

Asignatura: Materiales Avanzados y Nanotecnología
Docente: Sandra M. Mendoza
Ciclo lectivo 2019, Facultad Regional Reconquista - UTN

Capítulo 2

Tecnología de vacío

El vacío. Rangos. Aplicaciones. Camino libre medio. Requisitos. Tecnología para alcanzar Ultra Alto Vacío (UHV) - bombas de vacío. Metodología de trabajo.

El vacío

Se define el vacío como el espacio o volumen donde la presión es menor a la atmosférica.

Presión: es la fuerza ejercida por un gas sobre una superficie.

Gas: es un estado de la materia en el que la distancia media entre moléculas es mayor que su tamaño y éstas tienen libertad de movimiento.

En tecnología de vacío se designan **gases permanentes** a los que no licúan ni solidifican por incremento de presión a una determinada temperatura de trabajo, mientras que el **vapor** puede licuar o solidificar debido a un incremento de presión a una temperatura superior a su temperatura crítica.

Rangos de vacío	Presión	Densidad de moléculas/cm ³
Vacío medio	Atm – 10 ⁻³ Torr	10 ¹⁹ – 10 ¹³
Alto vacío	10 ⁻⁶ Torr → 10 ⁻³ Torr	10 ¹³ – 10 ⁹
Ultra alto vacío (UHV)	↓ 10 ⁻⁶ Torr	< 10 ⁹

Unidades de medida

	pascal (Pa)	bar (bar)	atmósfera (atm)	torr (Torr)	libra-fuerza por pulgada cuadrada (psi)
1 Pa	$\equiv 1 \text{ N/m}^2$	10^{-5}	$9,8692 \times 10^{-6}$	$7,5006 \times 10^{-3}$	$145,04 \times 10^{-6}$
1 bar	100.000	$\equiv 10^6 \text{ dyn/cm}^2$	0,98692	750,06	14,5037744
1 atm	101325	1,01325	$\equiv 1 \text{ atm}$	760	14,696
1 Torr	133,322	$1,3332 \times 10^{-3}$	$1,3158 \times 10^{-3}$	$\equiv 1 \text{ Torr}; \approx \text{mmHg}$	$19,337 \times 10^{-3}$
1 psi	$6,894 \times 10^3$	$68,948 \times 10^{-3}$	$68,046 \times 10^{-3}$	51,715	$\equiv 1 \text{ lbf/in}^2$

Composición de la atmósfera

Tipo de gas en el aire	Símbolo	% Volumen	Presión parcial (Torr)
Nitrógeno	N ₂	78	593
Oxígeno	O ₂	21	159
Argón	Ar	0.93	7.1
Dióxido de carbono	CO ₂	0.03	0.25
Neón	Ne	0.0018	1.4x10 ⁻²
Helio	He	0.0005	4.0x10 ⁻³
Kriptón	Kr	0.0001	8.7x10 ⁻⁴
Hidrógeno	H ₂	0.00005	4.0x10 ⁻⁴
Xenón	Xe	0.0000087	6.6x10 ⁻⁵
Agua	H ₂ O	Variable	5 to 50 Torr

Parámetros atmosféricos/altura

<i>Altura (Km)</i>	<i>PRESION (mbar)</i>	<i>TEMPERATURA (°C)</i>	<i>DENSIDAD (g/cm³)</i>	<i>Nº PARTICULAS (Nº/ cm³)</i>
0	1013	+15	$1.22 \cdot 10^{-3}$	$2.5 \cdot 10^{+19}$
1.6	835	+5	$1.22 \cdot 10^{-3}$	$2.5 \cdot 10^{+19}$
2	795	+2	$1.22 \cdot 10^{-3}$	$2.5 \cdot 10^{+19}$
4	616	-11	$1.22 \cdot 10^{-3}$	$2.5 \cdot 10^{+19}$
6	472	-24	$1.22 \cdot 10^{-3}$	$2.5 \cdot 10^{+19}$
8	356	-37	$1.22 \cdot 10^{-3}$	$2.5 \cdot 10^{+19}$
10	264	-50	$4.1 \cdot 10^{-4}$	$8.6 \cdot 10^{+18}$
12	193	-56.5	$4.1 \cdot 10^{-4}$	$8.6 \cdot 10^{+18}$
14	141	-56.5	$4.1 \cdot 10^{-4}$	$8.6 \cdot 10^{+18}$
18	103	-56.5	$4.1 \cdot 10^{-4}$	$8.6 \cdot 10^{+18}$
20	55	-56.5	$8.9 \cdot 10^{-5}$	$1.85 \cdot 10^{+18}$

Aplicaciones industriales

- Empaquetado de alimentos.
- Evacuación y secado de circuitos frigoríficos.
- Secado e impregnación de transformadores.
- Sistemas de soldadura por haz de electrones.
- Hornos de fusión y tratamientos térmicos.
- Crecimientos de capas finas (óptica, tratamientos duros, etc.)
- Metalización de faros y espejos.
- Industria de semiconductores.
- Sistemas de detección de fugas de Helio.
- Fabricantes de criostatos y tanques criogénicos.
- Sistemas de análisis de gases por espectrometría de masas.

Aplicaciones en investigación

- Crecimiento de capas en óptica y electrónica.
- Sistemas de análisis de superficie (XPS, SIMS, etc.)
- Cámaras de simulación espacial.
- Reactores de fusión.
- Grandes aceleradores de partículas.

