Horror Vacui

Agradecimientos

A CONACYT por el apoyo económico brindado.

I want to thank my lovely mentor Marcy Stutzman for all the knowledge she shared to me and for all the kindness and patience she has.

This project is supported by the JSA Initiatives Fund Program, a commitment from the JSA owners, SURA and PAE Applied Technologies. Initiatives Funds support programs, initiatives, and activities that further the scientific outreach, promote the science, education and technology of the Jefferson Lab and benefit the Lab's extended user community in ways that complement the Lab's basic and applied research missions.

Thanks to Carlos Hernández García, Phil Adderley and all the Injectors Group members. Thanks to Hari Areti and Lisa Surles-Law, the Department of Energy, the Jefferson Lab, Old Dominion University and the RESFAC Staff.

Implementación de un Sistema de Bomba Iónica, NEG y Criogénica BNNT Horneable para alcanzar Extremo Alto Vacío.

Resumen

Las nuevas iniciativas de aceleradores dedicados a la investigación de la física nuclear y de altas energías requieren la producción de electrones de espín polarizado por fotoemisión de arsenuro de galio (GaAs) dentro de cañones de alto voltaje de corriente directa (DC). Los foto cañones de GaAs deben proporcionar una corriente media alta (≫1 mA) y una larga vida útil. Extender el tiempo de vida operacional de los fotocátodos de GaAs depende de la capacidad para mejorar el vacío dentro de la cámara. La obtención de presión en el régimen de extremo alto vacío (XHV) requiere una cuidadosa selección de materiales y conocimiento de las características de las bombas. Por otro lado, la medición de la presión en el régimen XHV es un reto, por lo que se deben usar dispositivos que permitan valorar la contribución de los rayos X a la presión. En este proyecto se investigó la tecnología de criobombas para alcanzar y mantener el régimen de XHV en el interior de una cámara de vacío de un cañón de electrones, $P < 10^{-12}$ Torr, utilizando un sistema que consiste en una criobomba horneable con Nanotubos de Nitruro de Boro (BNNT) adherido mecánicamente, una bomba iónica y bombas tipo embebedor no evaporable (NEG). Para determinar la configuración óptima se utilizó el software de simulación de Monte Carlo, MolFlow+ para modelar la distribución de presión en la cámara, utilizando las tasas esperadas de desgasado, las temperaturas medidas y las velocidades de bombeo esperadas para las NEG, bomba iónica y criobomba. Posteriormente se montó un ensamble experimental, para determinar el límite de rayos X de un sensor tipo iónico extractor y un medidor Watanabe bent belt-beam (3BG) que se usó para medir la presión real dentro de la cámara.

Implementation of Ion Pump, NEG and Bakeable BNNT Cryopump System to Reach Extreme High Vacuum

Abstract

New accelerator initiatives require spin polarized electron photoinjectors. The gallium arsenide (GaAs) photoguns must provide high average current (\gg 1mA) and a long operating lifetime. Its performance depends on our ability to improve vacuum inside the chamber. The Center of Injectors and Sources (CIS) at Thomas Jefferson National Accelerator Facility has nearly reached extreme high vacuum (XHV) $P = 1 \times 10^{-12}$ Torr by combining Non-Evaporable Getter (NEG) pumps and ion pumps(IP) in the Continuous Electron Beam Accelerator Facility (CEBAF) polarized source. Obtaining XHV pressure requires careful material selection and preparation, and appreciation for pump characteristics, capability and limitations. Measuring pressure at XHV is also a challenge so gauges must be used that have low x-ray limits, and the x-ray contribution to the pressure must be measured. In this project we investigated cryopump technology to maintain an XHV regime on the electron gun to achieve $P < 10^{-12}$ Torr, using a bakeable cryopump with mechanically attached Boron Nitride Nanotubes (BNNT), and the NEG-ion pump system. We also measured the x-ray limit of the extractor and bent belt-beam (3BG) gauge that we used to measure the pressure. Additionally we used the Monte Carlo simulation software MolFlow+ to model the pressure distribution in the chamber, using the expected outgassing rates, measured temperatures, and expected pump speeds for the NEG, ion and cryopumps.

