibraci flowmeteru s tím rozdílem, že jsme vyměnili Baratron za měřku, kterou chceme kalibrovat, tedy PKR 251.

Touto výměnou se nám změní obsah aparatury, ve vzorci 5.3 dosadíme místo $6,3 \text{ cm}^3$ 20 cm^3 (uvedenou v manuálu výrobce), tedy nový objem bude

$$V = (275 \pm 3) \text{ ml} \quad (5.20)$$

kdy chybu σ_V ponecháme stejnou jako v minulém měření.

Flowmeteru jsme zadali proud plynu q_z v sccm, který jsme podle dříve zjištěné kalibrační rovnice 5.13 převedli na skutečný proud plynu q_{kal} s chybou $\sigma_{q_{kal}}$.

Měření jsme opět zaznamenávali pomocí videozáznamu s chybou času $\sigma_t = 1 \text{ s}$.

První komplikace, na kterou jsme narazili, byla nutnost nechat flowmeter na počátku měření ustálit, abychom získali konzistentní měření (viz. počátky grafů např. na Obr. 13). Na tento problém jsme již narazili v dřívějších měřeních a řešili jsme ho tak, že jsme použili až měření od 1. minuty. Zde by však tento postup nebyl vhodný, jelikož by se nepřesně měřil počátek času.

Postup měření byl tedy následující:

Měli jsme otevřený ventil vedoucí k atmosféře a na flowmeteru jsme nastavili proud plynu. Zároveň jsme nechali otevřený ventil vedoucí k vakuové vývěvě. Tímto způsobem nám do aparatury jak přicházel, tak i odcházel proud plynu a tlak v aparatuře se po dosažení rovnováhy ustálil na p_{min} .

V tomto stavu jsme nechali aparaturu tak dlouho, než se flowmeter ustálil. Poté jsme co nejrychleji zavřeli ventil k vakuové vývěvě a začali jsme měření.

Tato metoda by nebyla vhodná, pokud bychom chtěli proměřovat kalibrační křivku pro nižší rozsahy např. pod 1 Pa, jelikož nejnižší bod měření závisí na p_{min} . p_{min} můžeme buď snížit nastavením menšího proudu flowmeteru nebo připojením výkonnější pumpy.

V našem případě jsme však prováděli kalibraci pro vyšší tlaky od 10 Pa k atmosféře, tato metoda nám tedy byla postačující.

5.2.1 Měření tlaku

Měřili jsme změnu tlaku v čase. Měřka Pfeiffer Vacuum Compact Full Range Gauge - PKR 251 již přímo udává hodnoty tlaku v pascálech, nebylo tedy nutné měřené hodnoty nijak převádět. Ve výpočtu jsme zanedbali jakékoli příspěvky od parazitních jevů, jako například natékání netěsnostmi, jelikož v porovnání s měřenými hodnotami ($> 10 \text{ Pa}$) jsou zanedbatelné.

Tato měřka je schopná měřit v rozmezí od $5 \cdot 10^{-9}$ do 1000 hPa a dle manuálu má v rozmezí $1 \cdot 10^{-8} - 100$ hPa chybu 30 %. Pro vyšší tlaky chyba není udána, budeme tedy zatím předpokládat stejnou chybu.

Máme-li tedy měřený tlak $p_{m\ddot{e}r}$, jeho chyba bude pro náš rozsah

$$\sigma_{p_{m\ddot{e}r}} = 0,3 \cdot p_{m\ddot{e}r} \quad (5.21)$$

Vypočítaný tlak p_{vyp} získáme pomocí vzorce 3.8, nejdříve však musíme převést zadaný proud q z jednotek sccm na Pa·l/s pomocí převodního vztahu (viz. Tab. 1.3).

$$q = 1,69q \text{ [sccm; Pa·l/s]} \quad (5.22)$$

Kompletní vzorec pro výpočet tlaku p_{vyp} tedy bude

$$p_{vyp}(t) = \frac{q_{kal} \cdot 1.69}{V} t = \frac{(1.036q_z - 4.16) \cdot 1.69}{V} t \text{ [Pa/s; sccm, l, s]} \quad (5.23)$$

kde $q_{kal} = (1,036q_z - 4,16)$ [sccm] je kalibrovaný proud plynu, podle kalibrační křivky pro vzduch (viz. 5.1.7), q_z je proud plynu zadaný na flowmetru v jednotkách sccm, V je objem a t je čas.

Chyba tohoto vypočítaného tlaku bude podle vzorce 1.16

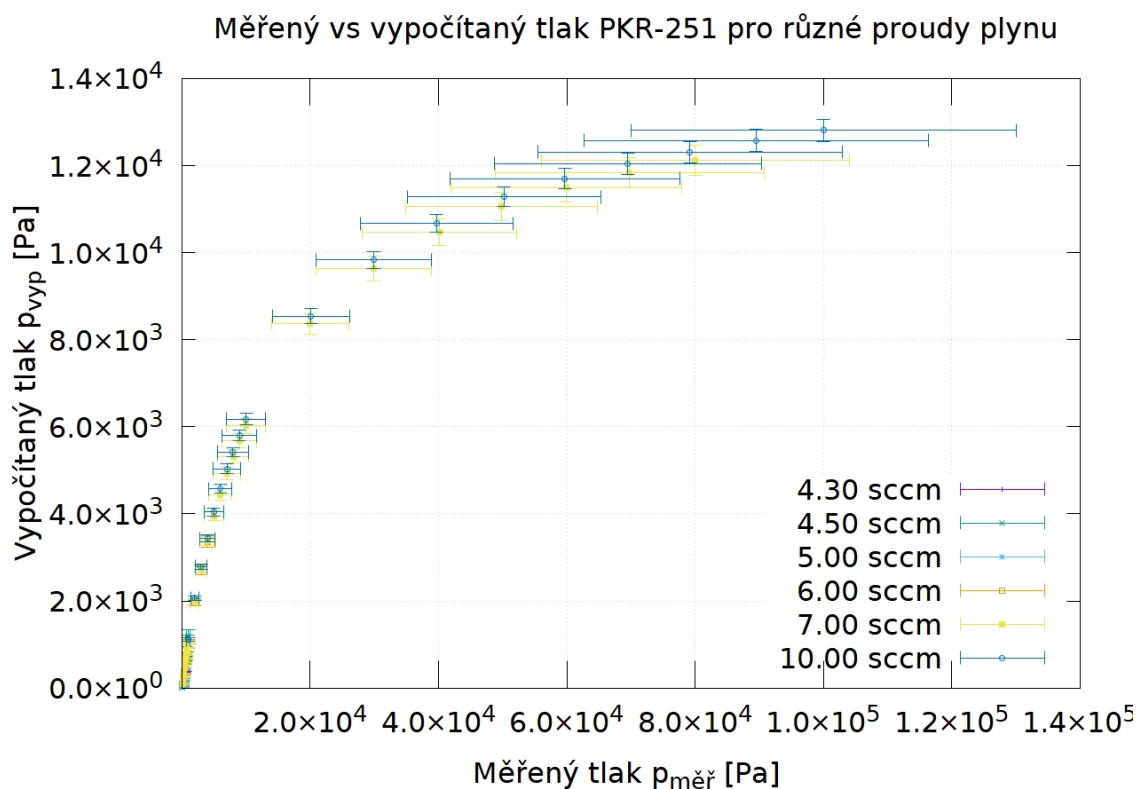
$$\sigma_{p_{vyp}} = 1,69 \sqrt{\left(\frac{t}{V}\right)^2 \sigma_{q_{kal}}^2 + \left(\frac{-q_{kal}t}{V^2}\right)^2 \sigma_V^2 + \left(\frac{q_{kal}}{V}\right)^2 \sigma_t^2} \quad (5.24)$$

Měření jsme prováděli několikrát a to při zadání proudu plynu $q_z = 4,30$ sccm až po 10 sccm. Tímto způsobem jsme si ověřili, že rovnice 5.23 bude platit pro jakýkoli zvolený proud a zároveň jsme rychleji a přesněji prozkoumali celý rozsah křivky. Pro nižší hodnoty v grafu se nám vyplatilo zadat nižší q_z , jelikož jsme se tak dostali na nižší p_{min} a pro vyšší rozsah bylo výhodnější použít vyšší proud, jako třeba 10 sccm, jelikož se aparatura plnila rychleji a měření nezabíralo tolik času.

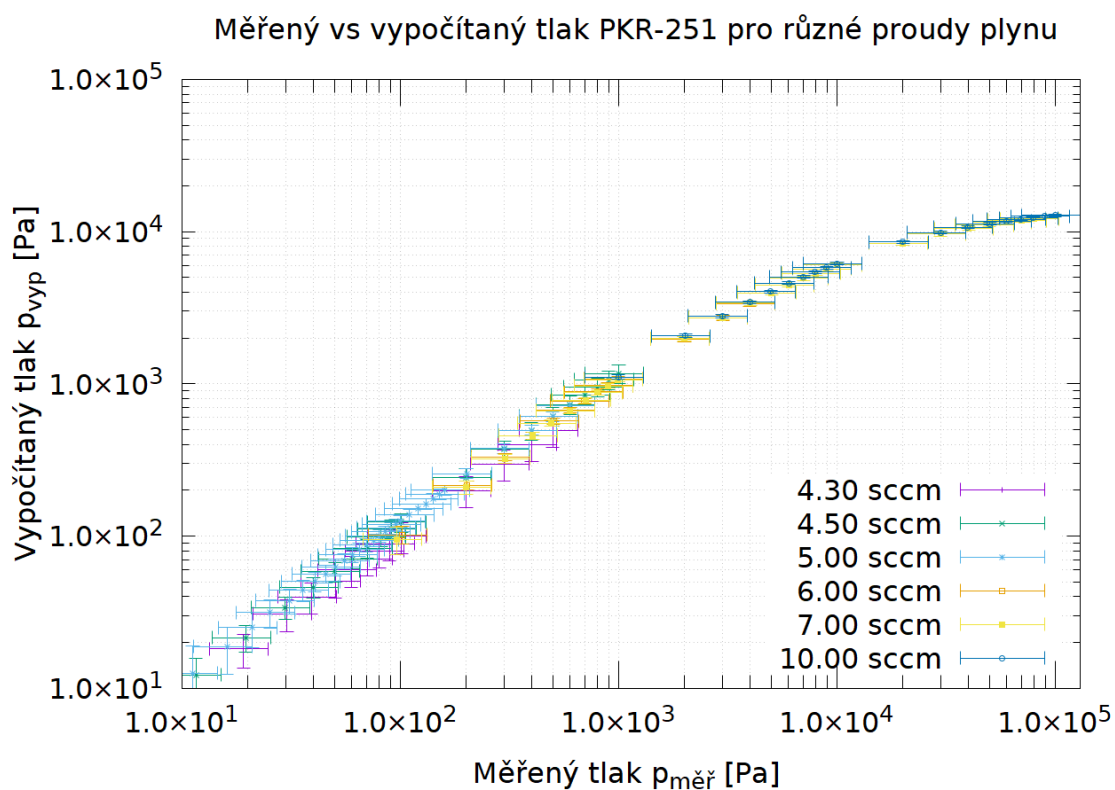
Jelikož jsme proměřovali široký rozsah, předpokládali jsme, že výsledný graf bude v logaritmickém měřítku.

Abychom mohli provést co nejpřesnější kalibraci, prováděli jsme měření pro hodnoty tlaků $p = 1,2,3,4,5\dots,9, 10,20,30,\dots,100,200\dots$. Každé toto měření tlaku $p_{m\ddot{e}r}$ mělo vlastní chybu 30%. Grafy jednotlivých měření tlaků v čase jsou v příloze C na Obr. 51 až 56. V těchto grafech jsou zaznamenány jak skutečně naměřené hodnoty tlaků $p_{m\ddot{e}r}$, tak příslušné vypočítané p_{vyp} .

Na Obr. 5.8a a Obr. 5.8b jsou společně zobrazeny naměřené a vypočítané hodnoty tlaků pro jednotlivá měření a jejich chyby. Jak je z grafů vidět, zhruba do 5 000 Pa mají body v logaritmickém měřítku téměř lineární závislost. V tomto rozsahu se rozdíl mezi naměřeným a vypočítaným tlakem skutečně drží do 30 %. Pro vyšší tlaky však tento rozdíl prudce roste a u konečné naměřené hodnoty zhruba 70 000 Pa je odchylka až 500 %.



(a) Lineární škála



(b) Logaritmická škála

Obrázek 5.8: Porovnání naměřených $p_{měř}$ a vypočítaných tlaků p_{vyp} pro různé proudy plynu. V grafu (a) je použita lineární škála, v (b) je logaritmická. Vypočítaný tlak p_{vyp} je dle 5.23 a chyby $\sigma_{p_{měř}}$, $\sigma_{p_{vyp}}$ jsou vypočítány podle 5.21 a 5.24.

5.2.2 Kalibrační křivka pro vakuovou měřku PKR-251

Z naměřených hodnot jsme pomocí 1.17 vypočítali vážený průměr a podle 1.18 jeho chybu (data jsou v příloze C, Tab. 5). Tímto jsme zkombinovali několik měření do jedné kalibrační křivky, porovnání této křivky s ostatními body je na Obr. 5.9a a na Obr. 5.9b

Samotná křivka je na Obr. 5.10a a na 5.10b.

Jak je z grafu vidět, vztah mezi $p_{měř}$ a p_{vyp} se nedá popsat triviální rovnicí. Můžeme se o to pokusit v oblasti od 10 do 5000 Pa, kdy je rozdíl mezi měřenou a vypočítanou hodnotou tlaku ještě v přijatelných mezích chyby.

Budeme fitovat rovnicí $f(x) = a + bx^n$, jelikož v logaritmickém měřítku body nejlépe sledují lineární závislost. Využijeme znovu program Gnuplot, abychom získali parametry fitu. Výsledná křivka je na Obr. 5.11 a její parametry jsou

$$\begin{aligned} f(x) &= a + kx^n \\ a &= (-12 \pm 2) \\ k &= (2, 14 \pm 0, 16) \\ n &= (0, 90 \pm 0, 01) \end{aligned} \quad (5.25)$$

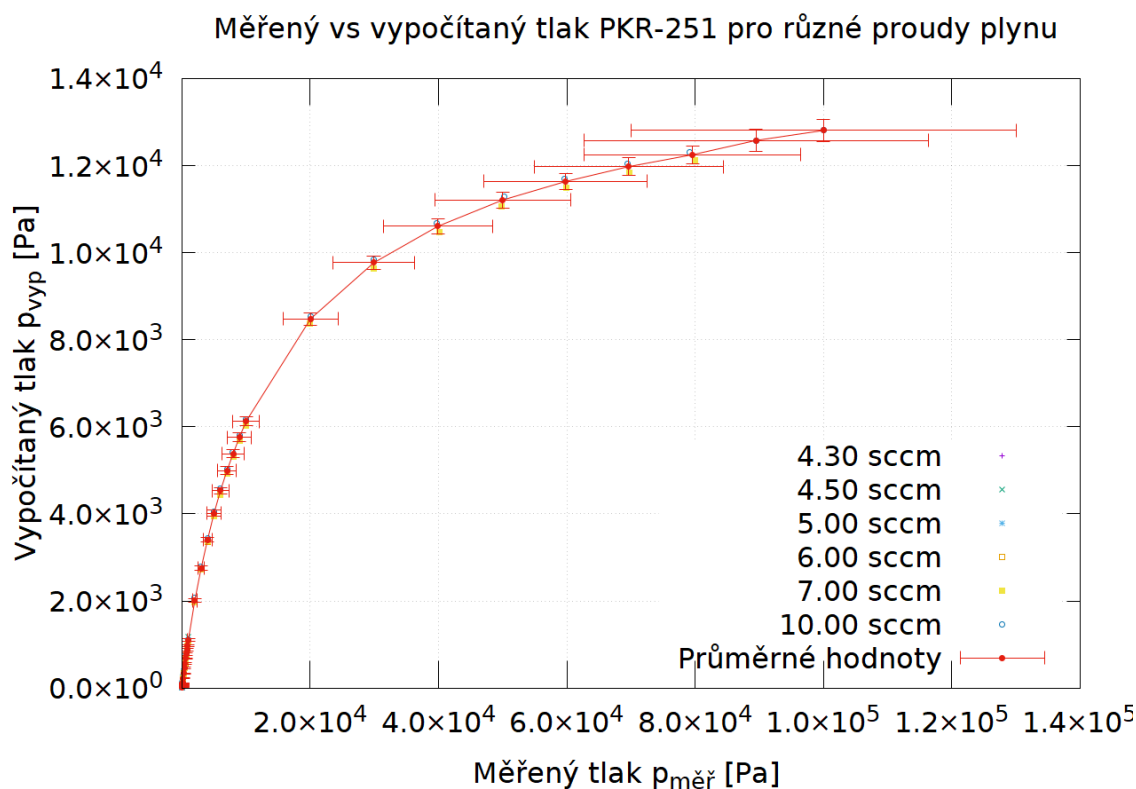
Rovnice pro kalibraci PKR-251 mezi 10-5000 Pa, tedy bude

$$p_{kal} = -12 + 2, 14p_{měř}^{0,90} \text{ [Pa]} \quad (5.26)$$

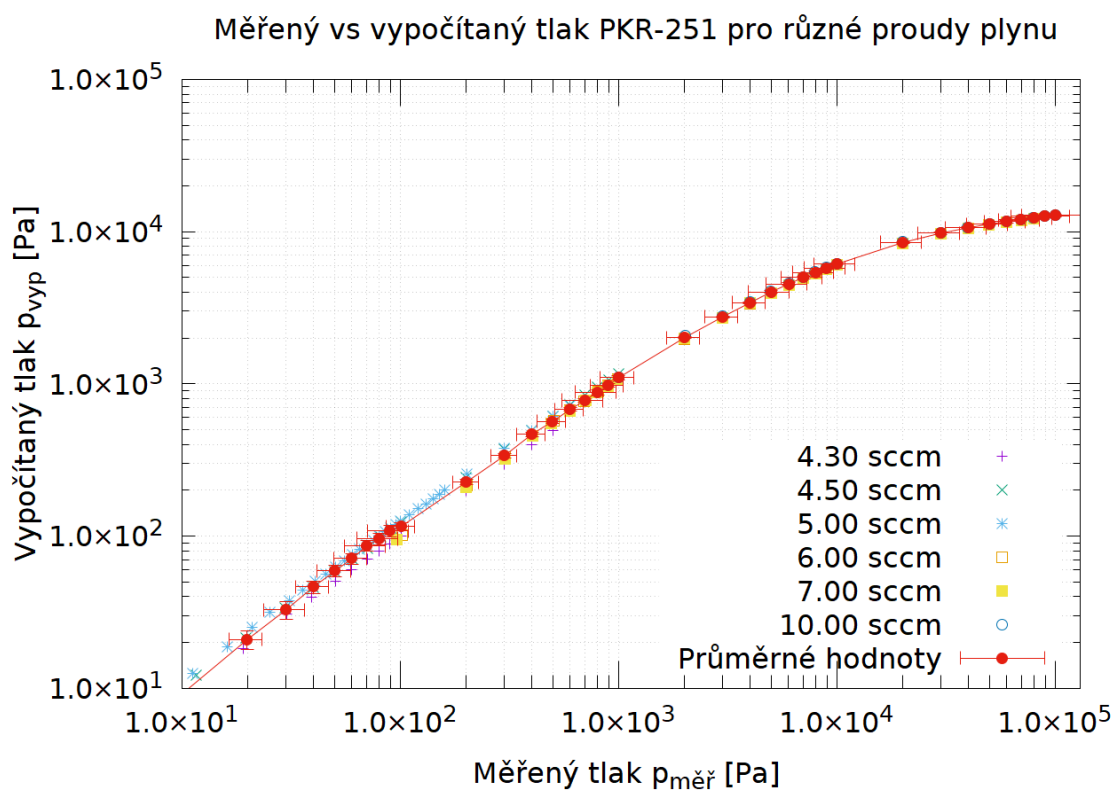
a celková chyba bude dle 1.16. Tuto rovnici poté můžeme aproximovat lineární rovnicí jako

$$\begin{aligned} \sigma_{p_{kal}} &= \sqrt{\sigma_a^2 + (p_{měř}^n \cdot \sigma_k)^2 + (k \cdot n \cdot p_{měř}^{n-1} \cdot \sigma_{p_{měř}})^2 + (k \cdot p_{měř}^n \cdot \ln(p_{měř}) \cdot \sigma_n)^2} \\ \sigma_{p_{kal}} &= \sqrt{2^2 + (p_{měř}^{0,90} \cdot 0, 16)^2 + (2, 14 \cdot 0, 90 \cdot p_{měř}^{0,90-1} \cdot 0, 3p_{měř})^2 + (2, 14 \cdot p_{měř}^{0,90} \ln(p_{měř}) \cdot 0, 01)^2} \\ \sigma_{p_{kal}} &\approx 0, 269p_{měř} + 20 \text{ [Pa]} \end{aligned} \quad (5.27)$$

Graf porovnání plné rovnice pro $\sigma_{p_{kal}}$ a její aproximace lineární rovnicí je na Obr. 5.12. Tato aproximace není vhodná pro nízké $p_{měř}$, jelikož rozdíl mezi řádně vypočítanou chybou a aproximací je více než 100 %. Tuto aproximaci můžeme použít pro tlaky zhruba od 100 do 5000 Pa, kdy odchylka od řádně vypočítané hodnoty je menší než 7 %.