- Desde el punto de vista experimental, el desarrollo de la física de superficies e interfaces está íntimamente relacionado con los avances en las técnicas de UHV.
- La preparación de una superficies bien definida con una contaminación despreciable, requiere presiones menores que 10^{-10} Torr.
- Un equipo moderno de UHV consiste en un recipiente de acero inoxidable (conocida como cámara de UHV, en la cual se va a estudiar una superficie o se va llevar a cabo un proceso), una estación de bombeo y medidores de vacío.

Recorrido o camino libre medio de moléculas en un gas

Recorrido libre medio (λ): Es la distancia que una molécula puede recorrer entre dos colisiones sucesivas con otras moléculas de gas. Esta distancia puede variar en función de la presión, temperatura del gas y el tamaño de las moléculas. La fórmula que se aplica, para aire a temperatura ambiente, es la siguiente:

$$\lambda = \frac{kT}{\sqrt{2}\pi\xi^2 P}$$

ξ : Diámetro de la molécula

P: Presión

T: Temperatura

En condiciones de UHV, el camino libre medio de las moléculas en la cámara es de unos cuantos metros. Esto significa que las moléculas chocan primero con las paredes de la cámara que entre ellas mismas.

Camino libre medio de moléculas en un gas

Presión	760 Torr	1×10^{-3} Torr	1×10^{-9} Torr
Cantidad de moléculas/cm³	3×10^{19}	4×10^{13}	4×10^7
Camino libre medio	5×10^{-6} cm	5 cm	48 km

¿Por qué se requiere UHV?

El tiempo típico para realizar una medición de una superficie es de al menos 10^4 s (más de dos horas).

Para mantener la superficie con menos de 1/100 de una monocapa de moléculas (10^{13} moléculas por cm^2), asumiendo una probabilidad de adsorción de 1, se requieren presiones menores a 10^{-12} Torr. Como la mayor parte de las moléculas son inocuas a la superficie (no todas se adsorben), entonces basta con trabajar a presiones del orden de **10^{-10} Torr**.

El volumen típico de una cámara de UHV es de 100 litros y el área superficial interna de 1 m^2 . En este caso, a una presión de 10^{-10} Torr el número de moléculas en la fase gaseosa es 10^{11} y **el camino libre medio es aproximadamente 10^6 m**. Esto significa que a esta presión la probabilidad de colisión de moléculas en la fase gaseosa es bajísima, es decir que las moléculas viajan dentro de la cámara sin colisionar con otras.

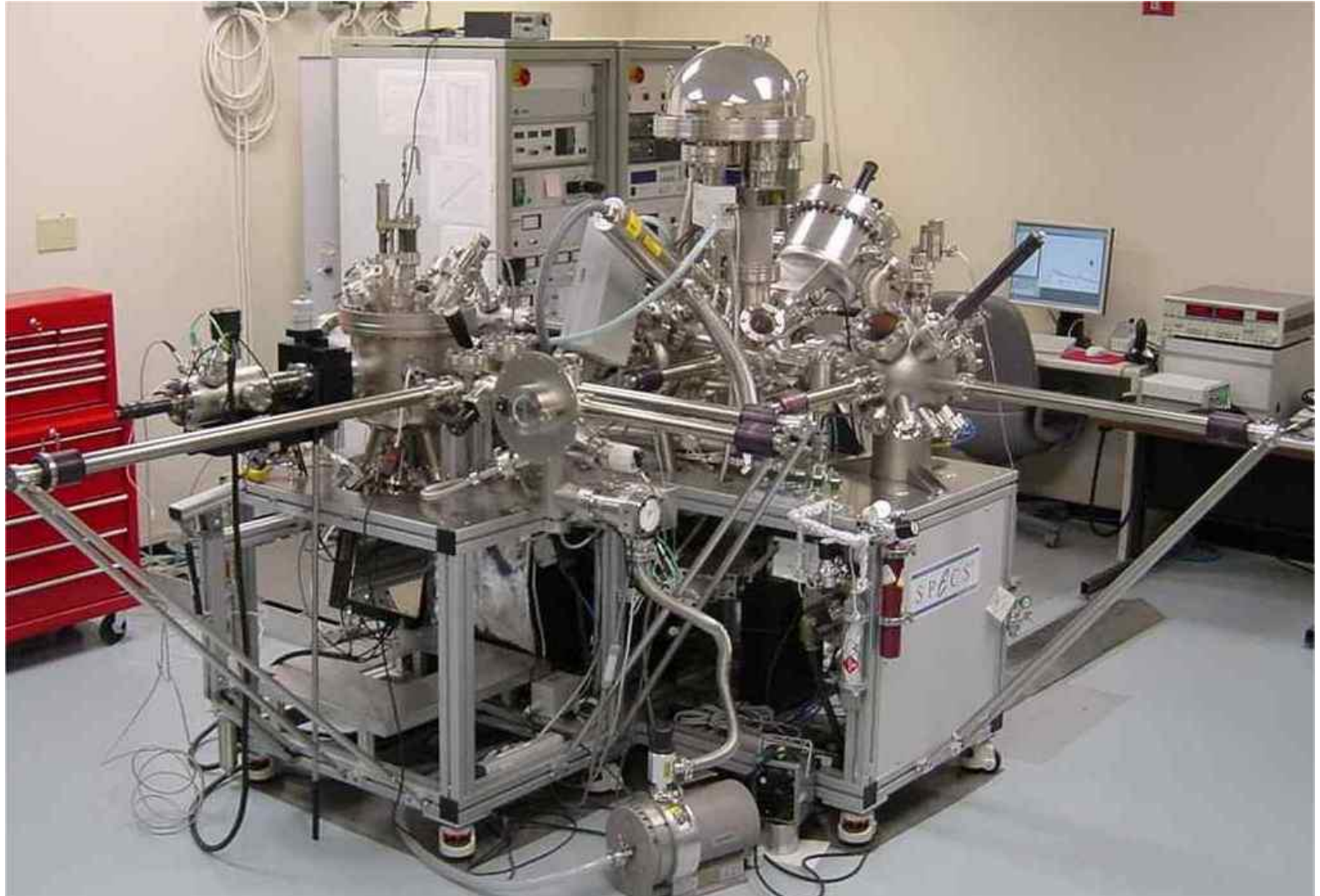
En conclusión, se requiere UHV para:

- evitar colisiones entre partículas (electrones, moléculas, iones, etc.);
- permitir analizar o modificar la superficie de un material sin que la adsorción de moléculas de gas (contaminación) interfiera.

¿Cómo son las cámaras de UHV?

- De acero inoxidable o aleaciones especiales (75% Ni, 14% Fe, Cu y Mo)
- Tiene múltiples tipos de bombas
- Tienen múltiples sensores de vacío
- Tienen mecanismos para manipular las muestras en su interior, control de temperatura y posibilidad de visión
- Con sistemas para el ingreso controlado de gases
- Con técnicas analíticas múltiples: microscopías (STM, AFM), espectroscopías (XPS, UPS, HREELS, etc.).

Tecnología de UHV



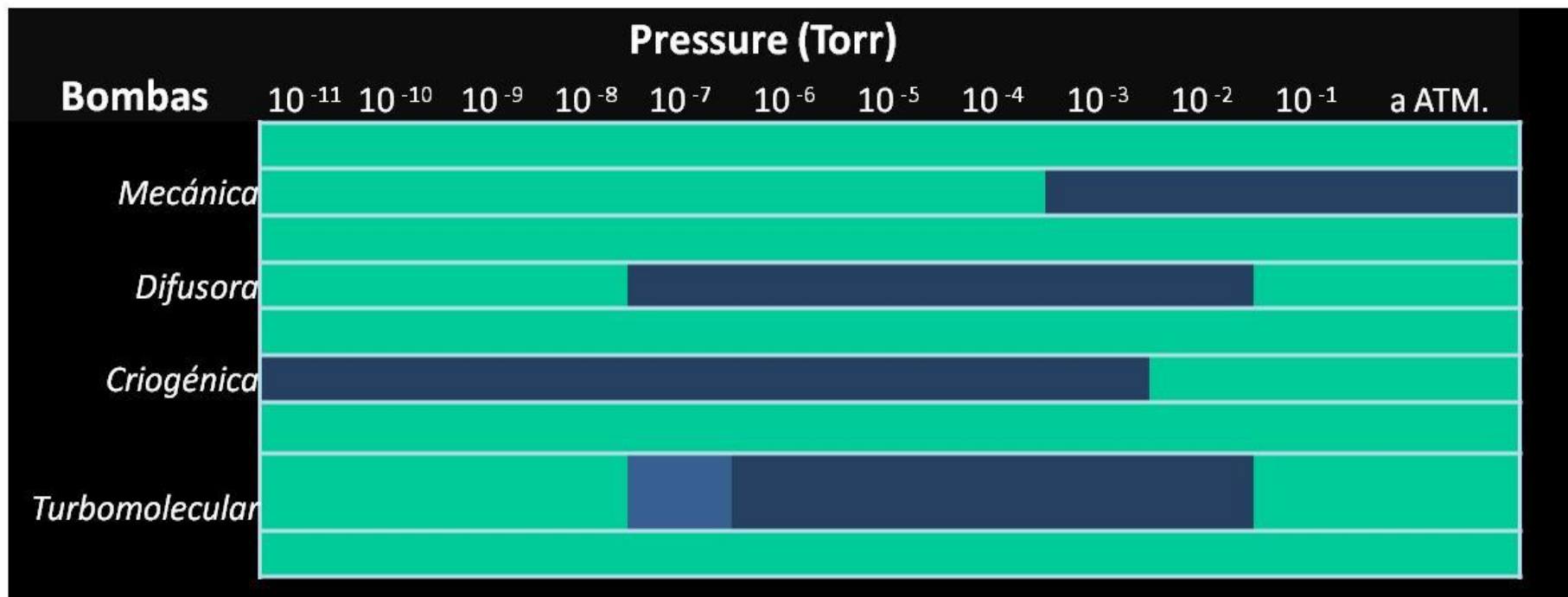
Ejemplo de cámaras de UHV.

Tecnología de UHV. Bombas de vacío y rangos de trabajo

Las bombas de vacío son los aparatos utilizados para remover el gas de un recinto o cámara, reduciendo la presión.