Índice General

D	edica	ıtoria	Ι
A	grad	ecimientos	II
R	esum	ien	III
A	bstra	ict	\mathbf{IV}
Ín	dice	General	\mathbf{V}
1	Inti	roducción	1
	1.1	Fotocátodos de Arsenuro de Galio	2
		1.1.1 Efecto de los Gases Residuales en la Eficiencia Cuántica	3
		1.1.2 Caracterización de XHV	4
	1.2	Objetivos	6
	1.3	Metas	7
	1.4	Estructura de Tesis	8
2	Ma	rco Teórico	9
	2.1	¿Qué es Vacío?	9
	2.2	Teoría Cinética de Gases	10
		2.2.1 Gas Ideal	11

	2.3	Distril	bución de Velocidades de Maxwell-Boltzmann	13
	2.4	Trayed	ctoria Libre Media	14
	2.5	Flujo	de Gas	14
		2.5.1	Número de Knudsen	15
	2.6	Rango	os de Vacío	17
		2.6.1	Vacío Bajo	17
		2.6.2	Vacío Medio	18
		2.6.3	Alto Vacío	19
		2.6.4	Ultra Alto Vacío (UHV)	19
		2.6.5	Extremo Alto Vacío (XHV)	20
	2.7	Condu	ıctancia	21
	2.8	Fuente	es de Gas	21
		2.8.1	Desgasado	21
		2.8.2	Fugas de Gas	24
	2.9	Presió	n Final	25
3	Ger	ieració	n y Caracterización del Vacío	27
	3.1	Bomb	as de Vacío	27
		3.1.1	Bombeo Previo: Bombas Mecánicas y Turbomoleculares	28
		3.1.2	Bombas Iónicas	30
		3.1.3	Embebedor no Evaporable (NEG)	32
		3.1.4	Bomba Criogénica	36
	3.2	Caract	terización de Vacío	41
		3.2.1	Medidores de Ionización	42
		3.2.2	Límite de Rayos X	46
	3.3	Detect	ción de Fugas	48
		3.3.1	Analizador de Gases Residuales	49

	3.4	MolFlow+	50
4	Met	todología	54
	4.1	Diseño	54
	4.2	Limpieza	57
	4.3	Ensamblado	59
	4.4	Bombeo hasta HV	61
	4.5	Horneado	63
	4.6	Bombeo hasta XHV	65
	4.7	Medición del Vacío	67
	4.8	Límite de Rayos X	68
	4.9	Simulaciones en MolFlow+	69
5	Res	ultados	73
	5.1	Simulaciones en MolFlow+	74
	5.2	Resultados Experimentales	76
		5.2.1 Caso 1	76
		5.2.2 Caso 2	77
		5.2.3 Caso 3	78
	5.3	Medición del Límite de Rayos X	80
		5.3.1 Medidor Extractor	80
		5.3.2 Medidor 3BG	83
	5.4	Presión Real del Sistema	84
	5.5	Simulaciones en MolFlow+	85
	5.6	Discusión	87
6	Con	nclusiones	90
	6.1	Trabajo a Futuro	91

VII

Bibliografía

92

Capítulo 1

Introducción

Los haces de electrones son esenciales en el mundo de la física nuclear y de altas energías. Para los aceleradores, los electrones se generan típicamente a través de la fotoemisión o la emisión termiónica [1].

Se requieren cuatro componentes esenciales para generar un haz de electrones:

- El cátodo, un material del que se extraen los electrones. En emisión termiónica, una superficie calentada sirve como cátodo, como los filamentos de tungsteno; en una fuente de fotoemisión, el cátodo es un material sensible a la luz denominado fotocátodo, como es el caso del GaAs.
- Una fuente de energía para liberar electrones por encima de la función de trabajo del material, la diferencia entre su energía de Fermi y la energía de vacío. Esa fuente puede ser térmica, en el caso de emisión termiónica, o electromagnética (generalmente luz láser), en fotoemisión.
- Un campo eléctrico para acelerar los electrones y formar un haz colimado.
- Un ambiente de vacío, que evita la dispersión de electrones por moléculas de gas y protege al cátodo de la contaminación ($P = 1 \times 10^{-11} 1 \times 10^{-12}$ Torr).