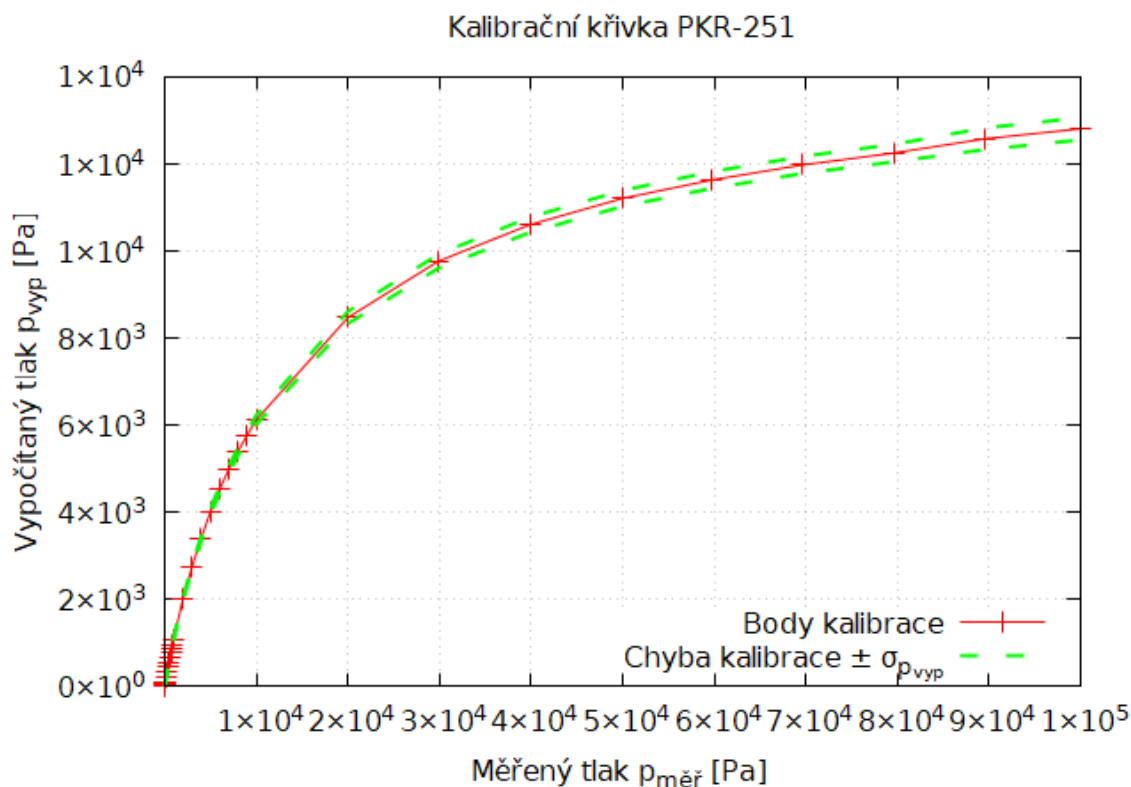


(a) Lineární škála

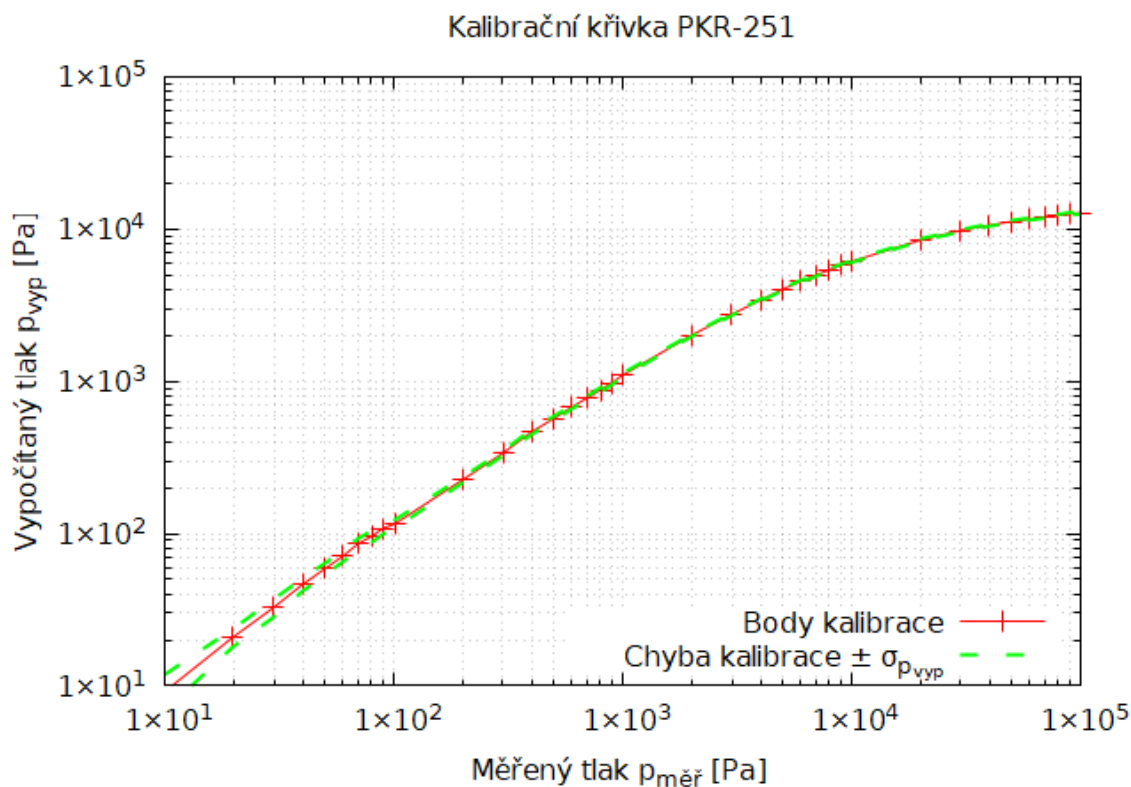


(b) Logaritmická škála

Obrázek 5.9: Porovnání naměřených $p_{měř}$ a vypočítaných tlaků p_{vyp} pro různé proudy plynu. Z těchto dat byla podle 1.17 vypočítána průměrná hodnota a její chyba podle 1.18. Body průměrné hodnoty jsou spojeny spojnicí. Data jsou v Tab. 5.

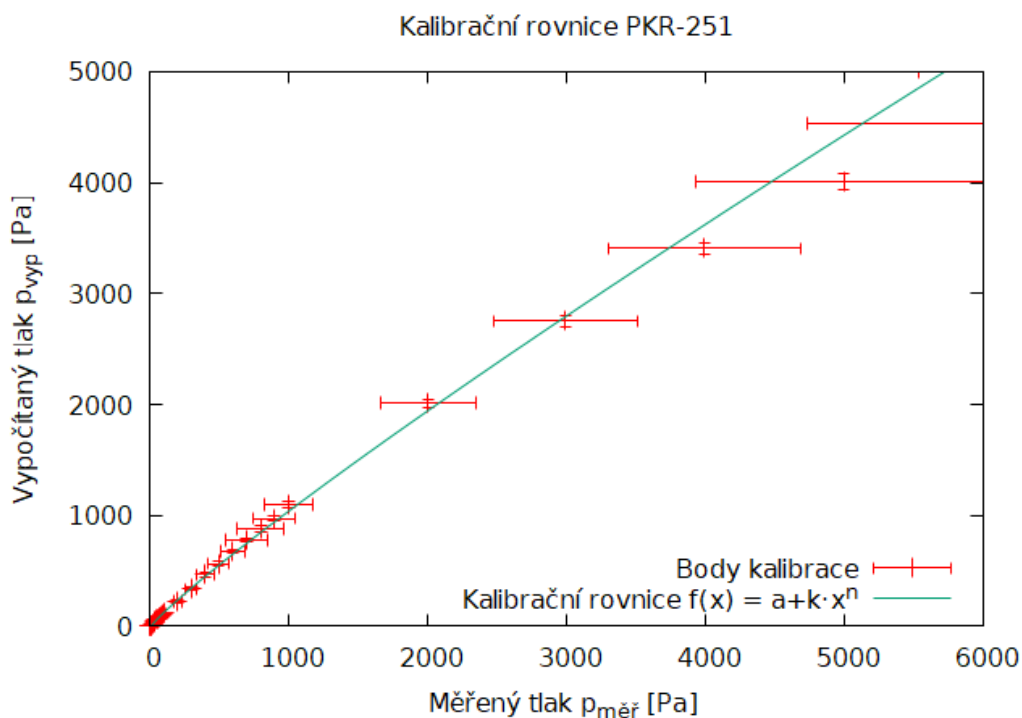


(a) Lineární škála

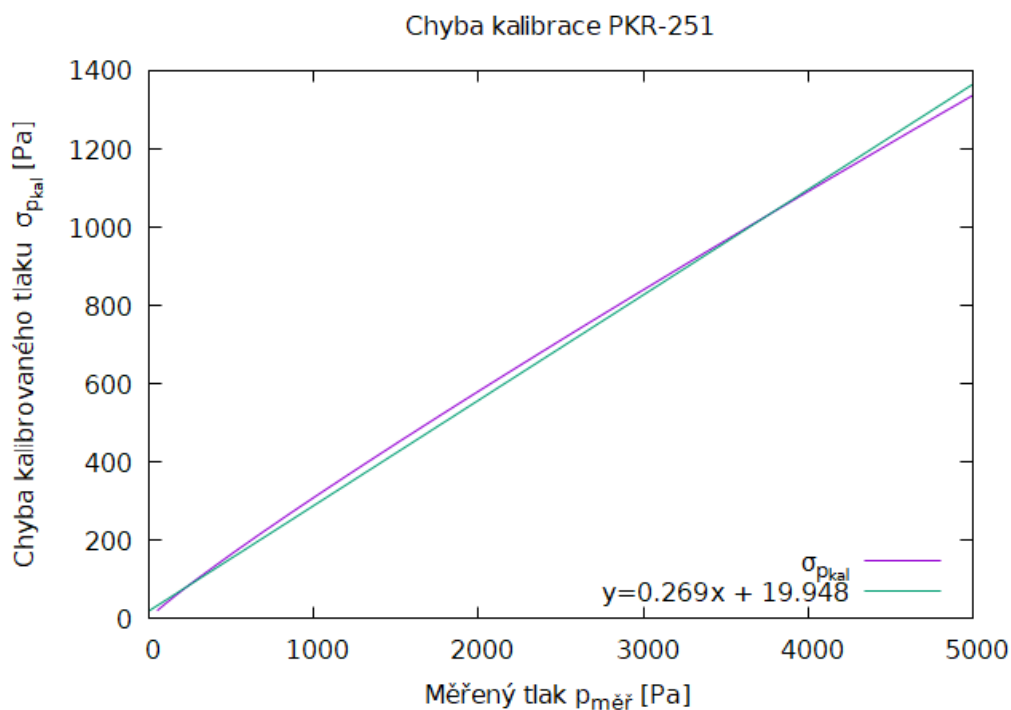


(b) Logaritmická škála

Obrázek 5.10: Kalibrační křivka pro vakuovou měrku PKR-251 z dat v Tab. 5. Body jsou spojeny spojnící.



Obrázek 5.11: Kalibrační křivka pro měrku PKR-251. Data jsou v Tab. 5, Kalibrační rovnice je $f(x) = a + kx^n$, kde $a = -12$, $k = 2,14$ a $n = 0,904$. Fitováno pro hodnoty $p_{\text{měř}} = 10 - 5000$ Pa.



Obrázek 5.12: Rovnice pro výpočet chyby kalibrace vakuové měrky PKR-251 $\sigma_{p_{\text{kal}}} = \sqrt{2^2 + (p_{\text{měř}}^{0,90} \cdot 0,16)^2 + (2,14 \cdot 0,90 \cdot p_{\text{měř}}^{0,90-1} \cdot 0,3p_{\text{měř}})^2 + (2,14 \cdot p_{\text{měř}}^{0,90} \ln(p_{\text{měř}}) \cdot 0,01)^2}$. Tuto rovnici jsme v rozsahu od 100 do 5000 Pa aproximovali lineární rovnicí jako $y = 0,269p_{\text{měř}} + 20$.

5.3 Závěr praktického experimentu

Dle návrhu experimentu jsme sestavili aparaturu sloužící ke kalibraci flowmeteru Mass Flow Controller MKS 1259C s maximálním rozsahem do 20 sccm, a následně také ke kalibraci vakuové měřky Pfeiffer Vacuum Compact Full Range Gauge - PKR 251.

Proud plynu jsme vypočítali dle vzorce

$$q = V \frac{dp}{dt}$$

Určili jsme objem této aparatury a následně provedli měření pro různé zadané proudy plynu q_z , které jsme poté porovnali s vypočteným proudem plynu q_v .

Z těchto dat jsme sestavili kalibrační rovnici pro tento flowmeter při použití vzduchu jako

$$q_{kal} = 1,036q_z - 4,16 \text{ [sccm]}$$

$$\sigma_{q_{kal}} \approx 0,00575q_z + 0,0429 \text{ [sccm]}$$

kde q_z je proud plynu zadaný flowmeteru, q_{kal} je skutečný, kalibrovaný proud plynu a $\sigma_{q_{kal}}$ je chyba tohoto kalibrovaného proudu, vše v jednotkách sccm.

Graf této přímky je na Obr. 5.4a a 5.4b.

Poté jsme zkalibrovali tento flowmeteru vůči héliu. Kalibrační rovnice pro He je

$$q_{kal_{He}} = 1,061q_z - 6,33 \text{ [sccm]}$$

$$\sigma_{q_{kal_{He}}} \approx 0,05286q_z + 0,0440 \text{ [sccm]}$$

kde $q_{kal_{He}}$ je proud plynu zkalibrovaný vůči He a $\sigma_{q_{kal_{He}}}$ je chyba tohoto kalibrovaného proudu, vše v jednotkách sccm.

Graf této přímky je na Obr. 5.6a a 5.6b.

Tento zkalibrovaný flowmeter jsme poté použili ke kalibraci vakuové měřky PKR-251.

Tlak jsme vypočítali pomocí vzorce

$$p(t) = \frac{q}{V}t$$

Několika měřeními jsme porovnali měřený tlak $p_{měr}$ s tlakem vypočítaným p_{vyp} a získali jsme kalibrační křivku zobrazenou na Obr. 5.10a a 5.10b.

Závislost mezi hodnotami tlaku indikovanými na měrci $p_{měr}$ a vypočítaným tlakem p_{vyp} není triviální. Pokusili jsme se však o připlížení pomocí rovnice $f(x) = a + bx^n$ a to v rozmezí pro tlaky od 10 do 5000 Pa.

V této oblasti bude kalibrační rovnice pro měрку PKR-251

$$p_{kal} = -12 + 2,14 \cdot p_{měr}^{0,90} \text{ [Pa]}$$

a její aproximace chyby, použitelné v rozmezí od 100 do 5000 Pa je

$$\sigma_{p_{kal}} \approx 0,269p_{měr} + 20 \text{ [sccm]}$$

kde takto vypočítaná chyba se liší od řádně vypočítané chyby dle 5.27 maximálně o 7 %.

Závěr

V této práci jsme prozkoumali různé možnosti kalibrace vakuových měrek.

V rámci návrhu experimentu jsme podrobně porovnali různé metody kalibrace, které by byly vhodné pro vědecké pracoviště tokamak COMPASS. Z tohoto porovnání jsme vytvořili dva návrhy možné kalibrační aparatury, jedna využívající metody postupného vzrůstu tlaku v čase, a druhá využívající metody dynamické expanze.

U návrhu využívající metodu dynamické expanze jsme probrali možné komplikace a jejich možná řešení. Tato aparatura by byla vhodnější pro dlouhodobý provoz na pracovišti tokamak COMPASS, z technický a časových důvodů jsme však tento návrh nerealizovali.

Návrh využívající metodu postupného vzrůstu tlaku jsme realizovali a sestavili jsme aparaturu využitelnou jak pro kalibraci flowmeteru, tak pro kalibraci dostupné vakuové měrky.

Kalibraci flowmeteru Mass Flow Controller MKS-1259C jsme provedli jak pro vzduch, tak pro hélium, a stanovili jsme jejich kalibrační rovnice, společně s chybou. Výsledné hodnoty byli v rámci našich očekávání.

Tento kalibrovaný flowmeter jsme poté využili pro kalibraci vakuové měrky Pfeiffer Vacuum Compact Full Range Gauge - PKR 251 a sestrojili jsme kalibrační křivku pro tuto měrku. Zjistili jsme, že chyba udána výrobcem pro daný rozsah platí a zároveň jsme proměřili chybu mimo tento udaný rozsah. Pro rozsah tlaků od 100 do 5000 Pa jsme určili kalibrační rovnici a její chybu.

Pokud bychom chtěli rozšířit možnosti naší současné aparatury, autor práce navrhuje zvětšit objem kalibrační komory a upravit aparaturu tak, aby byla schopna vypékání. Těmito úpravami budeme schopni dostat se k nižším tlakům a provést kalibrace pro vyšší vakuum.