Las utilizadas en nanofabricación se pueden clasificar en dos grupos:

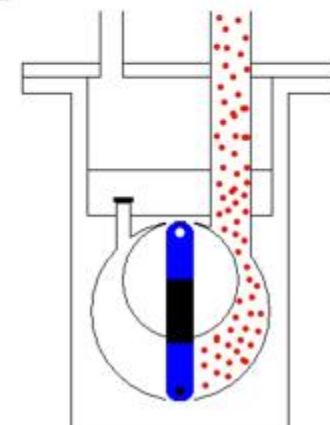
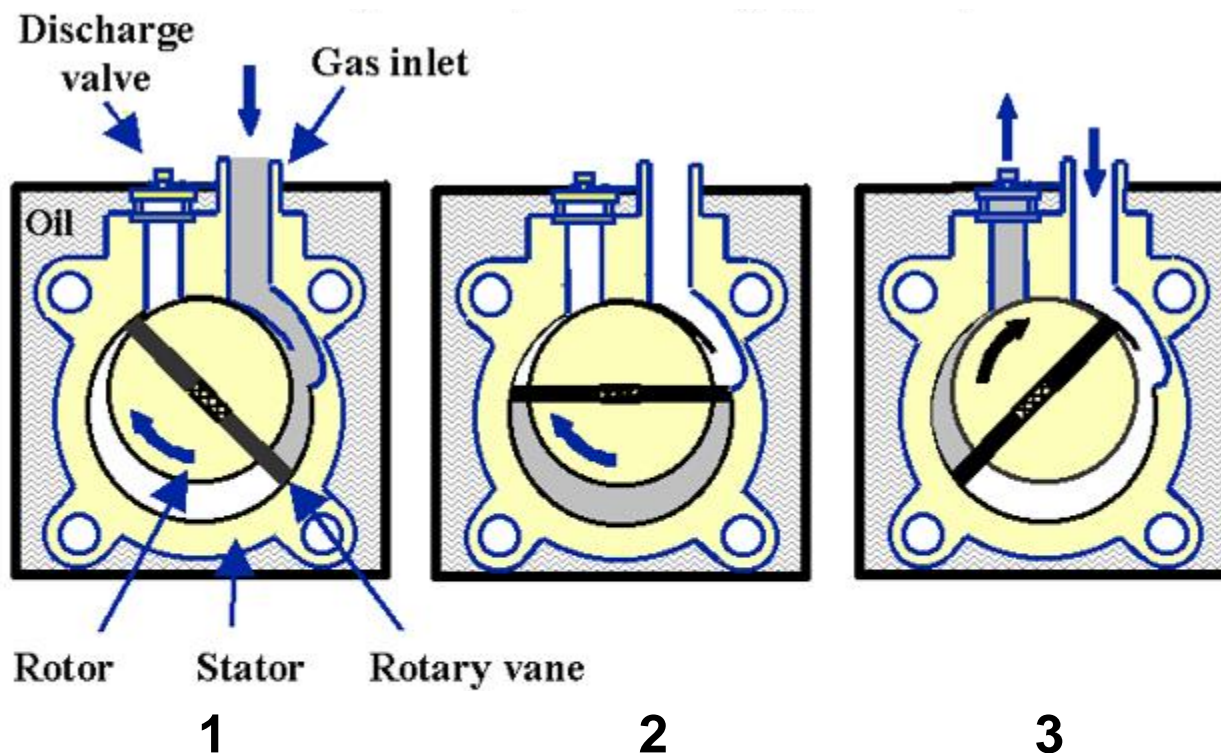
- mecánicas
- bombas de alto vacío



Metodología para alcanzar UHV. Ejemplo:

1. Se utiliza bombas mecánicas para alcanzar presiones en el rango de 10^{-2} y 10^{-4} Torr.
2. Se utiliza una bomba turbomolecular para alcanzar presiones en el rango de 10^{-6} y 10^{-7} Torr.
3. Se cierra la válvula que comunica la bomba turbo con la cámara y se enciende la bomba iónica.
4. El paso más importante para tener UHV es el proceso de recocido de la cámara. Cuando las paredes interna de la cámara de UHV han sido expuesta al aire, estas paredes son recubiertas por una película de agua (H_2O se adhiere bien debido a su alto momento bipolar). Después del proceso de bombeo, estas moléculas de H_2O se desorven lentamente, sin importar la alta velocidad de bombeo. La presión más baja que puede ser obtenida es de 10^{-8} Torr. Con el fin de librar la cámara de esta película de agua se necesita un recocido de 10 horas a una temperatura entre 150 y 180 °C. Este recocido se inicia cuando la cámara alcanza una presión de 10^{-6} Torr.

Bombas mecánicas



Principio de funcionamiento: El rotor excéntrico, que es accionado por un motor, tiene paletas móviles que sellan con una película de aceite de baja presión de vapor. El gas tomado desde la cámara (1) es comprimido (2) y expulsado al ambiente (3).

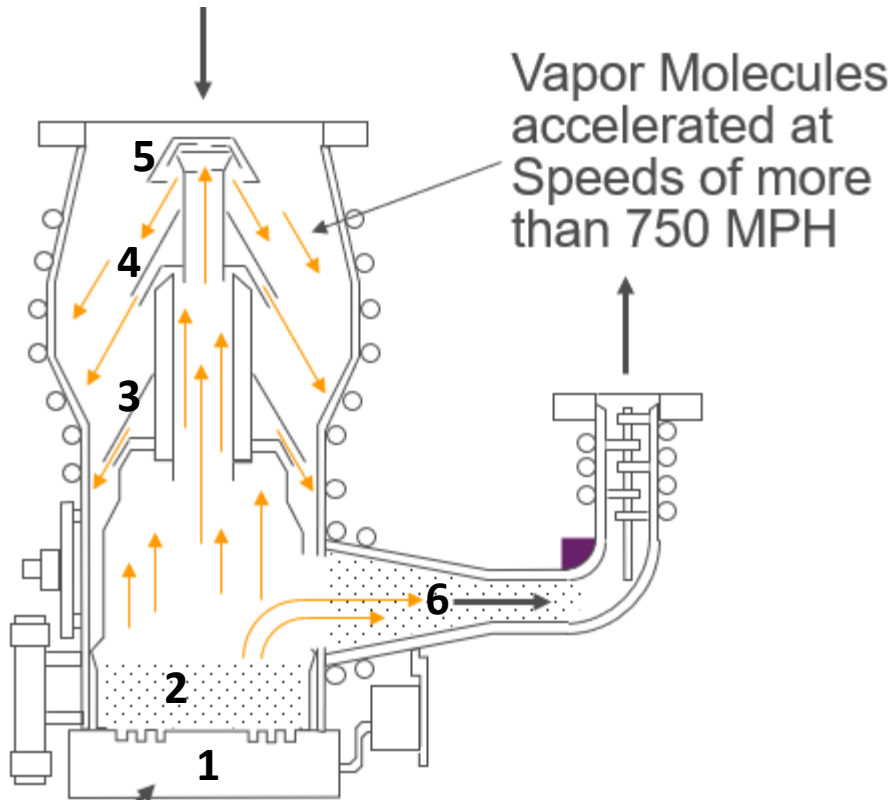
Rango de trabajo: desde presión atmosférica hasta vacío bajo ($> 10^{-3}$ Torr).