Aunque la emisión termiónica sigue siendo el método más frecuente para generar electrones en los aceleradores, muchos experimentos de física de partículas que requieren un haz de electrones polarizado, en tales casos es necesario el uso de fotocátodos, como el arsenuro de galio (GaAs) [2].

1.1 Fotocátodos de Arsenuro de Galio

Los fotocátodos de arsenuro de galio se han convertido en un tipo de cátodo muy usado como fuente de electrones en los aceleradores lineales (Linac, por sus siglas en inglés) modernos. Una vez activados a un estado de baja afinidad electrónica (LEA, por sus siglas en inglés) e iluminados por un láser, estos materiales pueden ser usados como una fuente de luz de alta luminosidad tanto para electrones polarizados como para no polarizados. Los cañones de electrones de GaAs deben proveer una corriente media muy grande (\gg 1mA) a alta polarización y con un tiempo de vida operacional suficientemente largo. Sin embargo, en muchos laboratorios del mundo, estos fotocátodos han tenido vidas operativas cortas cuando trabajan a una corriente media alta, deteriorándose bastante rápido debido al envenenamiento superficial por la presencia de moléculas de compuestos de oxígeno encontradas en condiciones de alto y ultra alto vacío incluso sin suministro de haz de electrones [3].

La principal limitación de los fotocátodos de GaAs es su corta vida media. Su eficiencia cuántica (QE, por sus siglas en inglés), esto es, el número de electrones emitidos por fotón incidente, se deteriora muy fácilmente en sistemas de ultra alto vacío (UHV, por sus siglas en inglés) a presiones de 10^{-11} Torr incluso cuando no están siendo operados abajo condiciones de alto voltaje y/o alta potencia de iluminación [3, 4, 5]. El tiempo de vida oscuro de la QE, es decir, 1/e el tiempo de vida de la QE sin la emisión de electrones o el alto voltaje aplicado al cátodo, está en el rango de unas decenas de horas a algunas cientos [3].

Uno de los mecanismos predominantes responsables de la degradación es la contaminación

de la superficie del cátodo por los gases residuales dentro del sistema de vacío [4, 5, 6].

1.1.1 Efecto de los Gases Residuales en la Eficiencia Cuántica

Uno de los parámetros importantes del fotocátodo concierne al uso práctico de su tiempo de vida operacional ya que su QE se degrada por la estabilidad interna de la capa de activación en la presencia de gases oxidantes en la atmósfera residual del sistema de vacío.

N. Chanlek [7, 8] ha estudiado la influencia de gases como O_2 , CO, CO₂, CH₄, N₂, H₂, en la estabilidad de la QE del fotocátodo de GaAs. Como se muestra en la figura 1.1, el CH₄ no tiene efecto sobre la QE, pero O_2 , CO, CO₂ tienen un efecto muy significativo, por ejemplo, el oxígeno a presiones de 1.5×10^{-10} mbar reduce la QE de 6 % a 1 % en 3.4 minutos.

En el segundo artículo reportado, la exposición a N_2 , H_2 y CH_4 no afecta la QE de los fotocátodos, mientras que la exposición a O_2 y CO_2 nos lleva a una reducción sustancial de ésta. Bajo la exposición a CO sólo se observa una pequeña degradación.



Figura 1.1: Disminución de la QE de los fotocátodos debido a la exposición a diferentes gases [7].