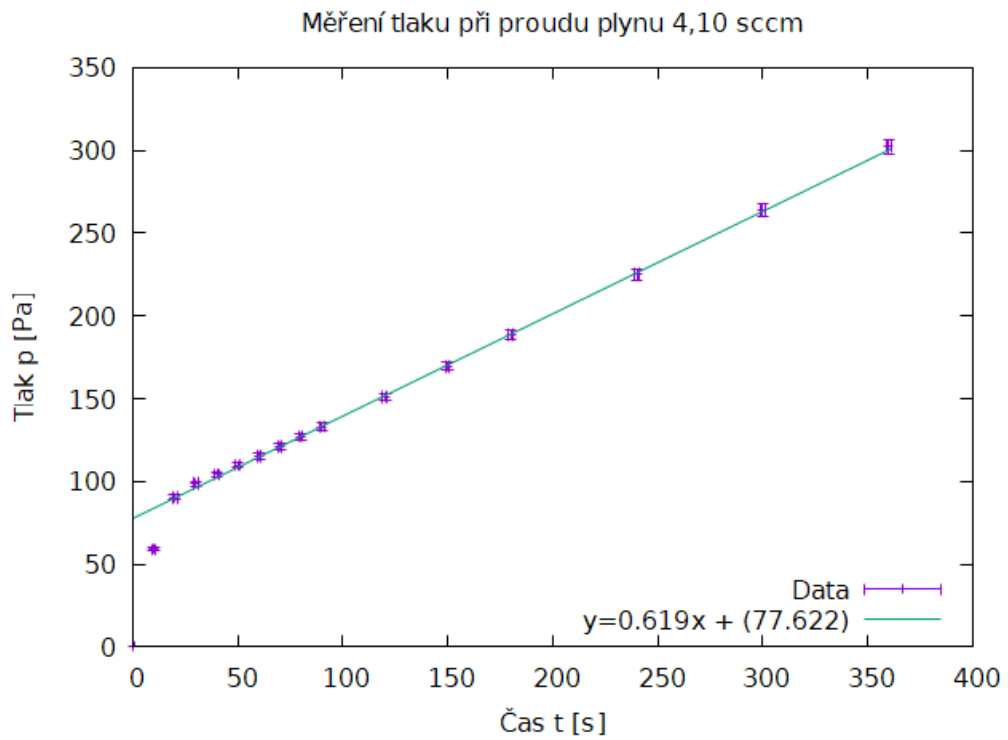
Bibliografie

1. VACUUM, Pfeiffer. *Definition of vacuum*. 2022. Dostupné také z: <https://www.pfeiffer-vacuum.com/en/know-how/introduction-to-vacuum-technology/fundamentals/definition-of-vacuum/>. [Online; navštíveno 1.07.2022].
2. JOUSTEN, Karl. *Handbook of Vacuum Technology*. Wiley-VCH Verlag, 2016.
3. VACUUM, Pfeiffer. *pV throughput*. 2022. Dostupné také z: <https://www.pfeiffer-vacuum.com/en/know-how/introduction-to-vacuum-technology/fundamentals/pv-throughput/>. [Online; navštíveno 1.07.2022].
4. KRÁL, Jaroslav. *Cvičení z vakuové techniky*. České vysoké učení technické, 2015. ISBN 978-80-01-05691-2.
5. DOROTHY M. HOFFMAN John H. Thomas, Bawa Singh. *Handbook of vacuum science and technology*. Academic Press, 1998. ISBN 978-0-12-352065-4. Dostupné z DOI: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-352065-4.X5040-8>.
6. CHAMBERS, Austin. *Modern Vacuum Physics*. CRC Press, 2004. ISBN 9780849324383.
7. KUZ'MIN, VV. Development of pressure-time dependence methods for the calibration of vacuum gauges: a review. *Vacuum*. 1995, roč. 46, č. 3, s. 251–264. ISSN 0042-207X. Dostupné z DOI: [https://doi.org/10.1016/0042-207X\(94\)00055-7](https://doi.org/10.1016/0042-207X(94)00055-7).
8. INSTRUMENTS, MKS. *Gas Correction Factors for Thermal-based Mass Flow*. 2022. Dostupné také z: <https://www.mks.com/n/gas-correction-factors-for-thermal-based-mass-flow-controllers>. [Online; navštíveno 1.07.2022].
9. BERMAN, A. Vacuum gauge calibration by the static method. *Vacuum*. 1979, roč. 29, č. 11, s. 417–425. ISSN 0042-207X. Dostupné z DOI: [https://doi.org/10.1016/S0042-207X\(79\)80890-8](https://doi.org/10.1016/S0042-207X(79)80890-8).
10. ŘEPA, Petr; GRONYCH, Tomáš; PEKSA, Ladislav. *Závěrečná zpráva o plnění úkolu PRM M/III/14/07 Primární etalon UHV (1.etapa)*. Univerzita Karlova v Praze Matematicko-fyzikální fakulta, 2007.
11. JOUSTEN, Karl. Gauges for fine and high vacuum. *CAS 2006 - CERN Accelerator School: Vacuum in Accelerators, Proceedings*. 2007.
12. SLAVÍČEK, Pavel; ŠTĚPÁNOVÁ, Vlasta; KELAR, Jakub. *Vakuová fyzika 1*. Masarykova univerzita, 2016. ISBN 978-80-210-8473-5. Dostupné také z: <https://munispace.muni.cz/library/catalog/view/855/2701/567-1/#preview>.
13. HOWARTH, Preben; REDGRAVE, Fiona. *Metrology - in short*. 3. vyd. Danish Fundamental Metrology, 2008.

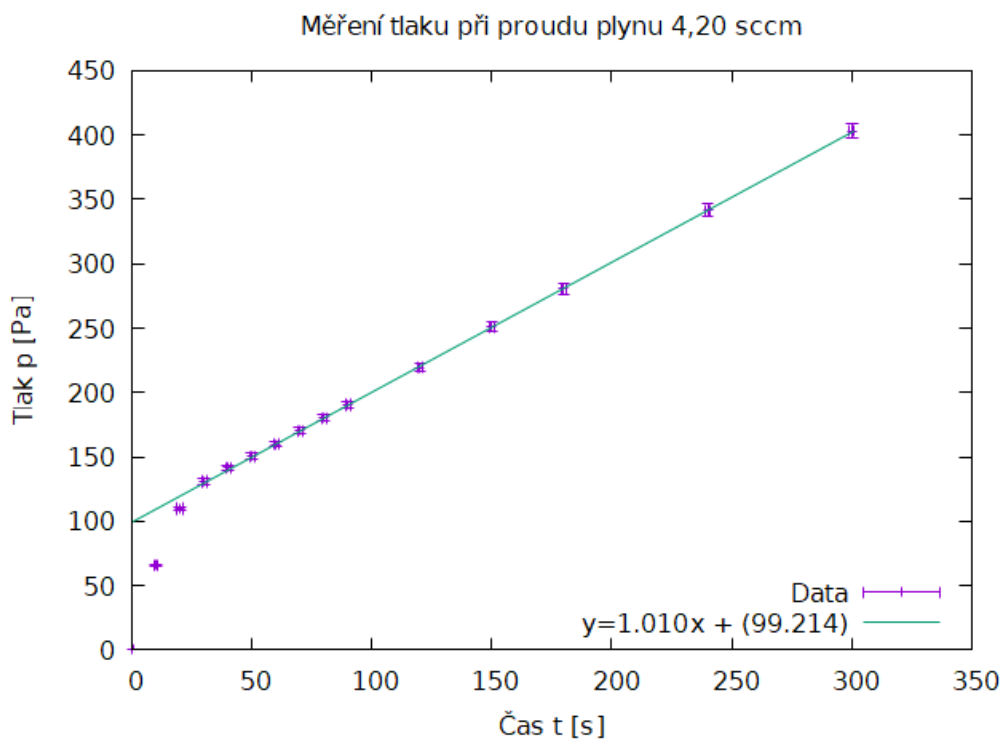
14. CHALOUPKA, Petr. *Základy fyzikálních měření*. FJFI ČVUT, Praha, 2019. Dostupné také z: <https://people.fjfi.cvut.cz/chalopet/ZFM/ZFM.pdf>. [Online; navštíveno 1.7.2022].
15. UMRATH, Walter. *Fundamentals of Vacuum Technology*. 1998.
16. JOUSTEN, Karl. Calibration of Total Pressure Gauges in the UHV and XHV Regions. *SHINKU*. 1994, roč. 37, č. 9, s. 678–685. Dostupné z DOI: 10.3131/jvsj.37.678.
17. BELLO, Igor. *Vacuum and ultravacuum: Physics and technology*. CRC Press, 2018.
18. WIKIPEDIE. *Tlak — Wikipedie: Otevřená encyklopedie*. 2022. Dostupné také z: <https://cs.wikipedia.org/w/index.php?title=Tlak&oldid=21354913>. [Online; navštíveno 1.07.2022].
19. WIKIPEDIE. *Měření tlaku — Wikipedie: Otevřená encyklopedie*. 2021. Dostupné také z: https://cs.wikipedia.org/w/index.php?title=M%C4%5C%9B%C5%5C%99en%C3%5C%AD_tlaku&oldid=20332168. [Online; navštíveno 2.07.2022].
20. VACUUM, Pfeiffer. *Conductance*. 2022. Dostupné také z: <https://www.pfeiffer-vacuum.com/en/know-how/introduction-to-vacuum-technology/fundamentals/conductance/>. [Online; navštíveno 25.06.2022].
21. VACUUM, Pfeiffer. *Mean free path*. 2022. Dostupné také z: <https://www.pfeiffer-vacuum.com/en/know-how/introduction-to-vacuum-technology/fundamentals/mean-free-path/>. [Online; navštíveno 1.07.2022].

Přílohy

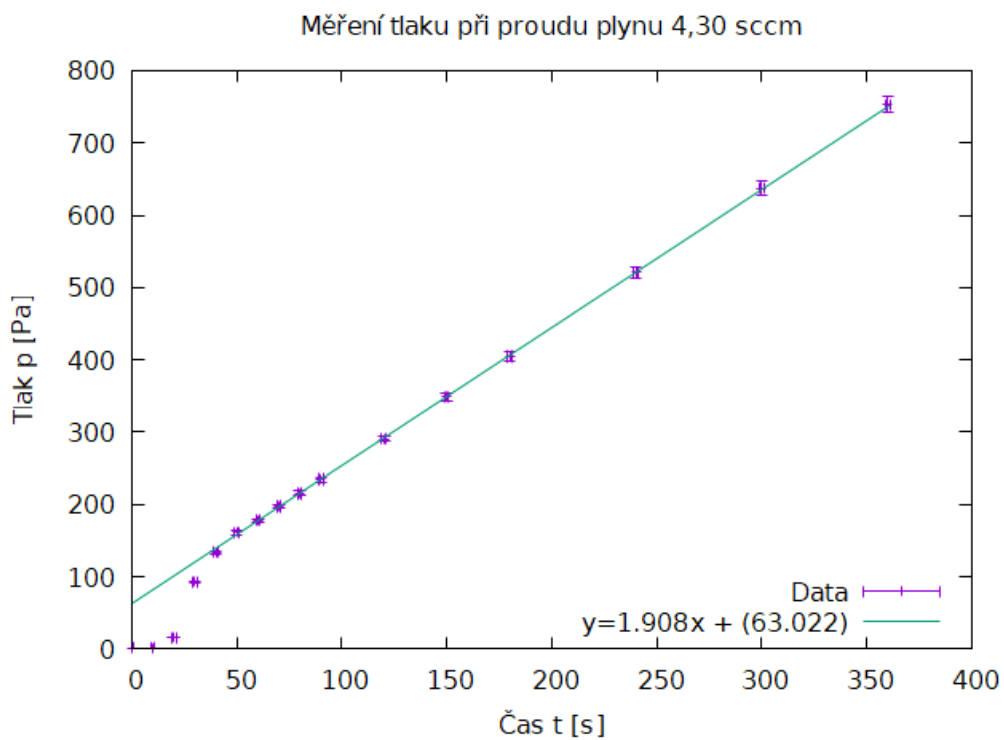
A Grafy jednotlivých měření pro kalibraci flow-meteru vzduchem



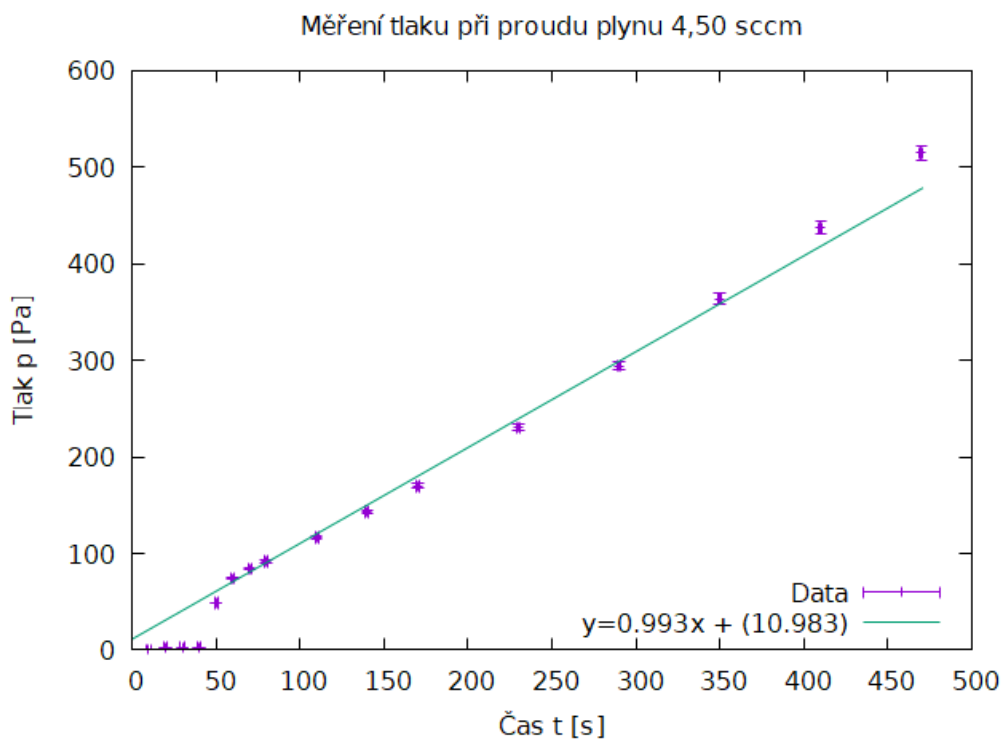
Obrázek 13: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



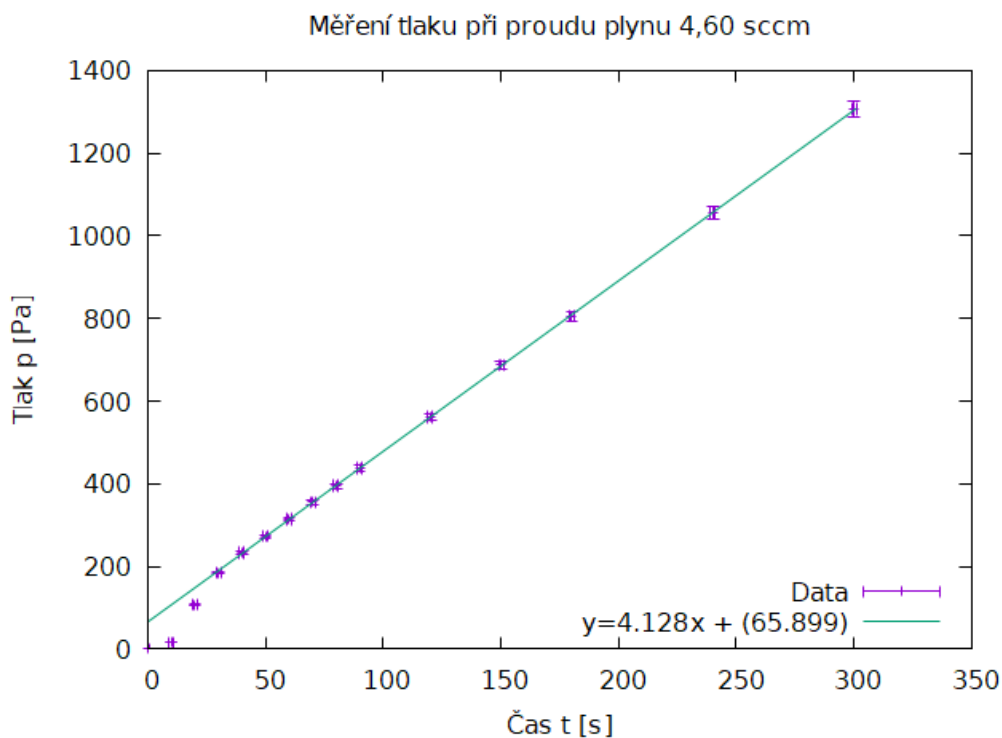
Obrázek 14: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



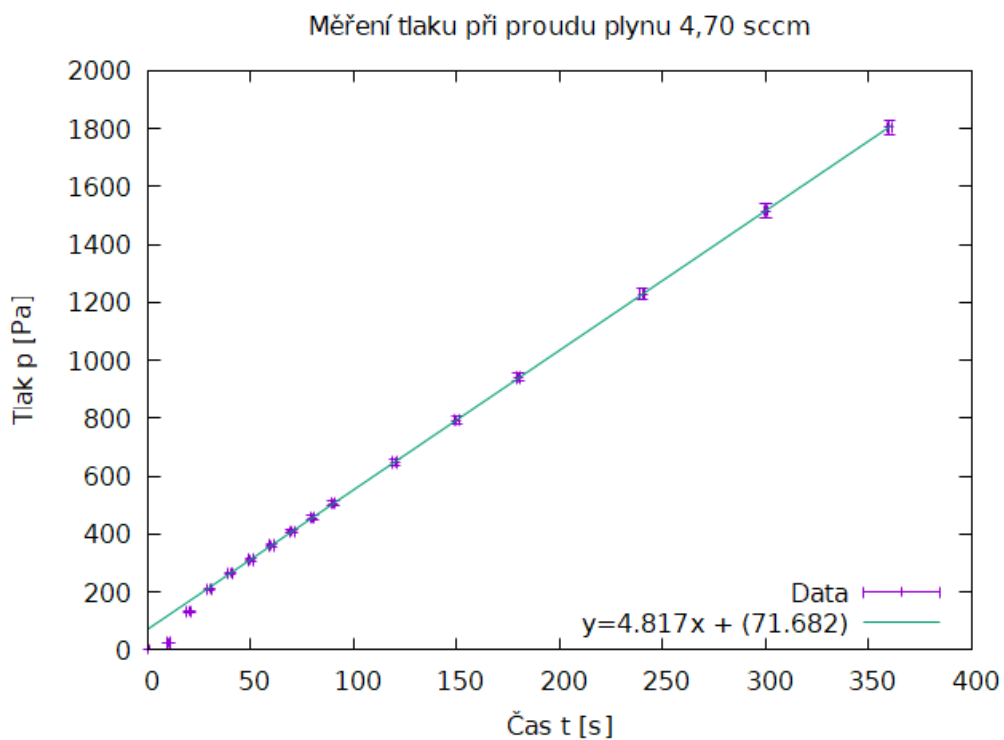
Obrázek 15: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



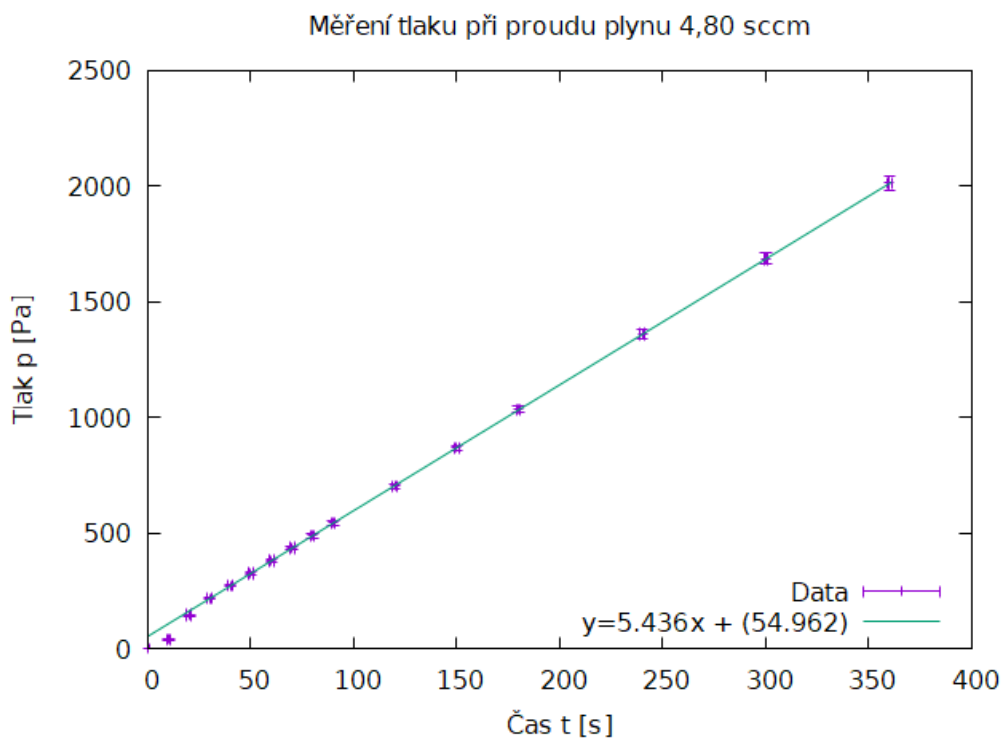
Obrázek 16: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s. Tyto hodnoty jsme později nepoužili v kalibrační křivce flowmeteru, kvůli nekorektnímu měření.