Bomba difusora

Un calentador eléctrico (1) hace evaporar el aceite (2). Las toberas (3; 4 y 5) son refrigeradas por agua para que los vapores el aceite condensen. El gas es empujado por el aceite y evacuado por 6 con apoyo de una bomba mecánica.

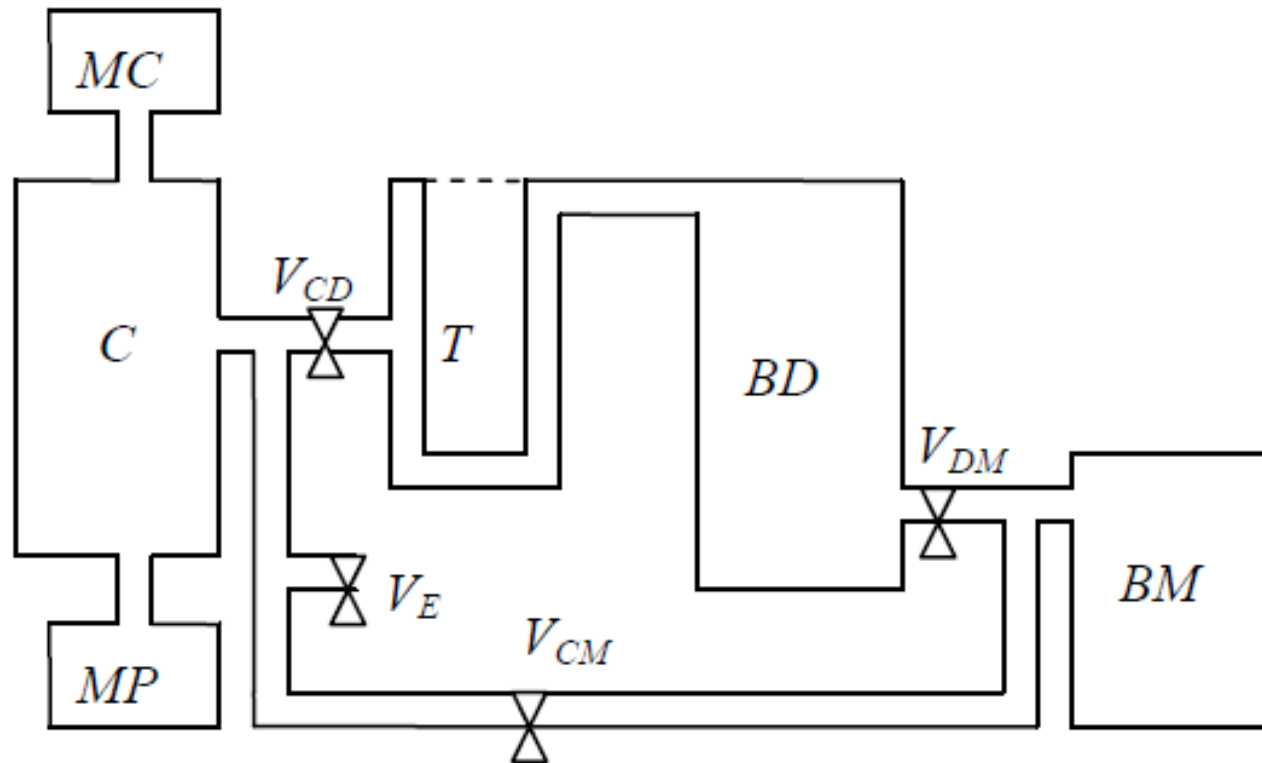
El aceite es de muy baja presión de vapor y, además, no puede calentarse en presencia de oxígeno porque se degrada. Por ello se requiere un vacío previo (con bomba mecánica) antes de poner en funcionamiento la bomba difusora.

La cámara a evacuar está conectada por la parte superior de la difusora.



Bomba difusora

Esquema de vacío típico para el funcionamiento de una bomba difusora.



BM: bomba mecánica

BD: bomba difusora

T: trampa

MP y MC: medidores

C: cámara a evacuar

V: válvulas

Bomba turbomolecular

Se compone de juegos de paletas móviles (rotor) y otros de paletas fijas (estator). Tanto las paletas móviles como las fijas están orientadas para que las moléculas presentes a la entrada (área de baja presión) sean lanzadas progresivamente hacia el área de alta presión (salida) donde son extraídas por una bomba auxiliar. En estas bombas, las paletas actúan como si fuesen raquetas de tenis, y cuando una molécula de gas se interpone en su trayectoria la impulsan en dirección al área de alta presión. Para que una bomba de este tipo sea eficaz, su velocidad lineal tiene que ser igual o superior a la velocidad de las moléculas (del orden de 450 m/s). Para conseguir esto, las paletas de una de estas bombas con un diámetro de giro de 6 cm tiene que alcanzar las 60.000 revoluciones por minuto. Para bombas mayores basta con 40.000 rpm.