Por otro lado, el bombardeo de iones por retroceso es la causa principal de la degradación de la eficiencia cuántica de los fotocátodos en cañones DC [9]. La velocidad de degradación de QE depende fuertemente de la velocidad de producción de iones que es una función de las condiciones de vacío dentro de la cámara del cañón de electrones. La prolongación de la vida útil del fotocátodo de GaAs depende en gran medida de la capacidad para mejorar el vacío. Por todas las razones anteriores, varios centros de investigación han buscado mejorar las condiciones de vacío para la operación óptima de los fotocátodos de GaAs. Particularmente, el Centro de Inyectores y Fuentes (CIS, por sus siglas en inglés) del Thomas Jefferson National Accelerator Facility (Jefferson Lab) ha logrado condiciones de extremo alto vacío (XHV), $P = 1 \times 10^{-12}$ Torr por combinación de bombas tipo NEG y bombas iónicas en la fuente polarizada del Continuous Electron Beam Accelerator Facility (CEBAF) [10]. La criobomba es una alternativa potencial a las bombas iónicas y podría mejorar la presión base cuando se combina con las bombas NEG, por tal motivo, el CIS está investigando el uso de la tecnología de bombas criogénicas para lograr alcanzar un XHV en el cañón de electrones.

Las bombas utilizadas para desarrollar el sistema de vacío de este proyecto fueron:

- NEG. Los módulos SAES SORB-AC NEG Wafer WP 950 [11] (4300 l/s total).
- Bomba iónica Gamma 45S TiTan DIX,XHV/SEM [12] (65.8 *l/s* para hidrógeno).
- Criobomba BNNT horneable (Velocidad de bombeo desconocida).

Más adelante se explicará el funcionamiento detallado de cada una de estas bombas.

1.1.2 Caracterización de XHV

No sólo la obtención de XHV es un desafío, sino también su medición, ya que el límite de la presión medible más baja depende tanto de la presión real en el sistema, como de la contribución de las señales parásitas que alteran la lectura en los medidores. Resulta que el indicador de presión más práctico es la tasa de ionización producida por los electrones que golpean a los átomos de gas residual que se encuentran dentro de la cámara de ultra alto vacío [13].

Existen dos tipos principales de medidores de ionización: de cátodo caliente y de cátodo frío. Los medidores de cátodo caliente utilizan una corriente para calentar un filamento, luego, un potencial eléctrico extrae electrones de las moléculas de gas dentro del sistema. Las moléculas ionizadas producen una corriente que es proporcional a la presión en el interior de la cámara. Los medidores de cátodo frío funcionan de manera similar, pero en lugar de usar un filamento caliente para generar electrones, los atrapan en un campo magnético donde ionizan moléculas de gas. En la actualidad, sólo los medidores de cátodo caliente son confiables para medir presiones inferiores a 1×10^{-11} Torr, debido a una discontinuidad en la curva de calibración de los otros.

Al utilizar este tipo de medidores se produce una señal de rayos X, que son generados por los electrones al golpear las paredes de la cámara o del medidor mismo. El límite de rayos X del dispositivo determina la presión más baja que puede medir. Dicho límite se produce cuando el medidor emite un electrón energizado que golpea la pared del mismo con suficiente energía para generar rayos X [14]. Estos rayos tienen entonces una probabilidad de golpear al colector de iones y causar la fotoemisión de un electrón, lo que generará una corriente del mismo signo que un ion que llega. Este es un efecto pequeño, pero cuando la corriente de rayos X es similar a la corriente de iones dependiente de la presión, la lectura en el medidor no es una medida exacta de la presión en el sistema. Por lo tanto, para caracterizar el UHV y XHV se deben tener en cuenta todas las contribuciones de corriente de ionización que colectarán los medidores [15]. Dentro de este proyecto se investigó la tecnología de la bomba criogénica para mantener un XHV en un cañón de electrones para obtener $P < 10^{-12}$ Torr, usando una bomba criogénica con nanotubos de nitruro de boro (BNNT, por sus siglas en inglés) [16] unidos mecánicamente, los cuales actúan como material criosorbente y el sistema de bomba iónica-NEG. En este proyecto también se busca medir la contribución de las corrientes de rayos X en el medidor extractor y el medidor 3BG para posteriormente restarla de la presión medida y obtener así la presión base del sistema. Además, se utilizó el software de simulación Monte Carlo MolFlow+ para modelar la distribución de presión en la cámara, utilizando las tasas de desgasado, las temperaturas medidas y las velocidades de bombeo esperadas para el sistema NEG, iónica y criobomba.