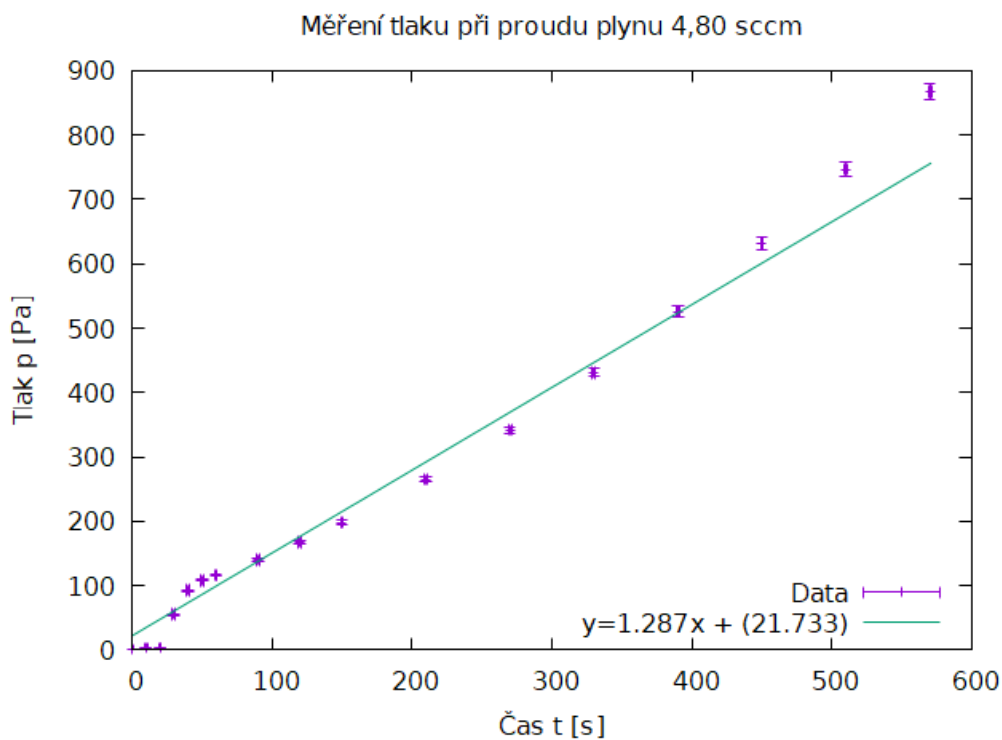
Obrázek 17: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



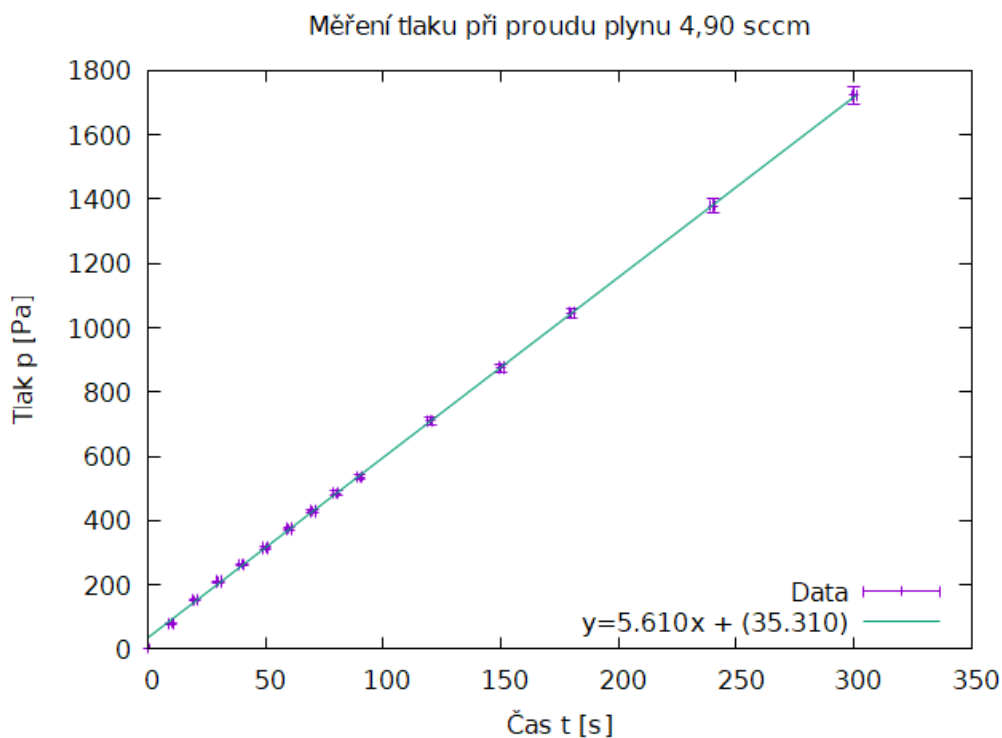
Obrázek 18: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



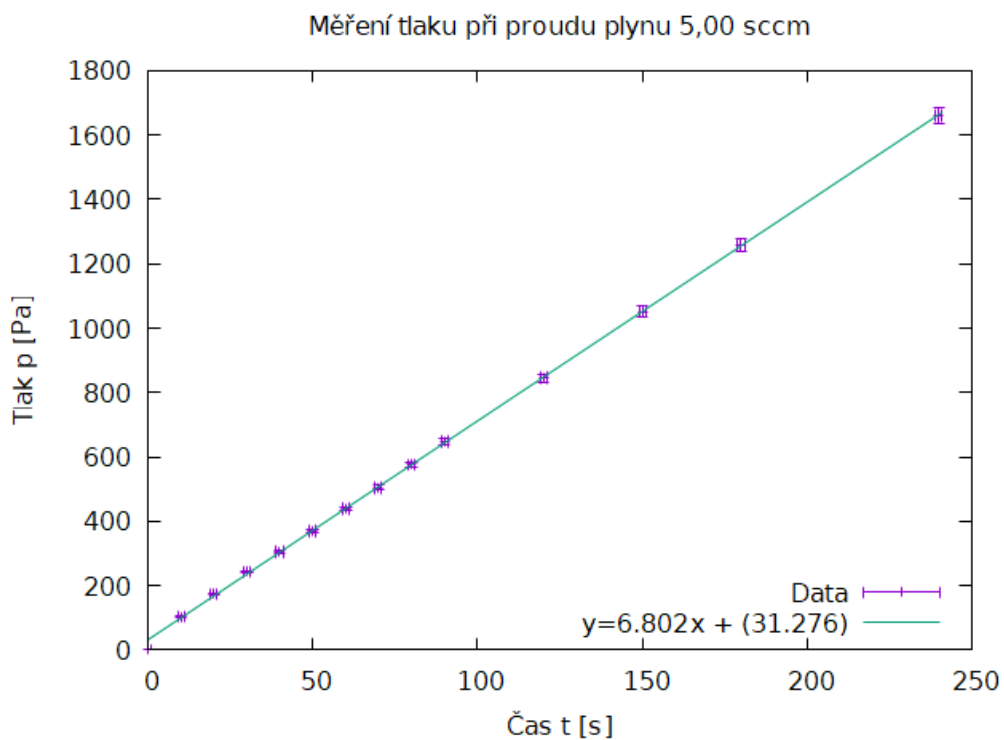
Obrázek 19: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



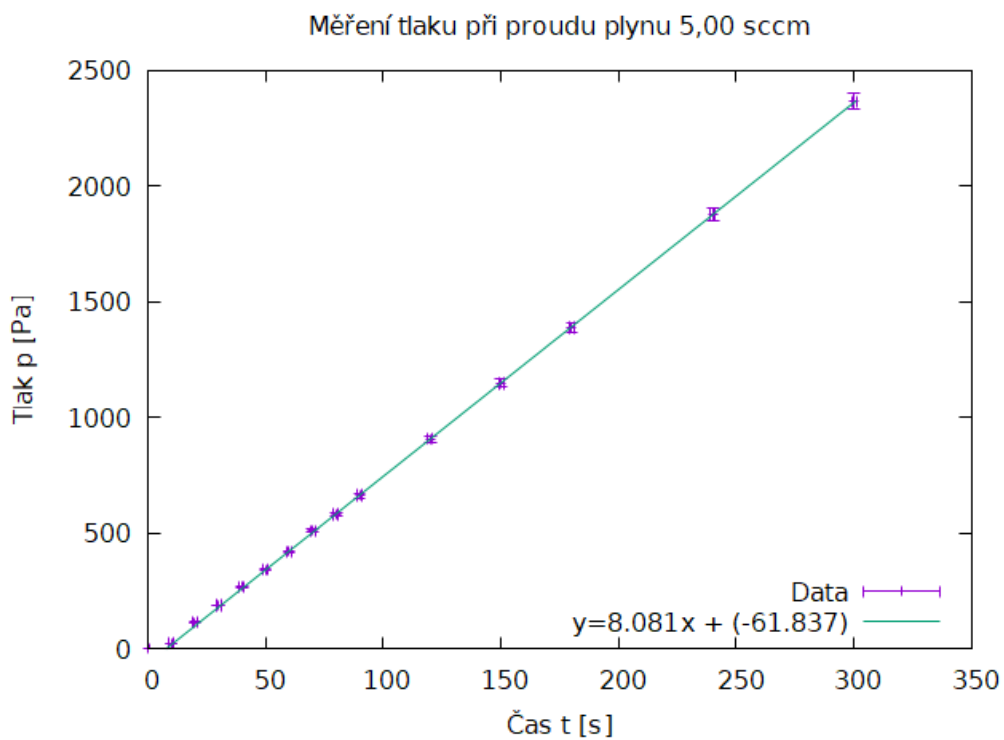
Obrázek 20: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s. Tyto hodnoty jsme později nepoužili v kalibrační křivce flowmeteru, kvůli nekorektnímu měření.



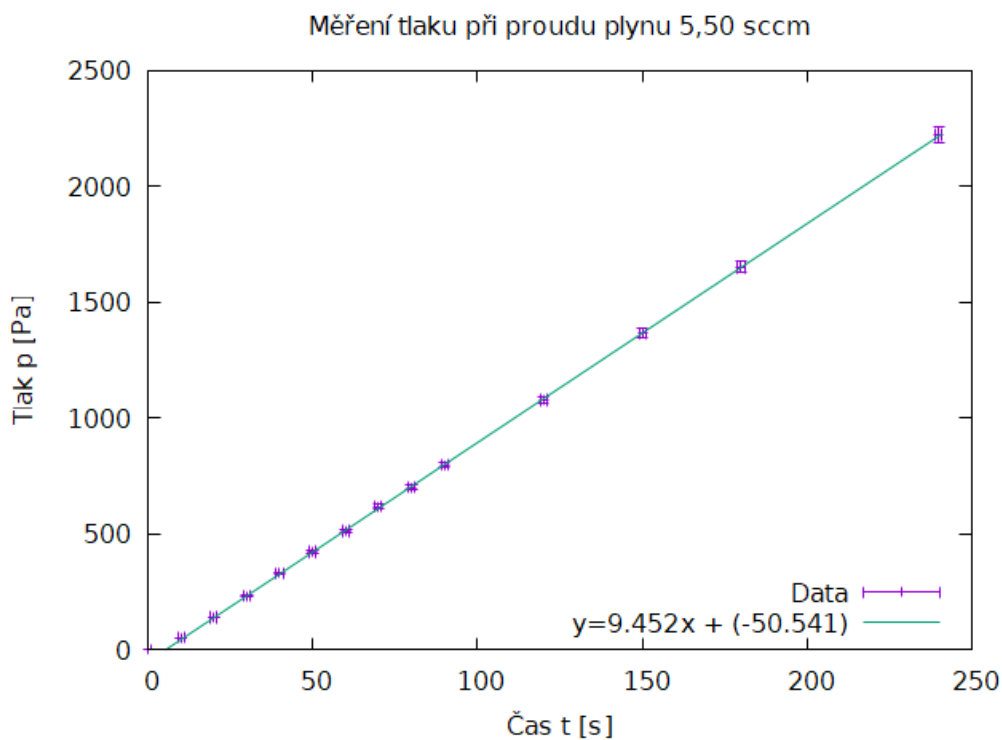
Obrázek 21: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



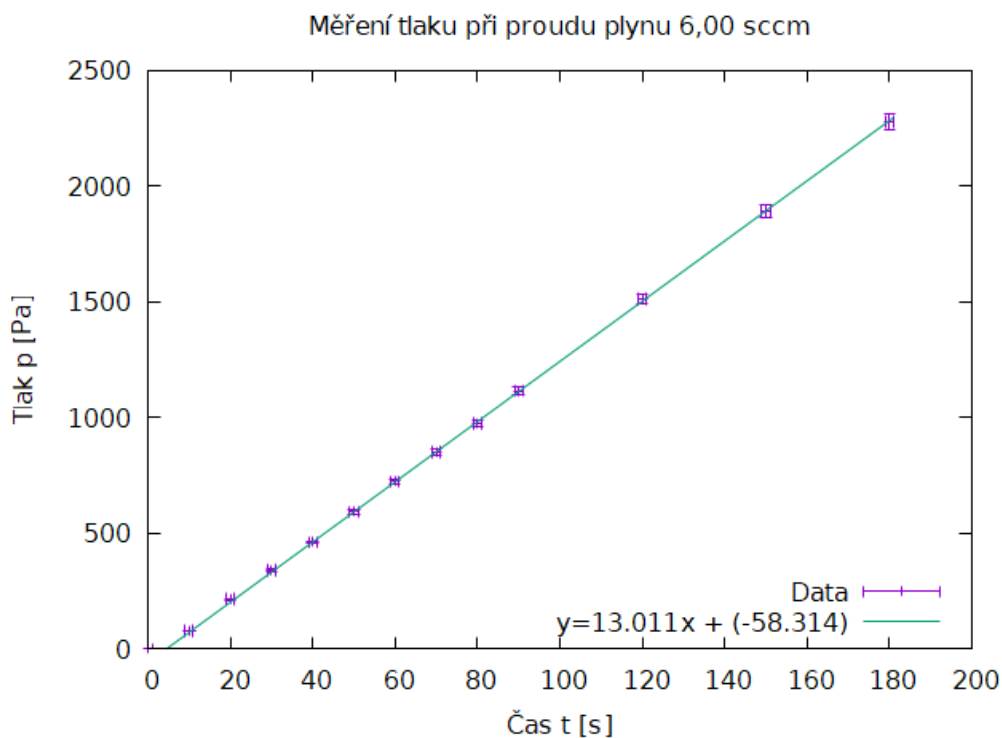
Obrázek 22: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



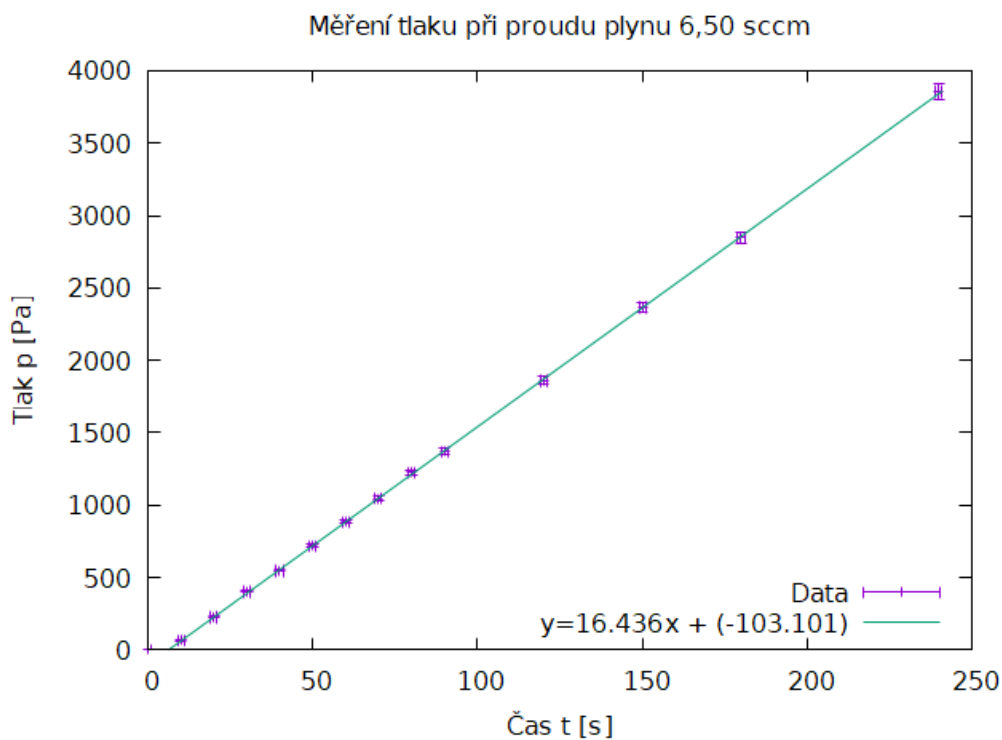
Obrázek 23: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