Estas bombas tiene forzosamente que trabajar en vacío por dos razones, primero para que el gas se comporte en forma molecular y segundo porque se necesitarían varios kilovatios para poder hacer girar estas bombas a presión atmosférica.

Para que las bombas turbo puedan mantener estos regímenes de revoluciones tan altos se requieren varias sofisticaciones mecánicas. No pueden funcionar con motores con escobillas, los rozamientos tienen que ser mínimos, la vibración de todo el cuerpo móvil debe ser mínima, no pueden desprenderse gases y no puede producirse calor en el interior porque al estar en el vacío terminarían por quemarse.

Para conseguir estas características, el rotor de las bombas está construido a partir de una única pieza de titanio o aleaciones de aluminio muy resistentes. El peso se reduce al mínimo y se equilibran dinámicamente para que no exista ningún desplazamiento del centro de masas. Debido a que las paletas no deben soportar muchos esfuerzos se hacen tremendamente delicadas y finas. Para reducir los rozamientos se emplean cojinetes cerámicos, que no necesitan engrase y aguantan temperaturas mucho más altas que los metálicos. Algunas bombas grandes en vez de emplear rodamientos cerámicos emplean levitación magnética, de manera que mantienen el conjunto rotor en su posición sin contacto mecánico con ningún otro material, de esta manera reducen los rozamientos al mínimo y sin necesidad de lubricación.