Debido a los requerimientos, costos, y dificultades para obtener y medir niveles de presión dentro del rango de XHV, existen muy pocos grupos a nivel mundial que realizan investigación en este campo, entre ellos se encuentran: la sección de anillos de almacenamiento de La Organización Europea para la Investigación Nuclear (CERN, por sus siglas en francés) [17, 18, 19], algunos sistemas de grandes detectores como KATRIN (Karlsruhe Tritium Neutrino Experiment) [20] y grupos dedicados al desarrollo de fuentes de luz para aceleradores, que sería el caso del CIS en el Jefferson Lab. Sin embargo, dentro de estos grupos la tecnología de vacío utilizada tanto para la generación como para la medición de XHV continua en desarrollo y estudio, razón por la cual todo esfuerzo enfocado en este objetivo es considerado de alto impacto ya que los resultados son pioneros y por lo tanto altamente relevantes.

1.2 Objetivos

Objetivo General:

Modelar, desarrollar e implementar un sistema de vacío utilizando una combinación de bom-

bas iónicas, criogénicas y NEG para alcanzar XHV. Esto con la finalidad de reducir el deterioro del fotocátodo de GaAs utilizado como fuente de electrones y mejorar así su tiempo de vida útil al aplicar una corriente promedio alta.

Objetivos Específicos:

- Obtener extremo alto vacío de mejor calidad en términos de presión y de gases residuales utilizando bombeo criogénico en lugar de los métodos convencionales.
- Determinar el límite de rayos X de los medidores para tener una lectura certera de la presión del sistema.
- Comparar las simulaciones con las mediciones de presión reales para determinar el coeficiente de adherencia y la velocidad de bombeo de la criobomba.

1.3 Metas

- Modelar el sistema en el software de simulación de Monte Carlo MolFlow+ [21].
- Ensamblar el sistema de vacío que consiste de una cámara similar en tamaño a la del cañón de electrones que se encuentra en CEBAF, 10 bombas NEG dentro de la cámara, una bomba iónica y una bomba criogénica.
- Hornear el sistema durante varias horas a 250°C para reducir el desgasado.
- Medir el límite de rayos X de los medidores de vacío.
- Comparar los resultados experimentales con las simulaciones.

1.4 Estructura de Tesis

La estructura de esta tesis es la siguiente: en el capítulo 2 se presentan los conceptos básicos sobre vacío y teoría cinética de gases, la cual se utiliza para entender el comportamiento de los gases a presiones bajas. El capítulo 3 contiene una explicación general de la forma en que se genera, se simula y se mide el vacío, así como la descripción de las bombas y medidores utilizados en este proyecto, el principio de funcionamiento y las especificaciones de cada uno de ellos. El capítulo 4, contiene la metodología del experimento, desde su diseño hasta la implementación. En este capítulo se describe como se llevó a cabo el diseño, construcción, implementación y simulaciones del sistema. En el capítulo 5 se presentan los resultados numéricos y experimentales de las tres configuraciones que se tuvo del sistema: 1) con las tres bombas encendidas, 2) con las bombas NEG y criogénica encendidas y 3) la bomba iónica apagada y las bombas NEG e iónica funcionando mientras se mantiene apagada la bomba criogénica; se incluyen las mediciones del límite de rayos X de los medidores y la presión real que alcanzó el sistema. Finalmente, en el capítulo 6 se presentan las conclusiones sobre la optimización de la configuración del sistema para alcanzar XHV en el primer intento de uso de BNNT como material criosorbente.

Capítulo 2

Marco Teórico

2.1 ¿Qué es Vacío?

La palabra "vacío" viene del latín "vacuus" que significa desocupado. Sin embargo, ni en la naturaleza ni de manera artificial existe un espacio completamente desocupado, no hay un "vacío perfecto" o vacío absoluto.