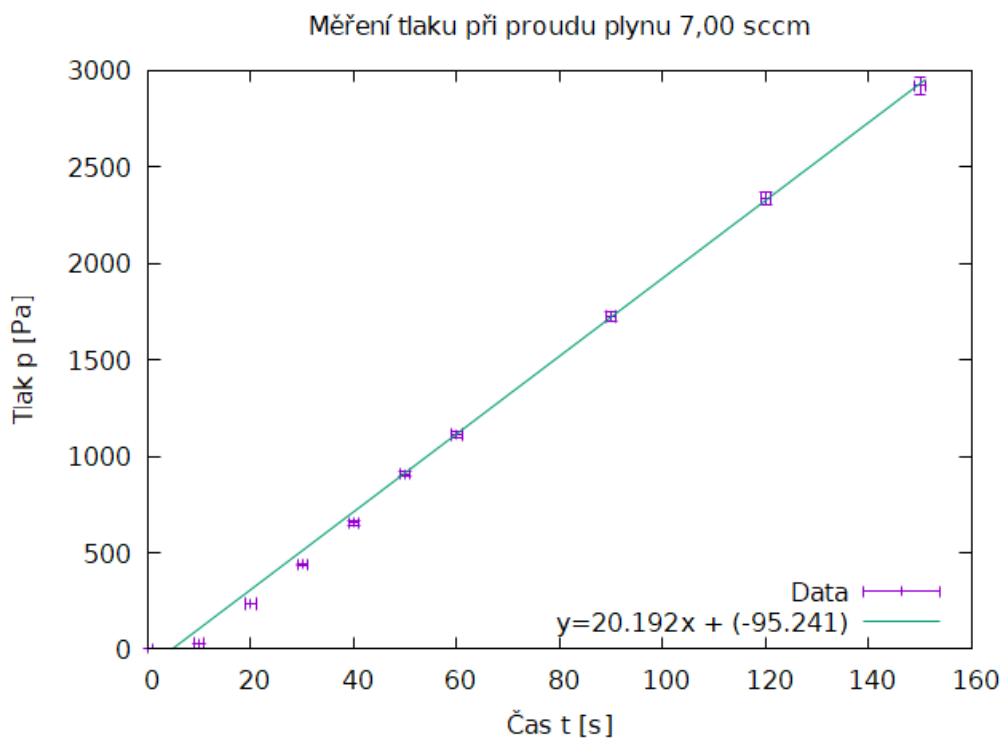
Obrázek 24: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



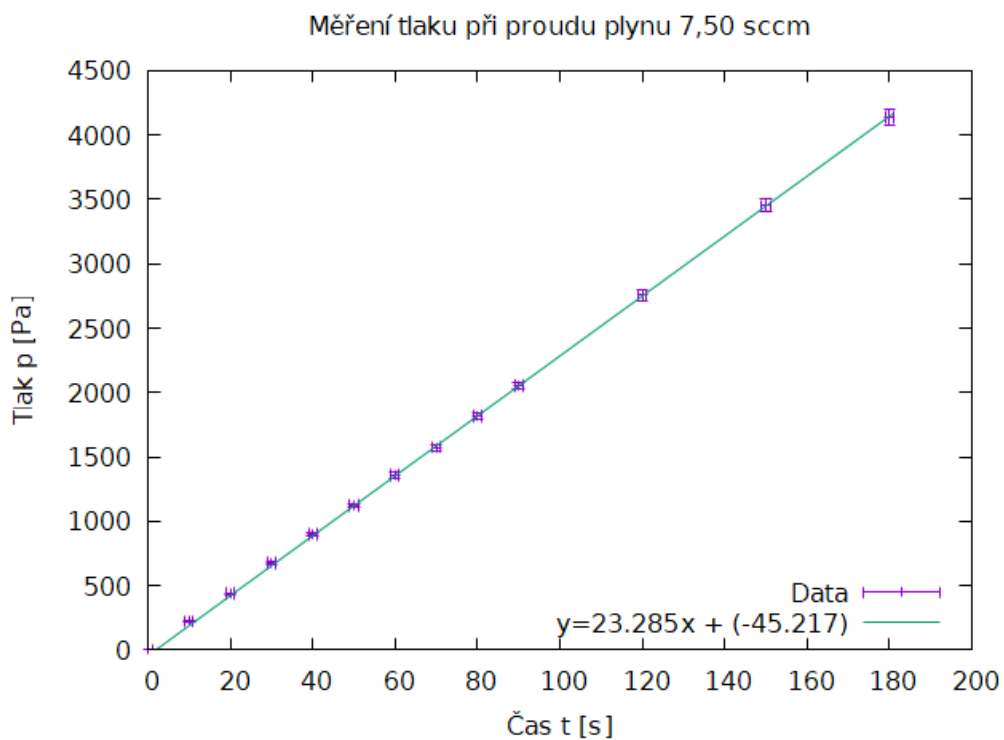
Obrázek 25: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



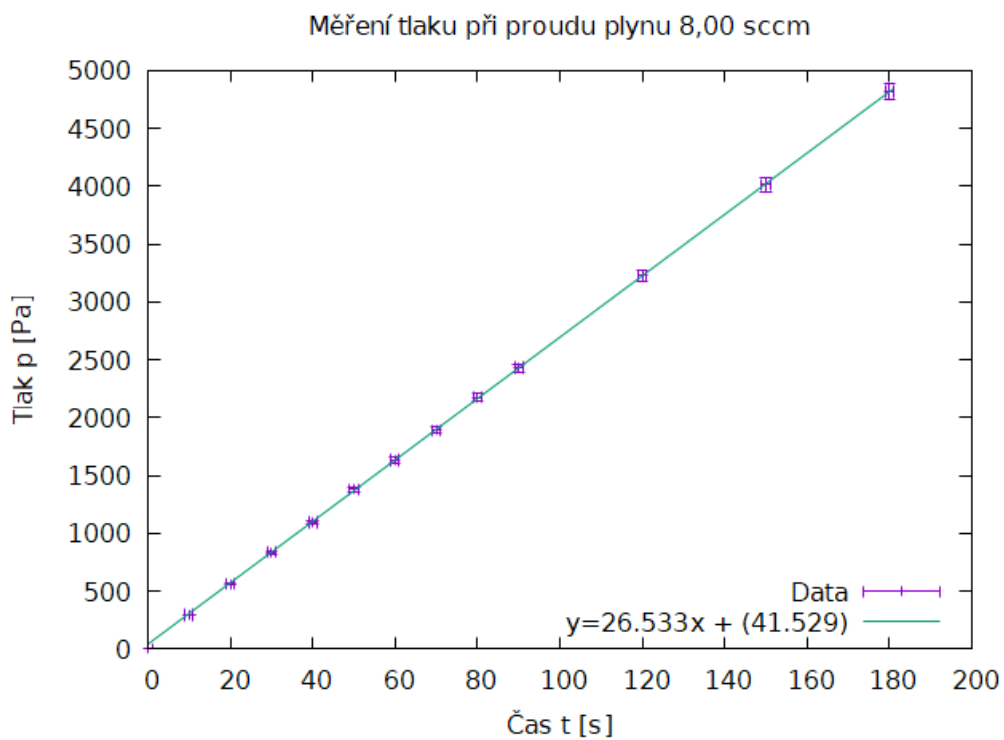
Obrázek 26: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



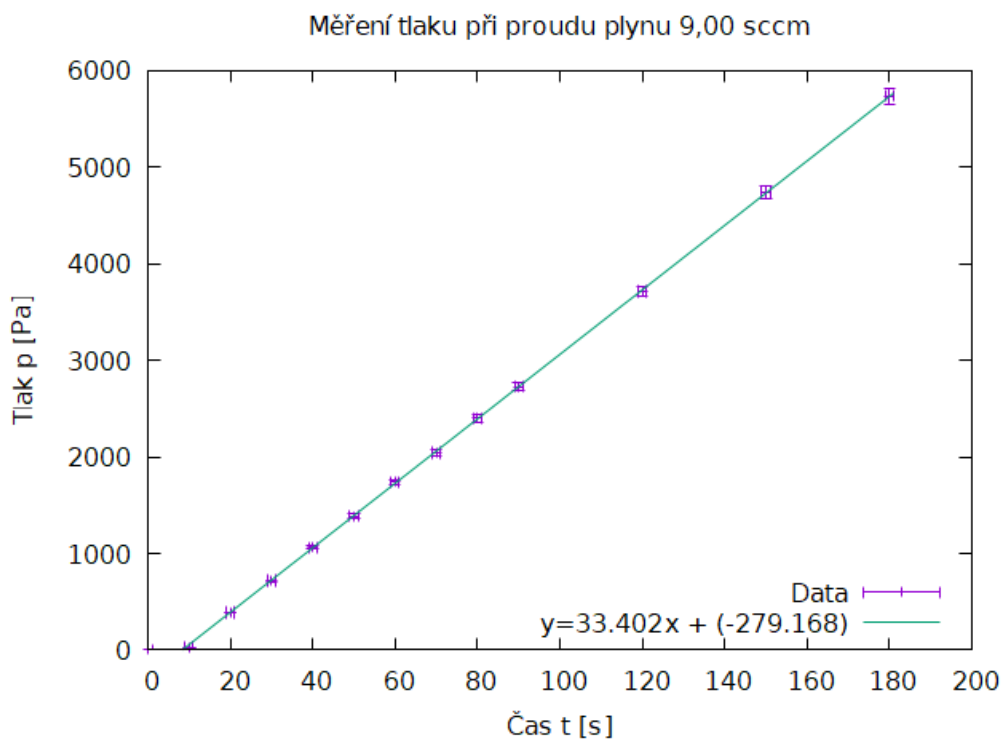
Obrázek 27: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



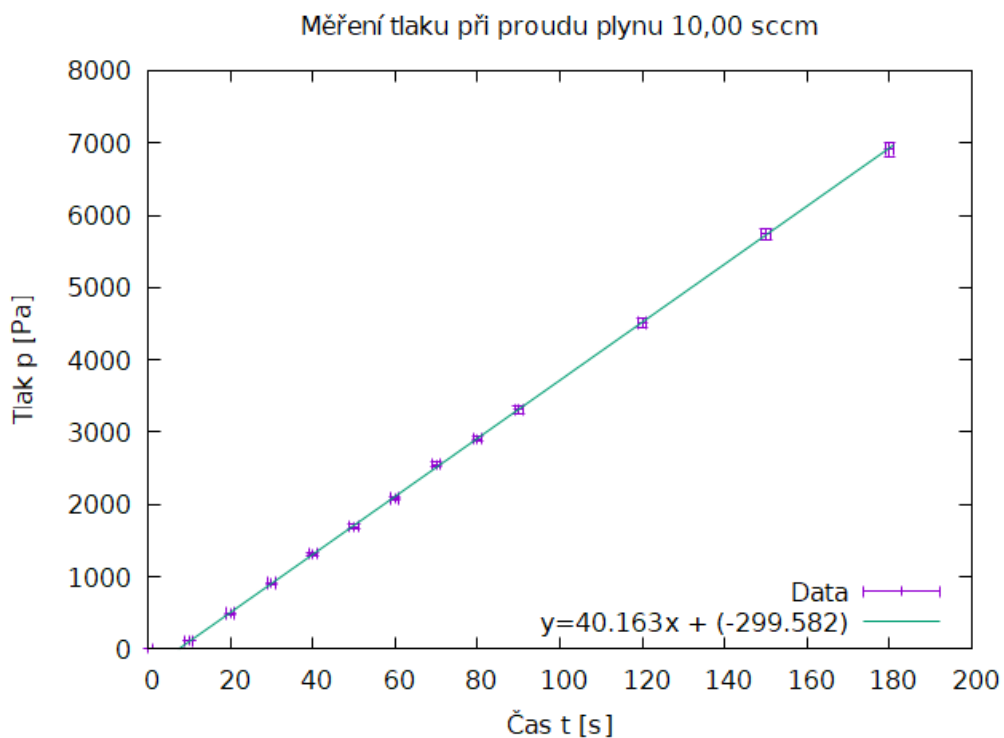
Obrázek 28: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



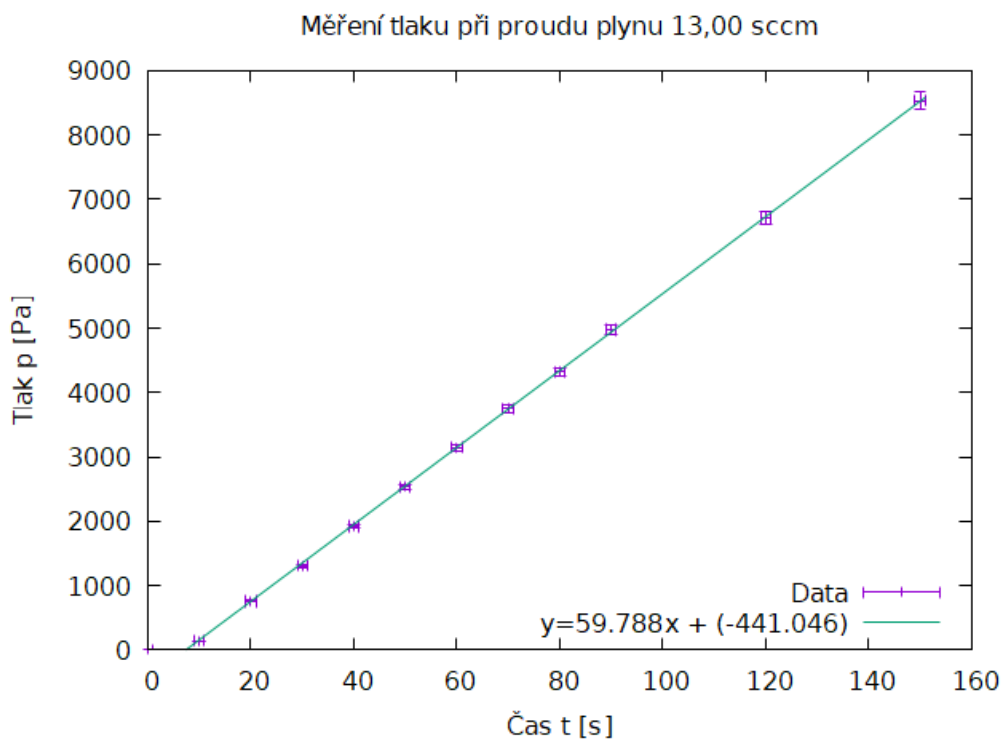
Obrázek 29: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



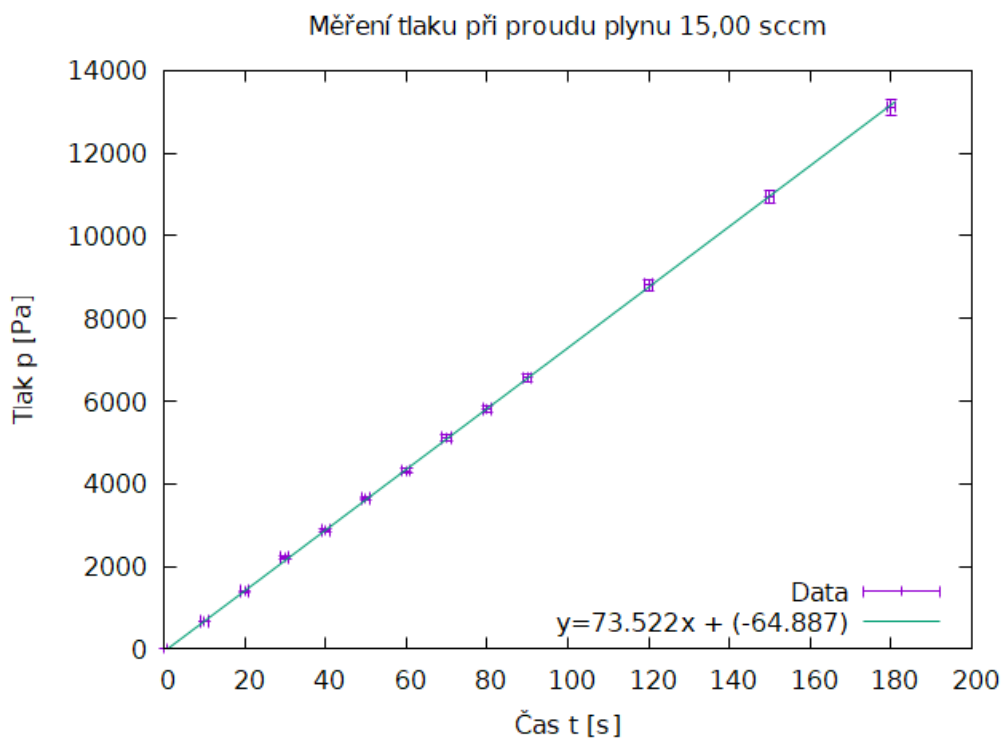
Obrázek 30: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



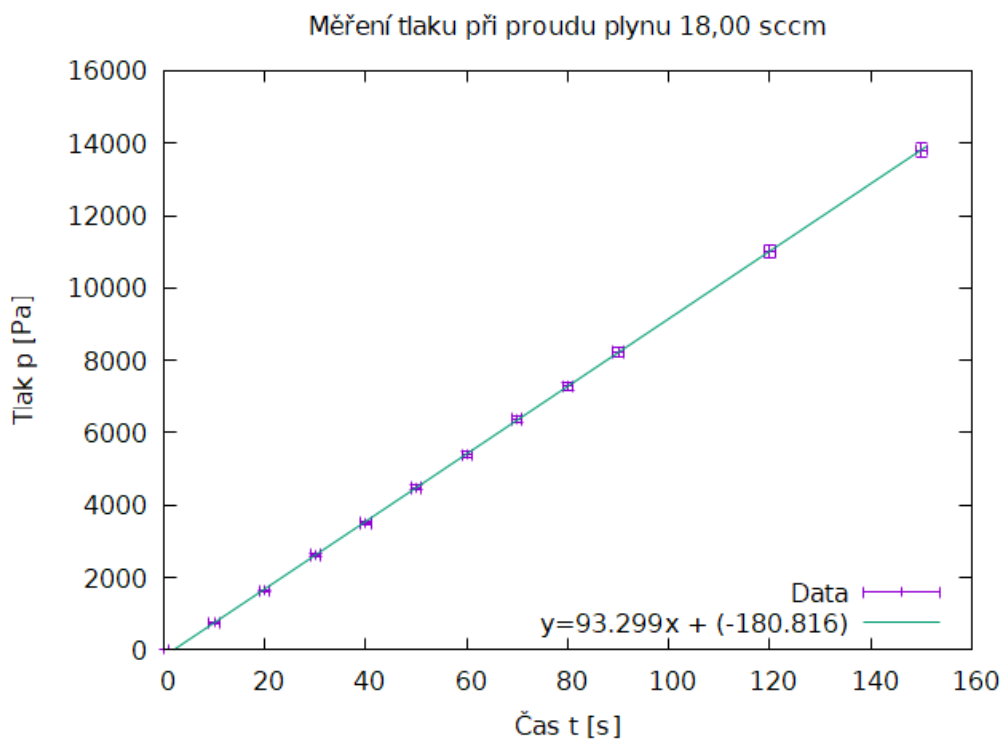
Obrázek 31: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



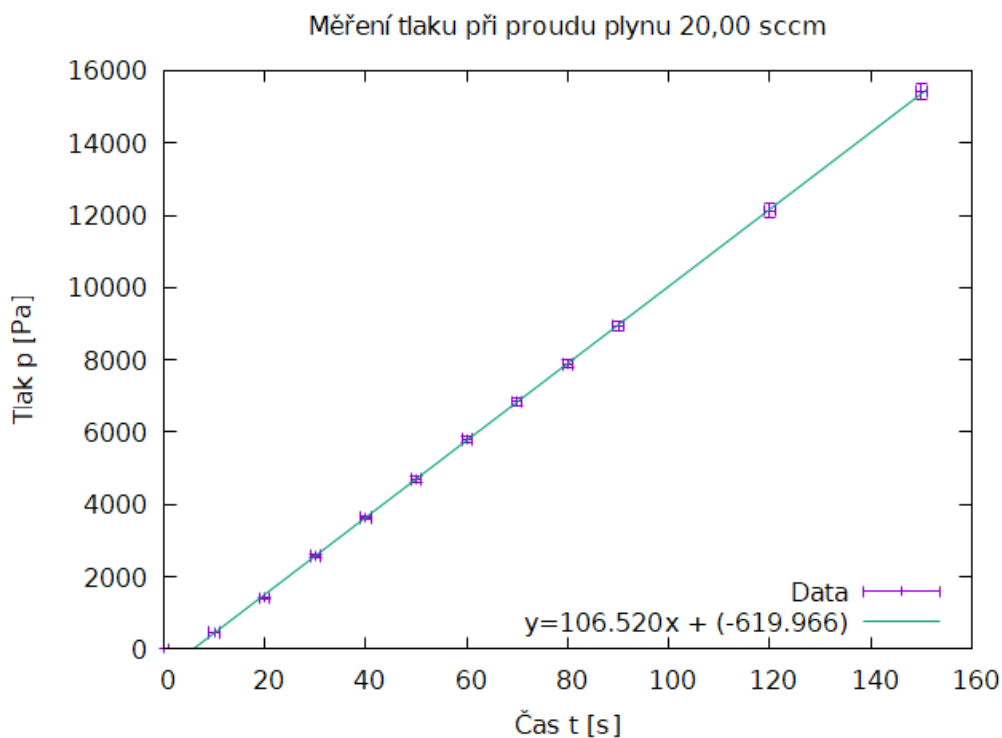
Obrázek 32: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



Obrázek 33: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.