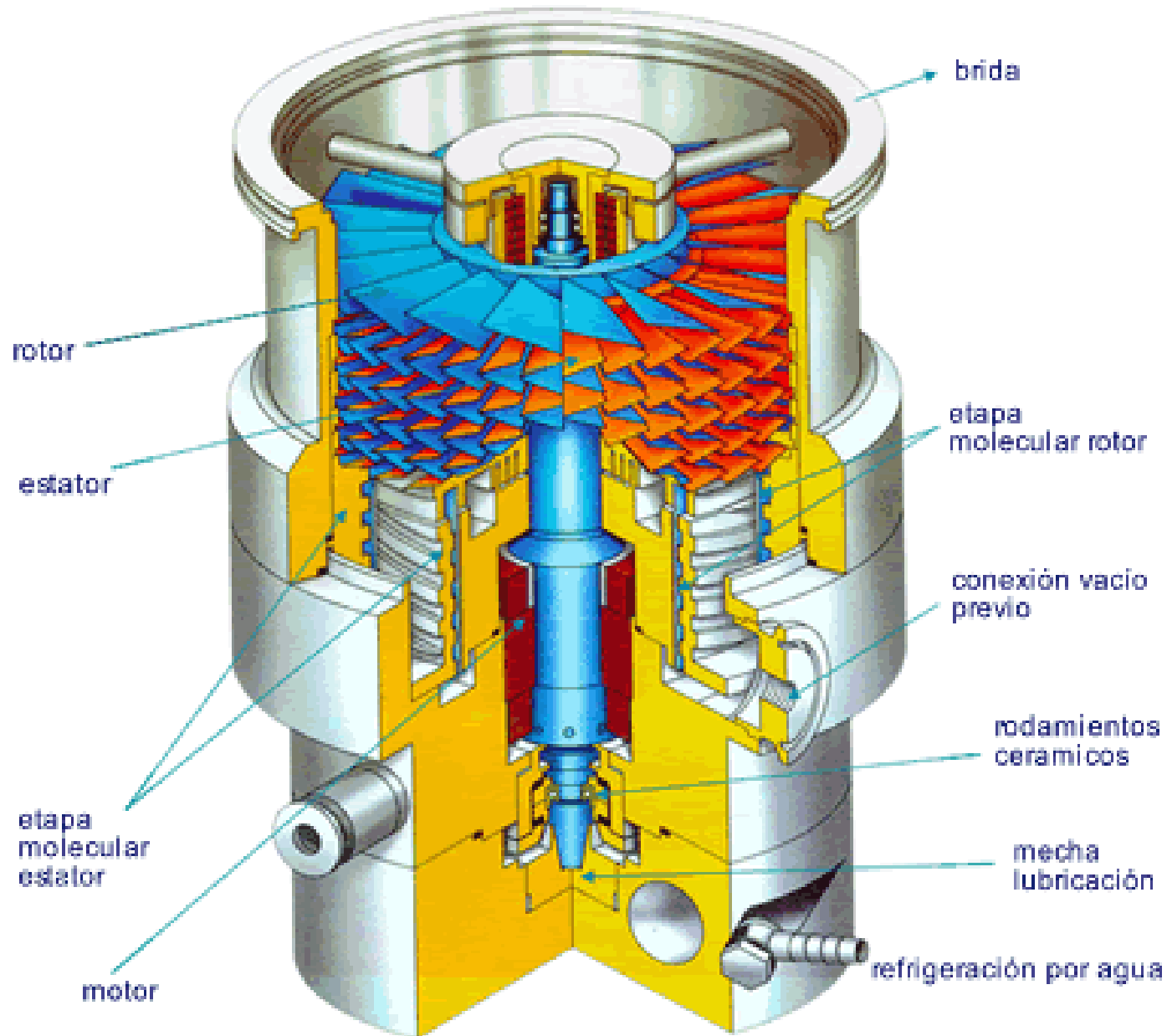
Bomba turbomolecular

El motor que mueve las paletas es solidario y coaxial con éstas, por lo tanto el motor debe proporcionar las mismas revoluciones que necesita el rotor. Además hay que considerar que el diseño de estos dispositivos debe ser estanco. Estas bombas se mueven mediante un motor asíncrono con rotor en jaula de ardilla. El estator está formado por tres pares de devanados desplazados 120 grados de manera que al ser excitados por una corriente trifásica generan un campo magnético rotatorio que arrastra al rotor. El rotor gira a las mismas revoluciones que el campo magnético (suponiendo un solo par de polos por fase) y por lo tanto a la frecuencia de alimentación. Cuando se le exige esfuerzo al motor, las revoluciones del rotor bajan y se produce un deslizamiento, el par de estos motores es proporcional al deslizamiento.

Como se ha dicho, la velocidad de giro es la de la frecuencia de alimentación, así es que si alimentásemos uno de estos motores a 50 Hz de la red no conseguiríamos más que una velocidad de rotación de 50 revoluciones por segundo que equivalen a 3000 rpm. Como necesitamos 60.000 rpm, tenemos que emplear una frecuencia 20 veces mayor, 1000 Hz, pero a esta frecuencia el par no produciría fuerza ni para vencer los rozamientos de los rodamientos, así es que se alimente a 1200, esperando que el rotor alcance al menos las 60.000 rpm.

La energía cinética del conjunto motor-rotor de estas bombas es muy alta debido a su alto número de revoluciones. Como se sabe, esta energía cinética es función de la masa, del radio equivalente de masas y del cuadrado de la velocidad angular. Como la velocidad angular es 25 veces superior a la de un motor convencional su energía cinética será 625 veces mayor, lo que significa que tanto en el arranque como la parada será mucho más dificultosa. Suponiendo una relación potencia / momento de inercia de dos motores iguales, debido al alto número de revoluciones, una bomba turbo tardará 625 veces más tiempo en alcanzar su régimen normal de revoluciones que un motor convencional. Como promedio, una bomba turbo suele tardar un minuto en alcanzar ese régimen.

Bomba turbomolecular



Bomba iónica

La bomba iónica consiste básicamente en dos electrodos (ánodo y cátodo) y un gran imán. El ánodo normalmente es cilíndrico y está construido de acero inoxidable. El cátodo está a ambas caras del ánodo, siendo tubos de titanio, que hace de material absorbente o "getter".

El campo magnético está orientado a lo largo del eje del ánodo. Los electrones son emitidos desde el cátodo por acción del campo eléctrico y debido a la presencia del campo magnético, se mueven en trayectorias helicoidales, provocando colisiones con las moléculas dentro de las celdas.

El resultado de las colisiones de los electrones es la creación de iones que son acelerados por el voltaje del ánodo (del orden de kilovoltios) y movido directamente al cátodo.

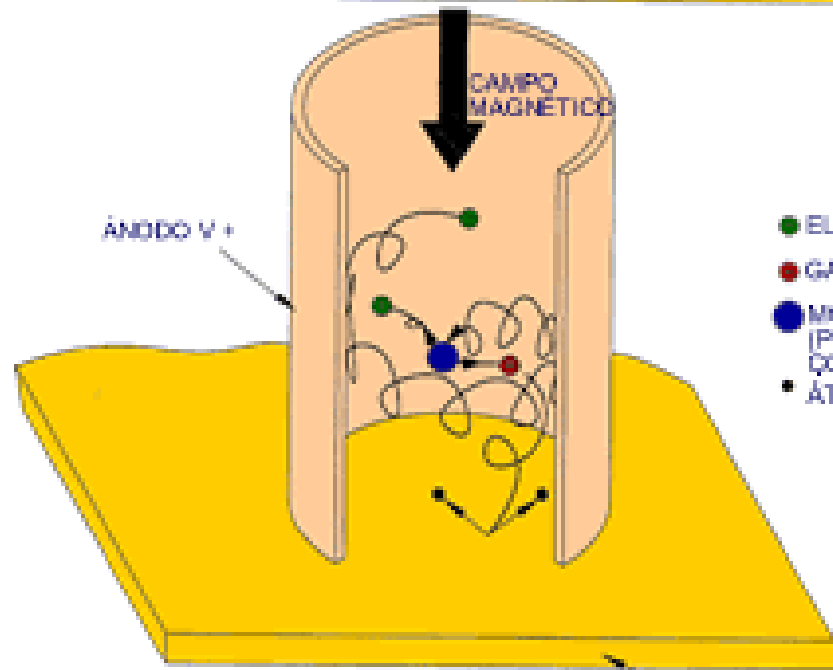
La influencia del campo magnético es pequeña ya que la masa atómica del ión es muy grande comparada con la del electrón.

Los iones impactan en la superficie del cátodo de titanio, formando una película de elementos químicos estables (CO , CO_2 , H_2 , N_2 , O_2). Este es el efecto de bombeo.

La efectividad de la bomba, es proporcional a la presión de la misma. La velocidad de *bombardeo* depende de la masa de las moléculas y de su reactividad con el material del cátodo (actúa como una trampa química).