El término vacío se utiliza para designar un espacio lleno con un gas a una presión menor que la presión atmosférica, por lo que el grado de vacío se incrementa en relación directa con la disminución de presión del gas residual. Ésta no depende de la especie de gas.

La unidad para la presión en el Sistema Internacional de Unidades (SI), es el Pascal (Pa), que equivale a N/m^2 . Sin embargo, la unidad más utilizada en tecnología de vacío es:

1 Torr (mm Hg, mm de Mercurio) =
$$133.3224$$
 Pa (2.1)

Se remonta a los experimentos de Evangelista Torricelli (considerado pionero en el área de vacío). Los factores de conversión para la presión en varios sistemas de unidades se muestran en la Tabla 2.1.

	Pa	bar	hPa	μbar	torr	micron	atm	at	mm WC	psi	psf
Pa	1	1.10-5	1·10 ⁻²	10	7.5 · 10 ^{- 3}	7.5	$9.87 \cdot 10^{-6}$	1.02 · 10 -5	0.102	$1.45 \cdot 10^{-4}$	2.09 · 10 - 2
bar	1.105	1	1.10-3	1.106	750	7.5·10 ⁵	0.987	1.02	1.02 \cdot 10 ⁴	14.5	$2.09 \cdot 10^{3}$
hPa	100	1.10-3	1	1,000	0.75	750	$9.87 \cdot 10^{-4}$	$1.02 \cdot 10^{-3}$	10.2	$1.45 \cdot 10^{-2}$	2.09
μbar	0.1	1.10-6	1.10-3	1	7.5 · 10 - 4	0.75	$9.87 \cdot 10^{-7}$	1.02 · 10 - 6	1.02 \cdot 10^{-2}	$1.45 \cdot 10^{-5}$	$2.09 \cdot 10^{-3}$
torr	$1.33 \cdot 10^{2}$	$1.33 \cdot 10^{-3}$	1.33	1,330	1	1,000	$1.32 \cdot 10^{-3}$	$1.36 \cdot 10^{-3}$	13.6	$1.93 \cdot 10^{-2}$	2.78
micron	0.133	1.33 · 10 - 6	$1.33 \cdot 10^{-3}$	1.33	1.10-3	1	$1.32 \cdot 10^{-6}$	1.36 · 10 - 6	$1.36 \cdot 10^{-2}$	1.93 · 10 - 5	$2.78 \cdot 10^{-3}$
atm	$1.01\cdot 10^5$	1.013	1,013	$1.01 \cdot 10^6$	760	7.6·10 ⁵	1	1.03	1.03.104	14.7	$2.12 \cdot 10^3$
at	$9.81\cdot 10^4$	0.981	981	$9.81 \cdot 10^{5}$	735.6	$7.36 \cdot 10^{5}$	0.968	1	1.10-4	14.2	$2.04 \cdot 10^{3}$
mm WC	9.81	9.81 · 10 - 5	$9.81\cdot 10^{-2}$	98.1	7.36 · 10 - 2	73.6	9.68 · 10 - 5	1.10-4	1	$1.42 \cdot 10^{-3}$	0.204
psi	$6.89 \cdot 10^{3}$	6.89·10 ⁻²	68.9	$6.89 \cdot 10^{4}$	51.71	$5.17 \cdot 10^{4}$	6.8 · 10 ⁻²	7.02 \cdot 10^{-2}	702	1	144
psf	47.8	4.78.10-4	0.478	478	0.359	359	4.72 · 10 - 4	4.87 · 10 - 4	4.87	$6.94 \cdot 10^{-3}$	1

Tabla 2.1: Tabla de conversión de unidades [22].

La teoría cinética de gases proporciona una descripción de las interacciones entre las moléculas de un gas ideal [23]. Tal gas ideal es una aproximación razonable de un gas real, particularmente a dilución extrema, temperaturas altas o presiones bajas.