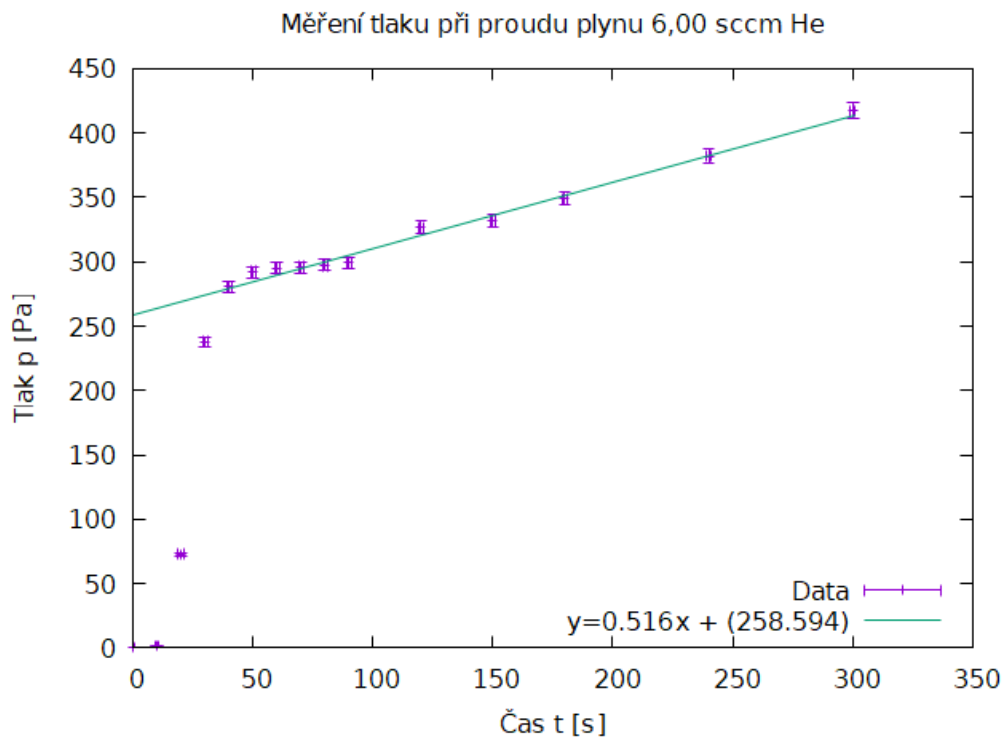


Obrázek 34: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.

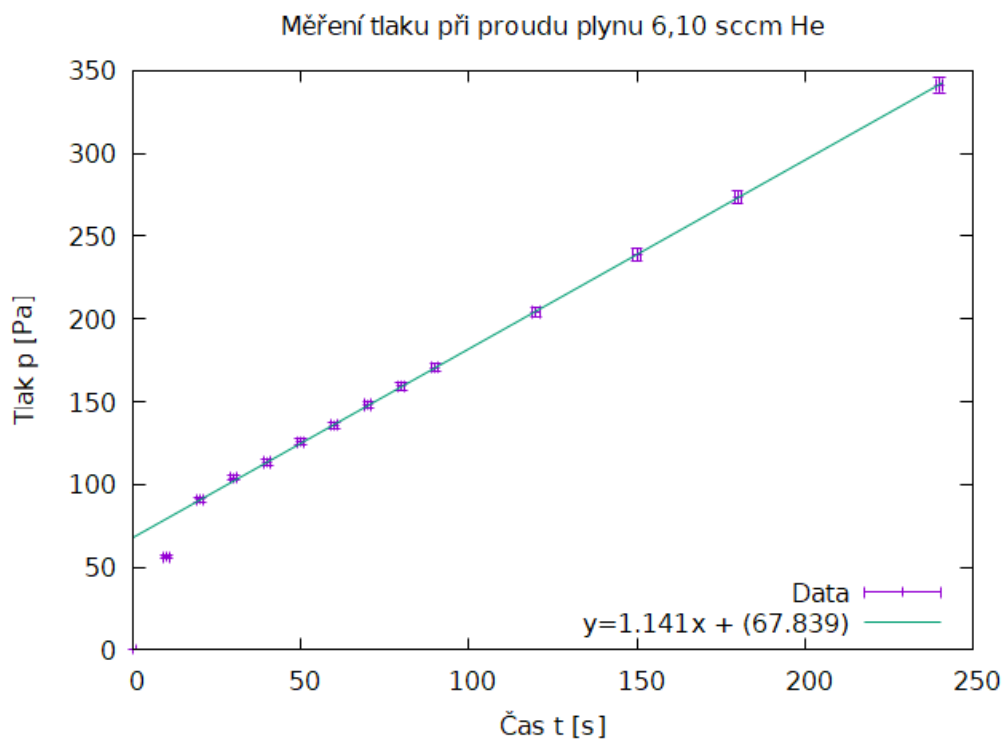


Obrázek 35: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (vzduch). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.

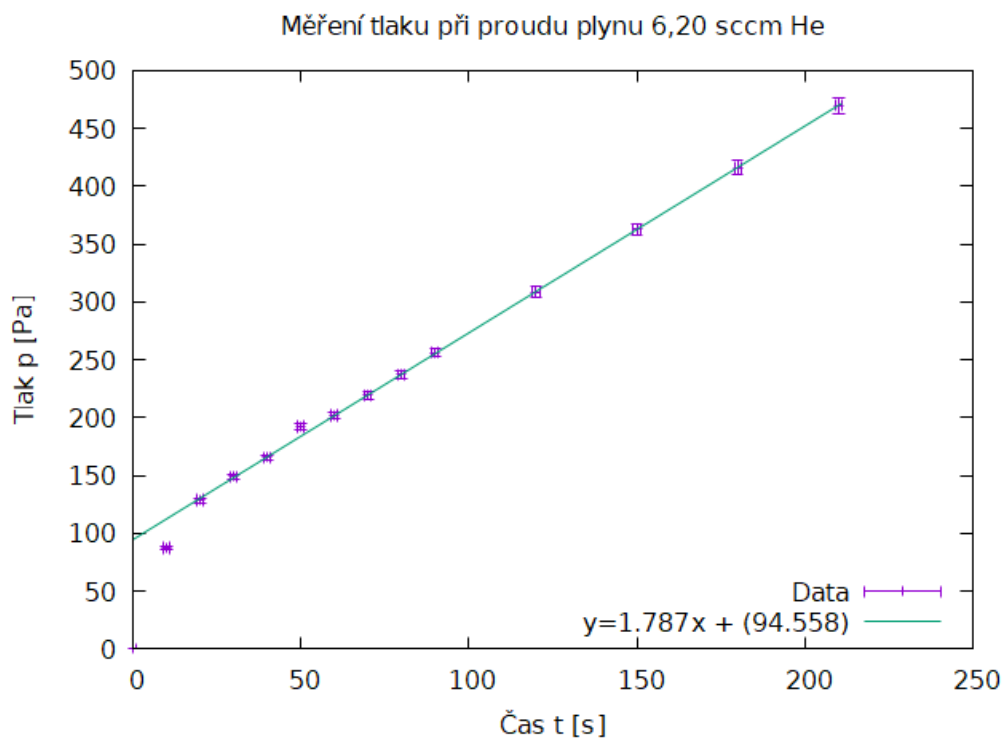
B Grafy jednotlivých měření pro kalibraci flowmeteru héliem



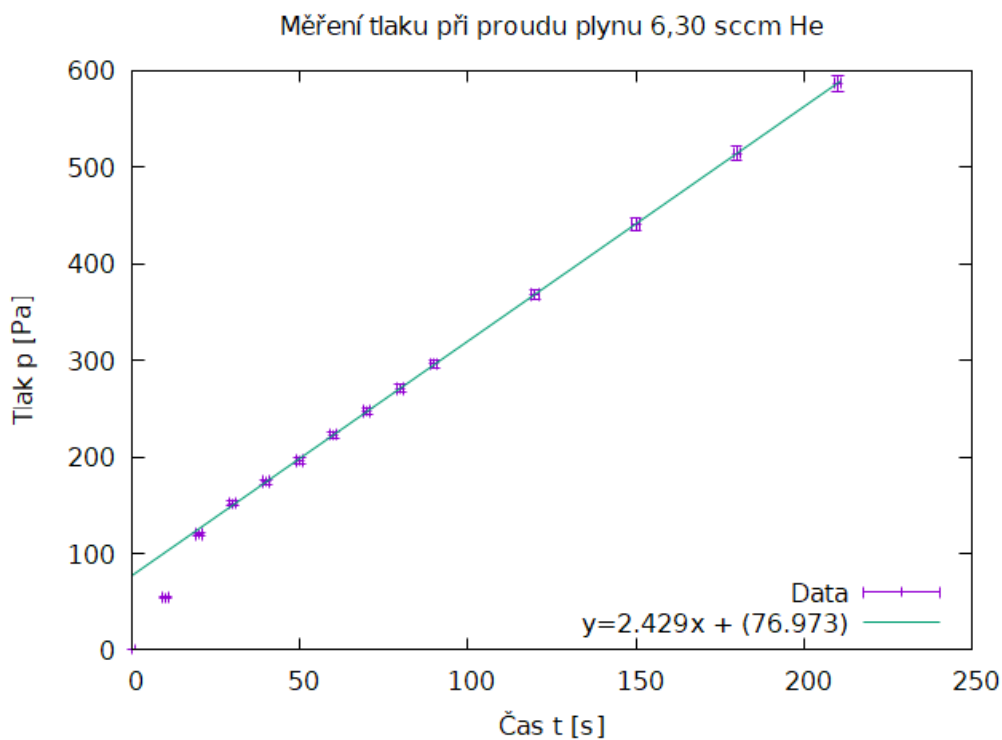
Obrázek 36: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (hélium). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



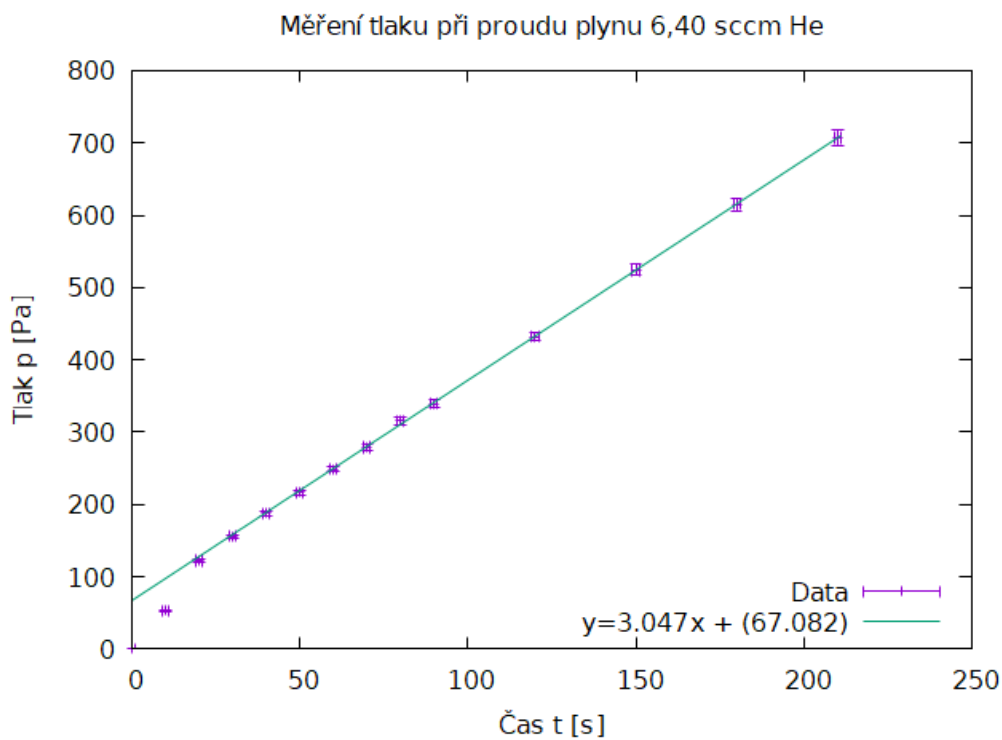
Obrázek 37: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (hélium). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



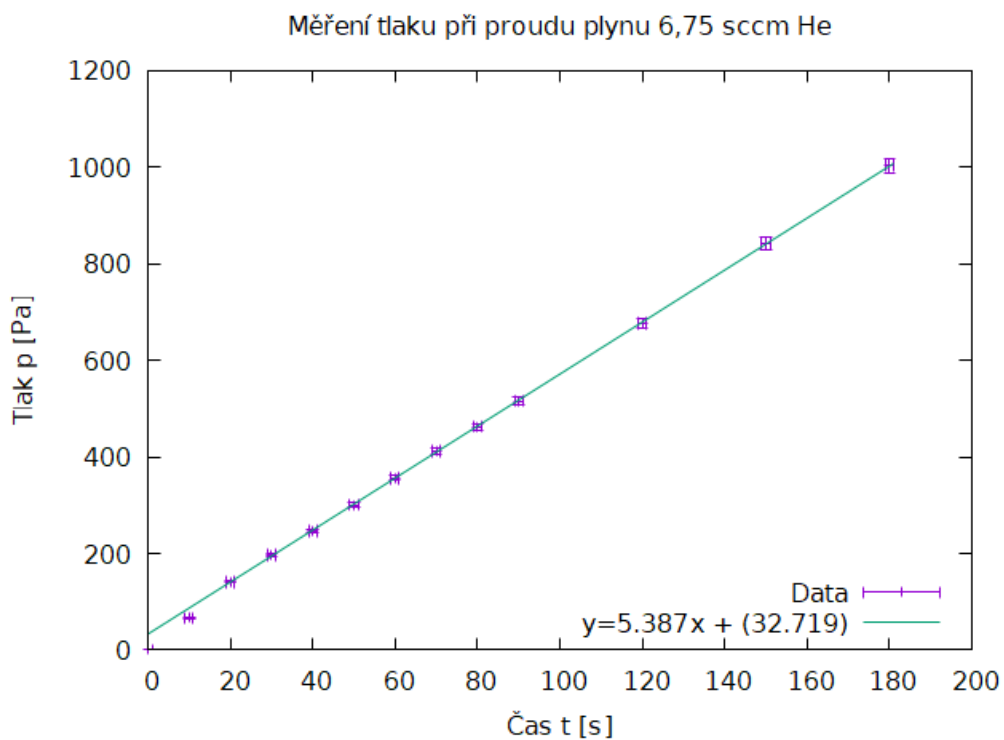
Obrázek 38: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (hélium). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



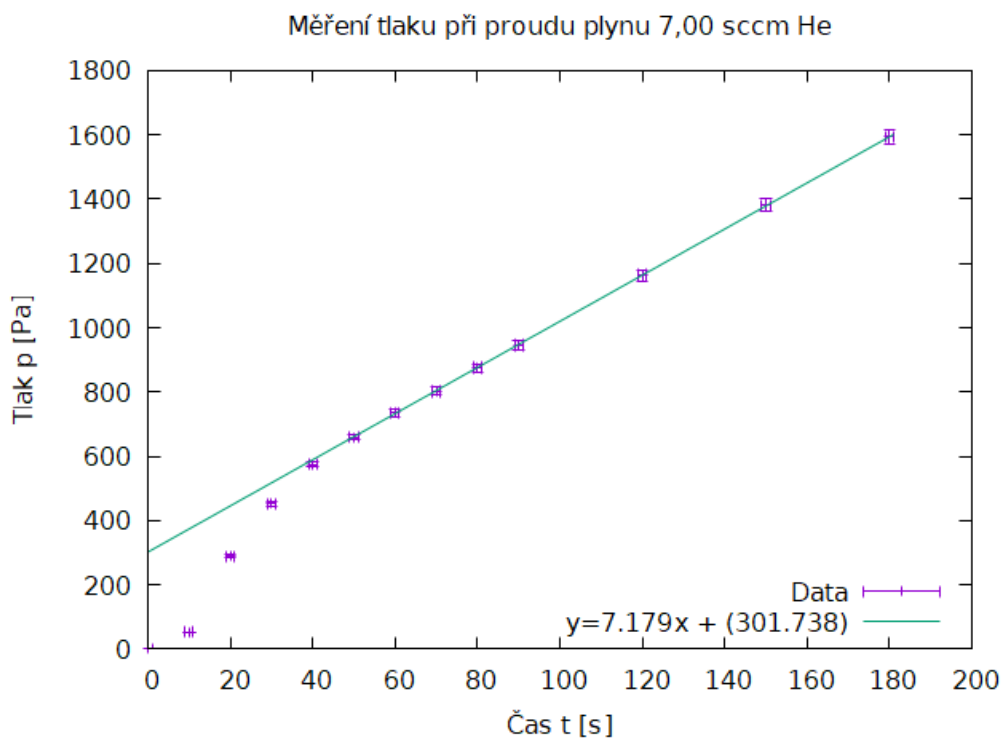
Obrázek 39: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (hélium). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