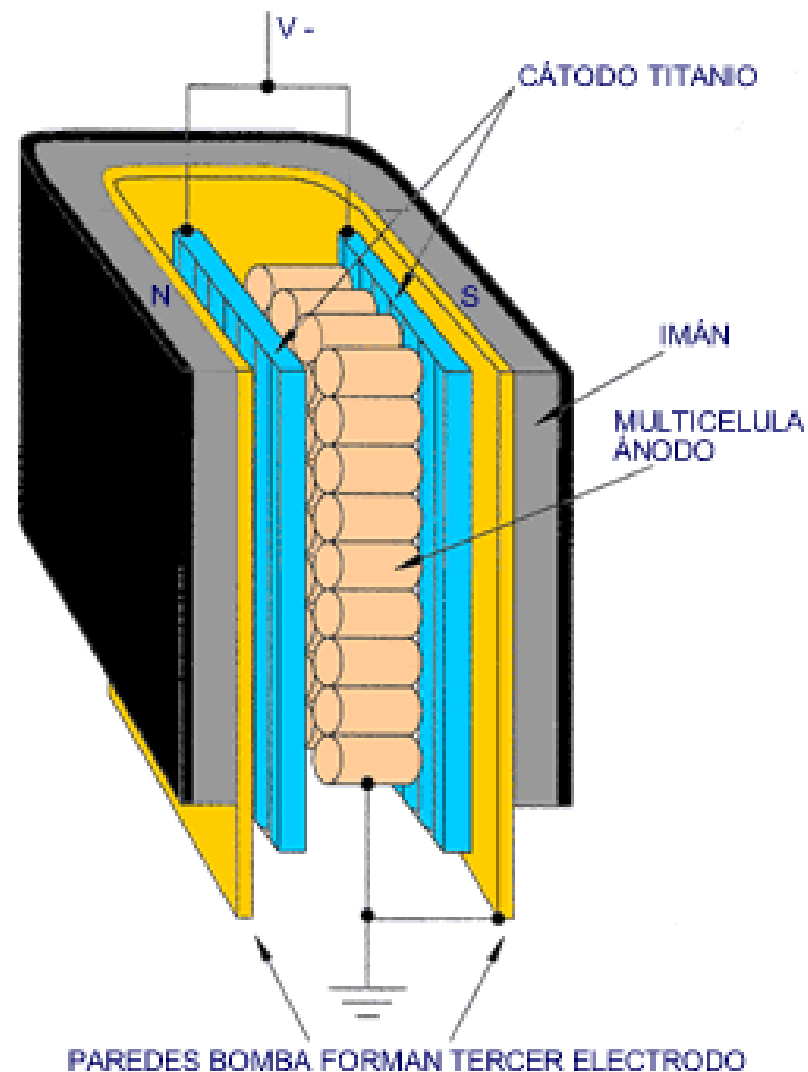
Como efectos colaterales del bombardeo dentro de la bomba iónica, los iones penetran hasta 10 capas atómicas en el material del cátodo.

Bomba iónica



- ELECTRON
- GAS IONIZADO
- MOLECULA GAS (PUNTO DE COLISION)
- ÁTOMO Ti

CÁTODO V-



Bomba criogénica

La mayoría de los gases condensan a temperaturas extremadamente bajas. Este principio se usa para obtener una absorción de gases mediante un proceso físico. Se enfría una superficie metálica a una temperatura de 15 a 20 °K, lo que se consigue por ejemplo con helio líquido. La superficie fría está dentro de una cámara y los gases circundantes van condensando ella debido a su baja temperatura. Las bombas criogénicas son en realidad tres bombas en una. La matriz de entrada de la bomba funciona de 60 a 100 °K para condensar el vapor de agua e hidrocarburos pesados en las superficies metálicas. Tras la matriz de entrada, una matriz de condensación opera de 10 a 20 °K para capturar argón, nitrógeno, oxígeno y la mayoría de los otros gases. En este rango de temperaturas, casi todos los gases forman densos sólidos similares al hielo con bajas presiones de vapor. Hidrógeno, neón y helio no forman sólidos a esas temperaturas y debe ser mantenidos por adsorción en carbón activo de 10 a 12 °K. Un tercer mecanismo de bombeo se alcanza mediante la adhesión de pepitas o gránulos de carbón a la superficie protegida interior de la matriz de condensación de 10 °K. Los gases condensables se depositan en las superficies metálicas más externas en su primera colisión manteniendo el carbón sólo disponible para los gases ligeros. Las bombas criogénicas de alta velocidad de vapor de agua permiten al sistema alcanzar una aceptable baja presión en un mínimo período de tiempo. Las bombas de alto vacío proporcionan altas velocidades de bombeo para todo tipo de gases, capturándolos y almacenándolos como sólidos congelados o hielo. Como los gases a presión atmosférica ocupan cerca de mil veces más volumen que como sólidos congelados, grandes cantidades de gas pueden ser almacenadas en el interior de la bomba. Eventualmente, la bomba necesitará ser descongelada o regenerada. La regeneración es el proceso de calentar el interior de la criobomba para revaporizar los gases congelados emitiéndolos a la atmosfera. Se lleva a cabo parando el refrigerador, calentando las matrices por encima de la temperatura ambiente y purgando los gases residuales y el agua del cuerpo de la bomba.

Antes de encender la bomba, debe haber al menos 7×10^{-3} torr de vacío, pero no hace falta un bombeo continuo de una bomba mecánica como en la difusora o en la turbomolecular. Para apagar la bomba, debe bombearse mediante una bomba mecánica, para evacuar los gases depositados, los que serán liberados a medida que la bomba criogénica pierde frío.

Bomba criogénica