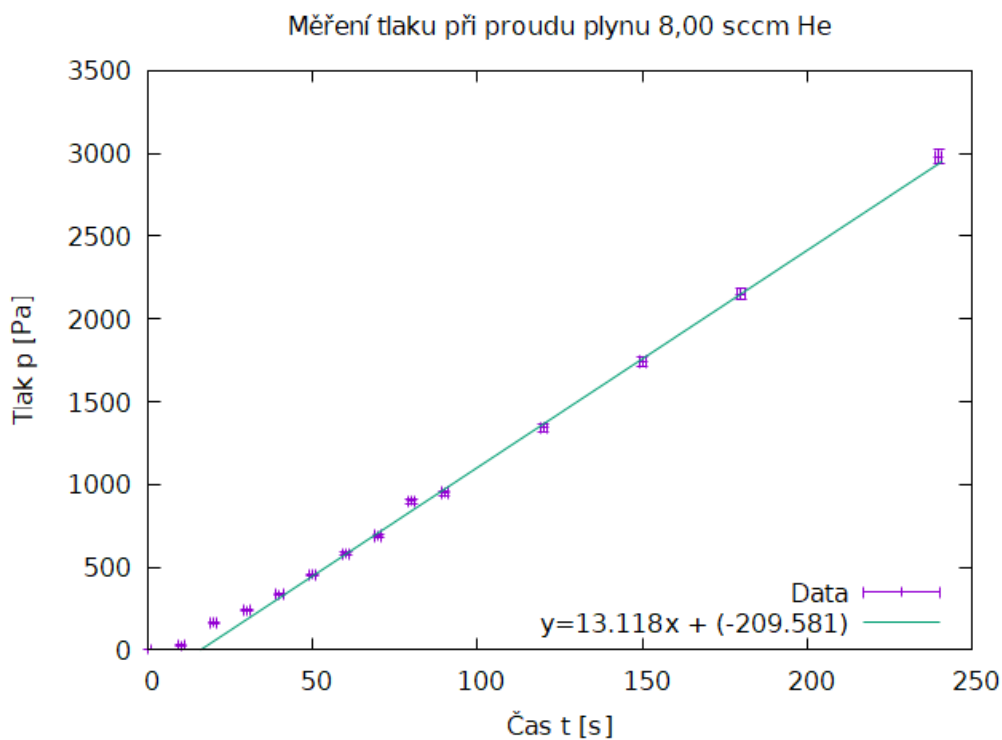
Obrázek 40: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (hélium). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



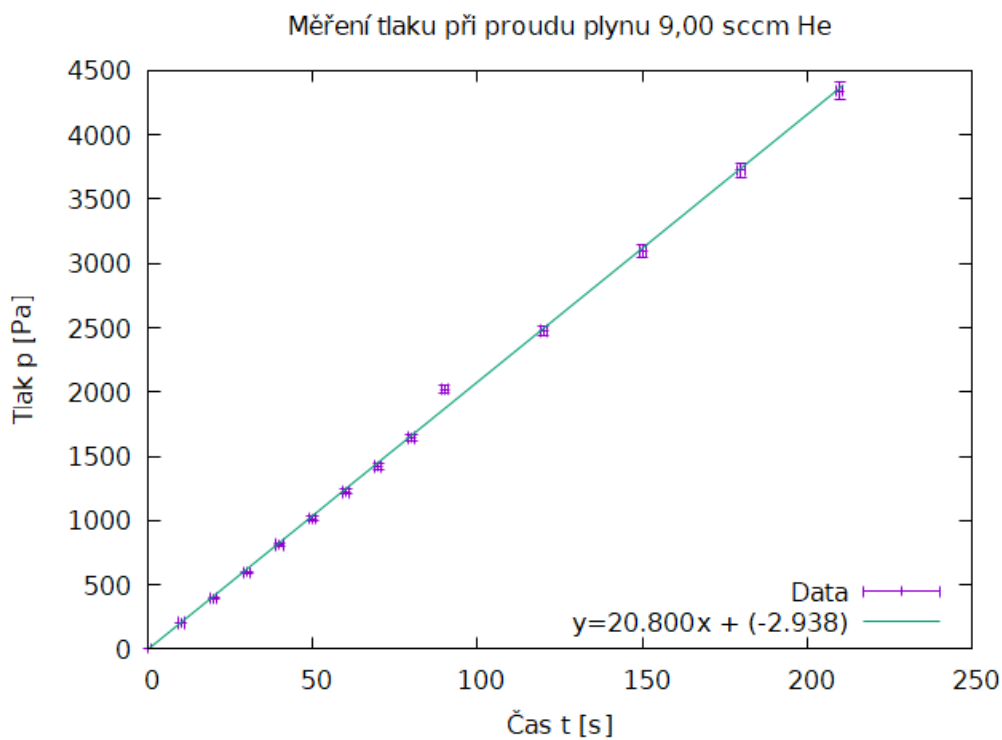
Obrázek 41: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (hélium). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



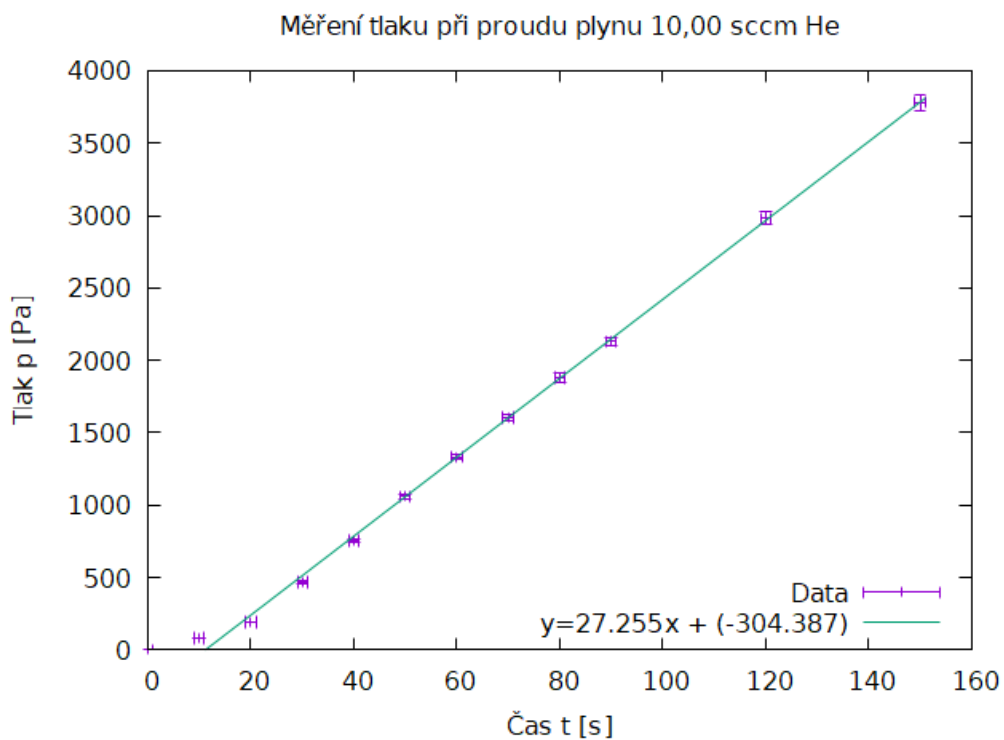
Obrázek 42: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (hélium). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



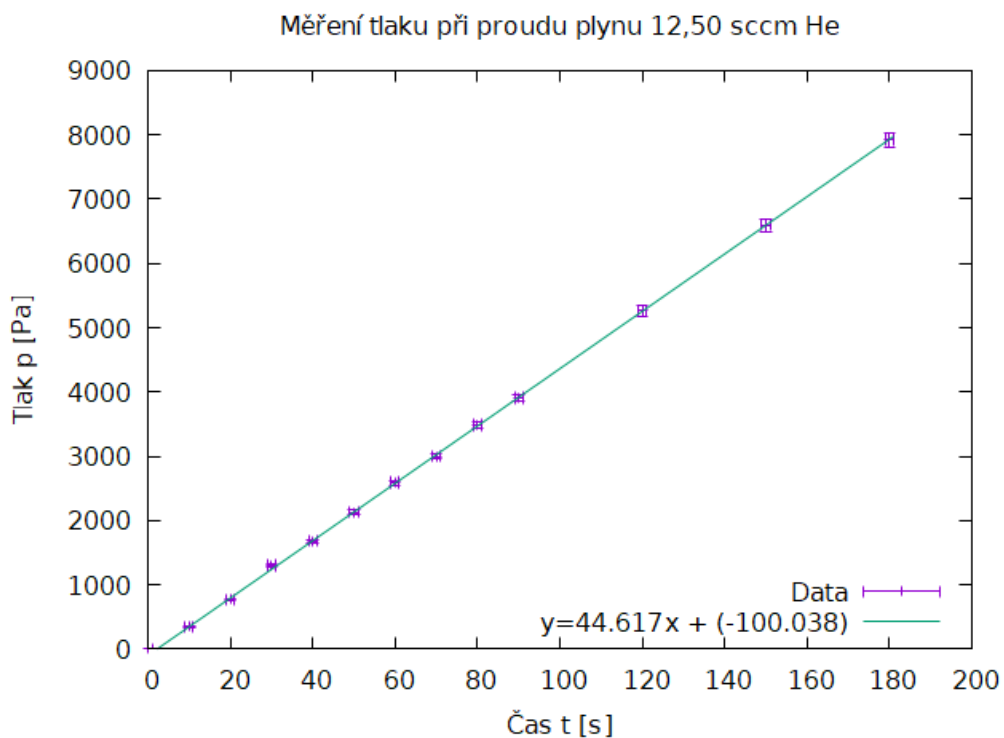
Obrázek 43: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (hélium). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



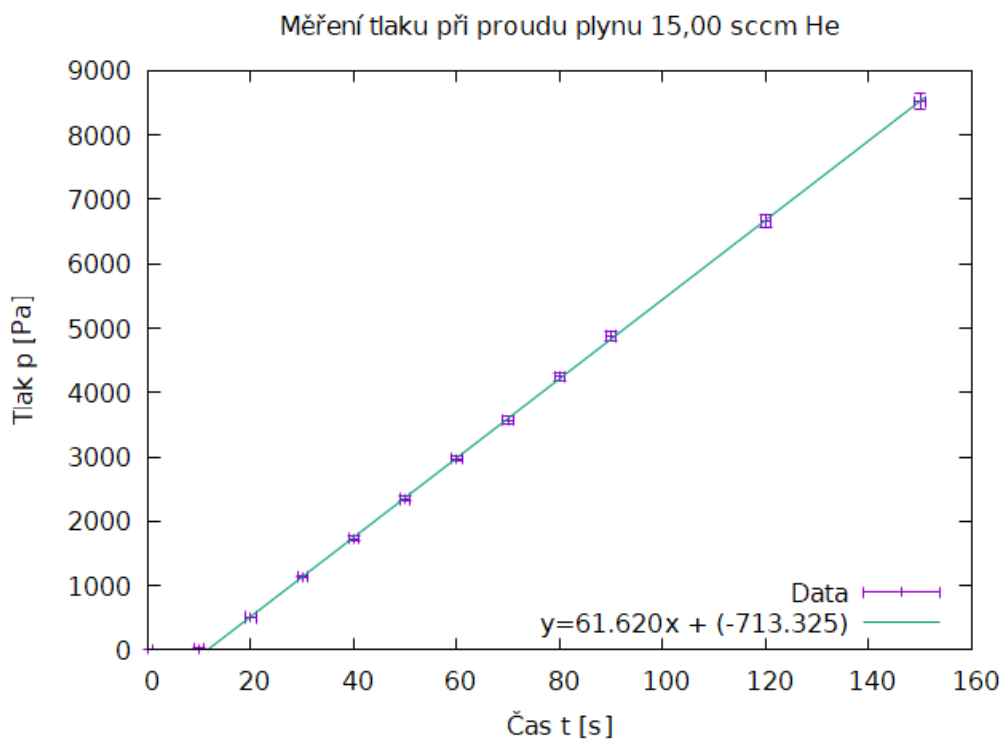
Obrázek 44: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (hélium). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



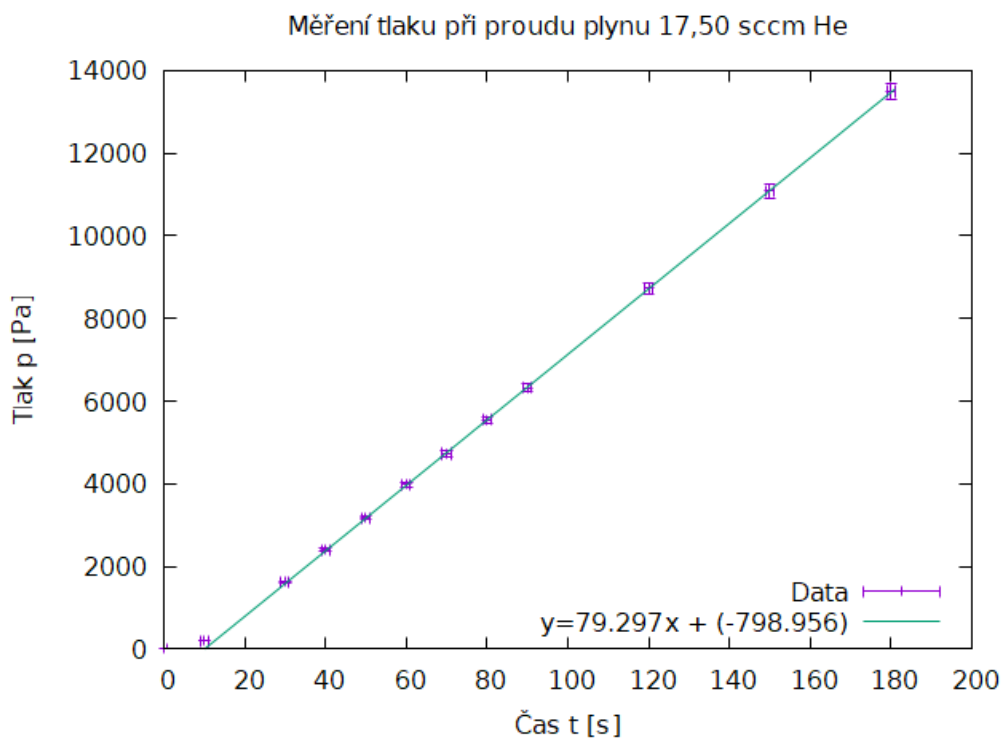
Obrázek 45: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (hélium). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



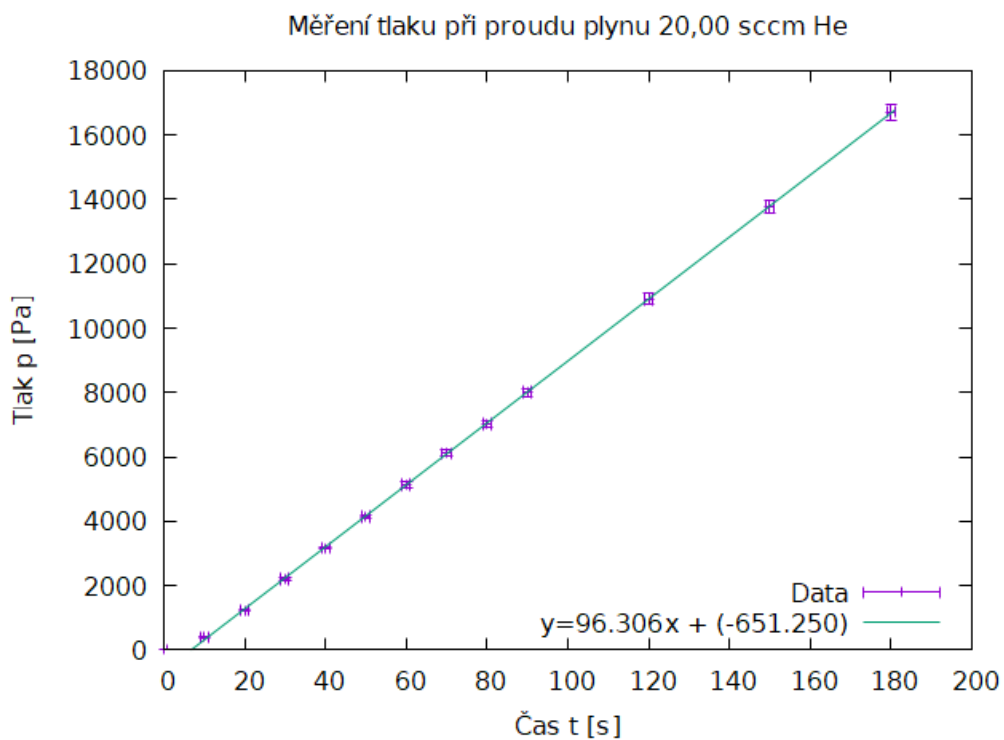
Obrázek 46: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (hélium). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



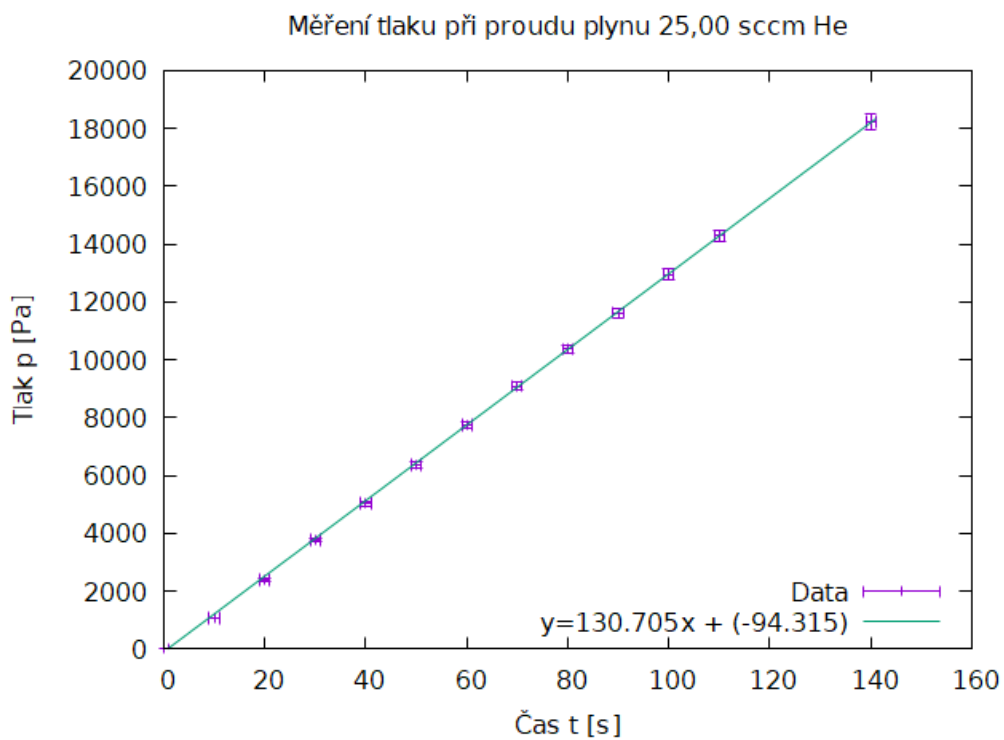
Obrázek 47: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (hélium). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



Obrázek 48: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (hélium). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.



Obrázek 49: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (hélium). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.

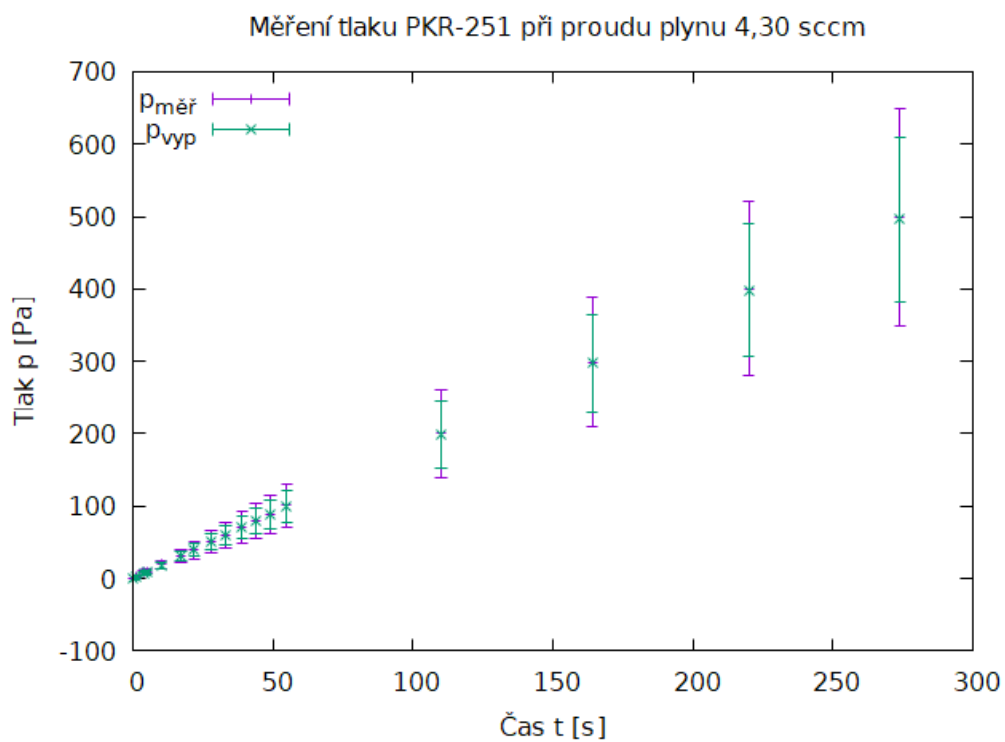


Obrázek 50: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou Baratron, při nastaveném proudu q_z (hélium). Lineární fit pro hodnoty od času $t = 60$ s.

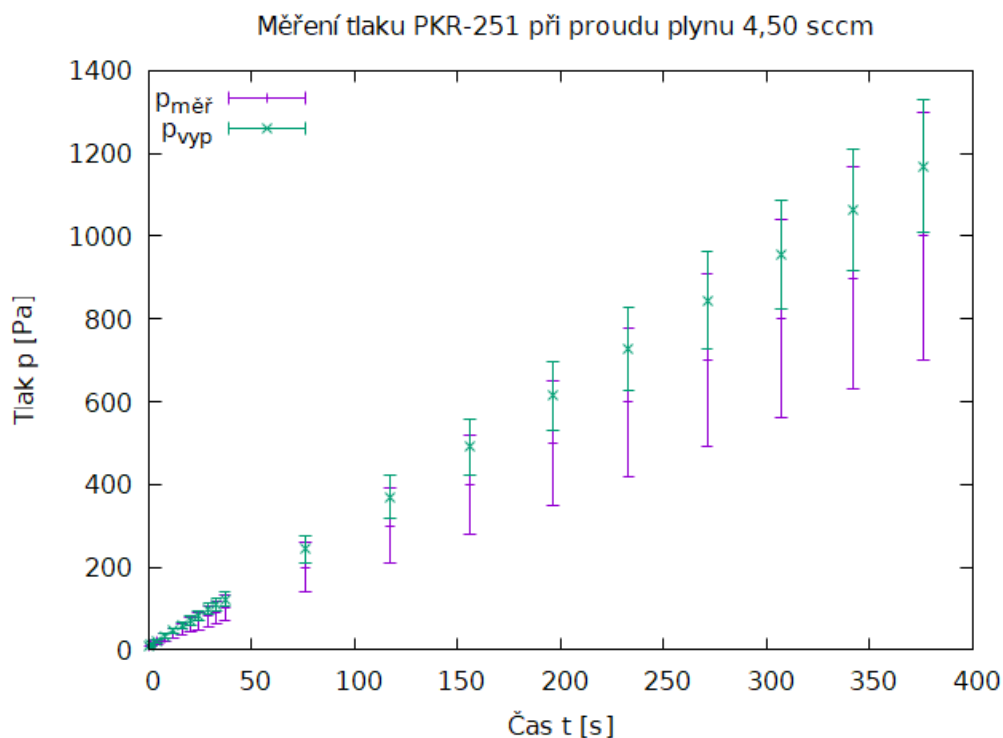
q_z [sccm]	$\frac{dp}{dt}_{fit}$ [Pa/s]	σ_{fit} [Pa/s]	$\frac{dp}{dt}$ [Pa/s]	q_v [sccm]	σ_{q_z} [sccm]	σ_{q_v} [sccm]
6.00	0.516	0.022	0.4740	0.074	0.3	0.004
6.10	1.141	0.003	1.0985	0.170	0.3	0.002
6.20	1.79	0.00	1.7453	0.271	0.4	0.003
6.30	2.43	0.00	2.3866	0.370	0.4	0.004
6.40	3.05	0.02	3.0047	0.47	0.4	0.01
6.75	5.39	0.02	5.3449	0.83	0.4	0.01
7.00	7.179	0.024	7.1371	1.11	0.4	0.01
8.00	13.118	0.290	13.0758	2.03	0.4	0.05
9.00	20.800	0.609	20.7580	3.22	0.5	0.10
10.00	27.2546	0.1841	27.2126	4.22	0.5	0.06
12.50	44.617	0.196	44.5753	6.91	0.7	0.08
15.00	61.62	0.50	61.5786	9.6	0.8	0.1
17.50	79.30	0.23	79.2555	12.3	0.9	0.1
20.00	96.31	0.25	96.2645	14.9	1	0.2
25.00	130.7	0.5	130.6630	20.3	1	0.2

Tabulka 4: Naměřené a vypočítané hodnoty pro kalibraci flowmeteru héliem. Flowmeteru jsme zadali proud q_z , pomocí programu Gnuplot jsme z měření změny tlaku v čase zjistili $(\frac{dp}{dt})_{fit}$ a chybu tohoto fitu σ_{fit} . Podle 5.8 jsme určili změnu tlaku v čase způsobenou čistě flowmeterem $(\frac{dp}{dt})$. Podle 5.7 máme vypočítaný proud q_v a jeho chybu σ_{q_v} dle 5.11, chyba zadaného proudu σ_{q_z} je vypočítaná dle 5.10.

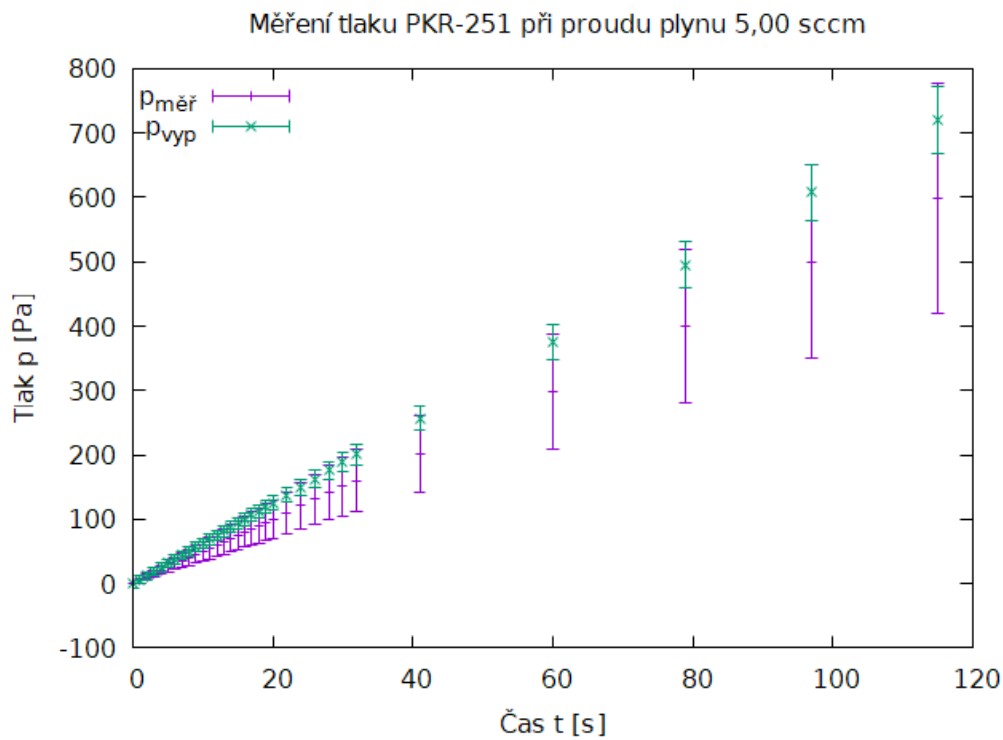
C Měření tlaku měrkou PKR-251



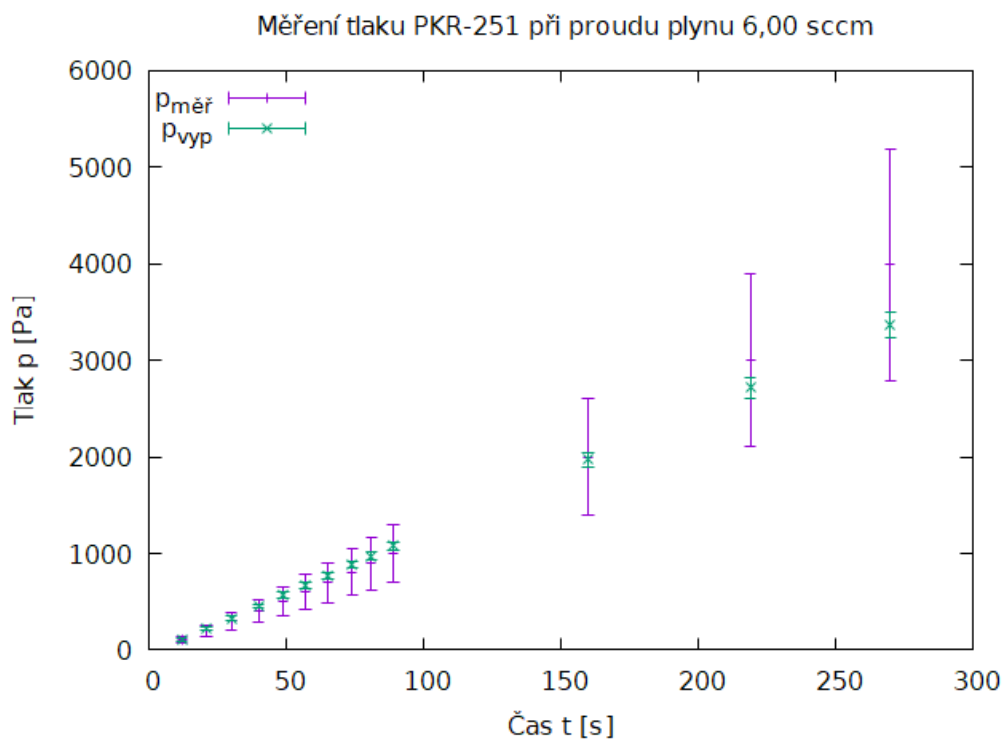
Obrázek 51: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou PKR-251, při nastaveném proudu q_z . $p_{\text{měř}}$ jsou hodnoty tlaku, které naměřila měrka, p_{vyp} jsou vypočítané hodnoty tlaku dle 5.23



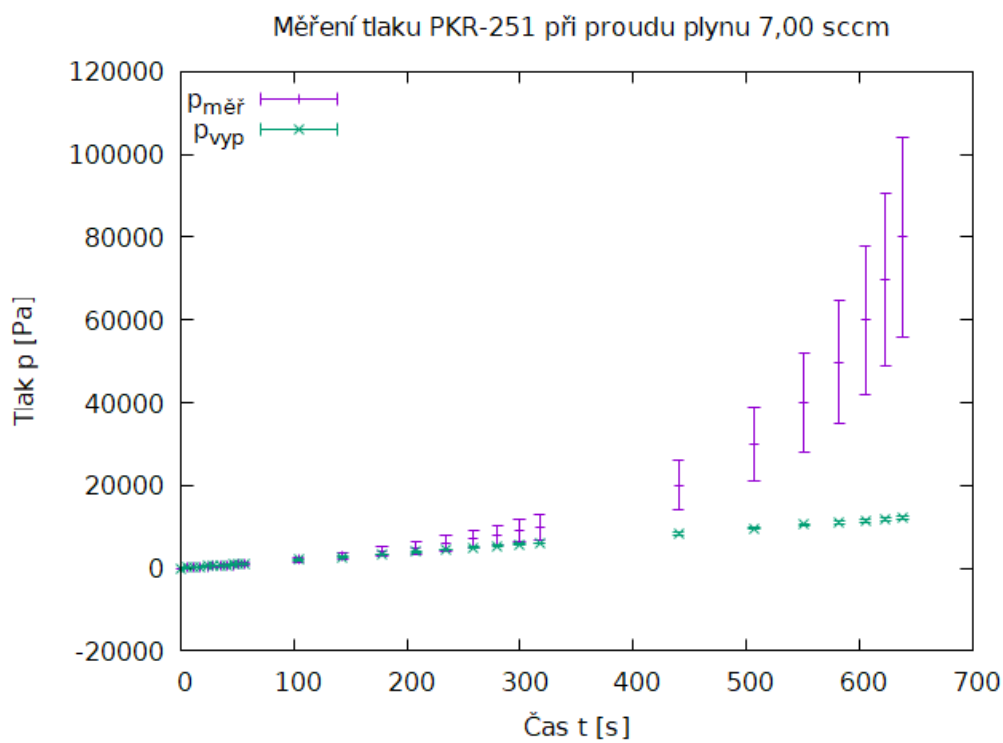
Obrázek 52: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou PKR-251, při nastaveném proudu q_z . $p_{\text{měř}}$ jsou hodnoty tlaku, které naměřila měrka, p_{vyp} jsou vypočítané hodnoty tlaku dle 5.23



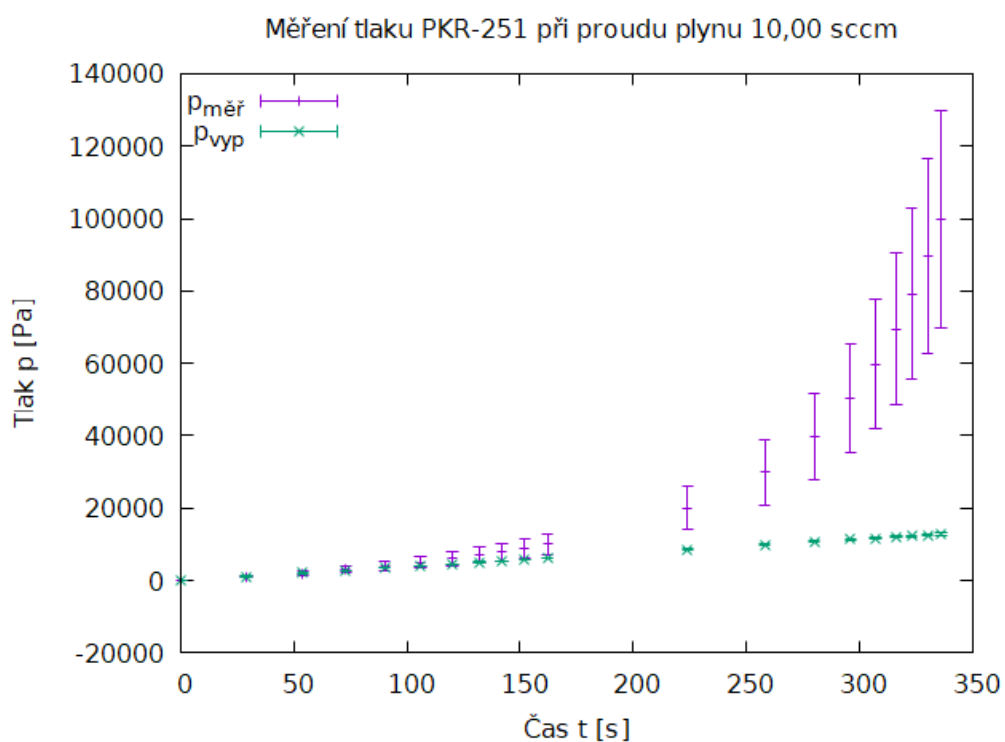
Obrázek 53: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou PKR-251, při nastaveném proudu q_z . $p_{\text{měř}}$ jsou hodnoty tlaku, které naměřila měrka, p_{vyp} jsou vypočítané hodnoty tlaku dle 5.23



Obrázek 54: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou PKR-251, při nastaveném proudu q_z . $p_{\text{měř}}$ jsou hodnoty tlaku, které naměřila měrka, p_{vyp} jsou vypočítané hodnoty tlaku dle 5.23



Obrázek 55: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou PKR-251, při nastaveném proudu q_z . $p_{\text{měř}}$ jsou hodnoty tlaku, které naměřila měrka, p_{vyp} jsou vypočítané hodnoty tlaku dle 5.23



Obrázek 56: Měření tlaku p v čase t vakuovou měrkou PKR-251, při nastaveném proudu q_z . $p_{\text{měř}}$ jsou hodnoty tlaku, které naměřila měřka, p_{vyp} jsou vypočítané hodnoty tlaku dle 5.23

Kalibrační křivka měrky PKR-251			
$p_{\text{měř}}$ [Pa]	p_{vyp} [Pa]	$\sigma_{p_{\text{měř}}}$ [Pa]	$\sigma_{p_{\text{vyp}}}$ [Pa]
2	2	0.6	2
5	5	2	4
6	6	2	6
8	7	2	2
9	9	3	3
10	9	3	3
20	21	3	3
30	33	6	4
40	46	7	4
50	59	9	5
60	71	10	6
70	86	15	7
80	96	17	8
90	108	19	9
101	116	15	7
201	226	27	10
300	337	40	12
401	466	60	18
498	566	75	21
599	676	90	18
700	778	149	22
801	879	170	31
895	974	155	26
998	1095	173	30
2007	2012	348	36
2993	2751	518	46
3993	3406	692	55
4995	4011	1060	70
6010	4531	1275	78
7020	4995	1489	85
7975	5383	1692	91
8960	5757	1901	97
9995	6125	2120	103
20050	8481	4253	140
29900	9769	6343	161
39900	10607	8464	174
50000	11210	10606	184
59800	11635	12685	190
69650	11978	14775	196
79600	12251	16885	200
89500	12579	26850	249
100000	12807	30000	253

Tabulka 5: Body kalibrační křivky měrky PKR-251. Body jsme získali výpočtem váženého průměru podle 1.17 a jeho chyby 1.18. Data pro tyto výpočty jsou v grafech jednotlivých měření tlaků v čase na Obr. 51 až Obr. 56