2.2 Teoría Cinética de Gases

Un gas en un contenedor ejerce presión sobre las paredes que lo encierran por el impacto de las moléculas sobre éstas. La presión se define como la fuerza F [N] por área unitaria A [m²]. La presión P es escalar y (por lo tanto la fuerza F siempre impacta en un ángulo recto) está dada por [23]:

$$P = \frac{F}{A} \tag{2.2}$$

El gas no sufre pérdidas de energía al ejercer presión sobre paredes estáticas, el choque es perfectamente elástico.

Para un entendimiento apropiado del comportamiento de los gases, especialmente en presiones bajas es esencial considerar el fenómeno desde el punto de vista de la teoría cinética

de gases. El fundamento de esta teoría es el siguiente: el gas consiste en una gran cantidad de partículas [23]. Un metro cúbico de gas a una temperatura de 23° C y una presión de 760 Torr (presión atmosférica) contiene 2.84×10^{25} moléculas.

2.2.1 Gas Ideal

En un gas ideal, no hay fuerzas atractivas o repulsivas entre las moléculas de gas. Las moléculas de gas se comportan como esferas elásticas independientes, con distancias promedio entre moléculas adyacentes que son grandes en comparación con sus diámetros. Las variables de estado se relacionan mediante la ley de los gases ideales dada por:

$$PV = nRT = Nk_BT \tag{2.3}$$

donde: P es la presión, V es el volumen del gas, n el número de moles, R=8.3144598 J mol⁻¹ K⁻¹ la constante universal de los gases ideales, T es la temperatura, $N = N_A n$ es el número de moléculas de gas (la constante de Avogadro $N_A = 6.022140857 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$ por la cantidad de moles n) y $k_B = 1.38 \times 10^{-23} \text{ m}^2 \text{kg s}^2 \text{ K}^{-1}$ es la constante de Boltzmann,

Ley de Boyle

A temperatura constante, la presión varía directamente con la densidad ρ e inversamente proporcional al volumen.

$$P = \frac{1}{3}\rho < v^2 > \tag{2.4}$$

donde v^2 es el valor promedio de la velocidad de las partículas del gas.

Es un hecho que no hay cambios en la temperatura si mezclamos dos gases que están originalmente a la misma temperatura. De este modo, la energía cinética promedio de las moléculas debe ser la misma y debe incrementar con la temperatura de la misma forma para todos los gases. Podemos definir la temperatura en términos de la energía cinética como:

$$\frac{1}{2}m \langle v^2 \rangle = \frac{1}{2}mv_r^2 = \frac{3}{2}k_BT \tag{2.5}$$

La energía cinética total de las moléculas en un volumen será:

$$\frac{1}{2}mn < v^2 > v = \frac{3}{2}PV \tag{2.6}$$

y por lo tanto la ley de Boyle puede ser expresada como

$$P = nk_BT \tag{2.7}$$

Ley de Gay-Lussac

Por otro lado, $\rho = mn$ y por lo tanto

$$P = \left(\frac{k_B}{m}\right)\rho T \tag{2.8}$$

Entonces,

$$\frac{P}{\rho} = \left(\frac{k_B}{m}\right)T\tag{2.9}$$

Para gas a un volumen fijo, la presión es directamente proporcional a su temperatura.

La presión de un gas de masa fija y volumen fijo es directamente proporcional a la temperatura absoluta del gas.

$$\frac{P_1}{T_1} = \frac{P_2}{T_2} = cte \tag{2.10}$$

Ley de Charles

El volumen de una cantidad de gas fija a presión constante, varía de manera proporcional a la temperatura.

$$\frac{V_1}{T_1} = \frac{V_2}{T_2} = cte \tag{2.11}$$

Cuando la presión en una muestra de un gas seco se mantiene constante, la temperatura en grados kelvin y el volumen estarán directamente relacionados.

Ley de Avogadro

Dos contenedores con el mismo volumen a la misma temperatura y presión deben tener la misma cantidad de partículas.

$$\frac{V_1}{N_1} = \frac{V_2}{N_2} = cte \tag{2.12}$$

Volúmenes iguales de todos los gases, a la misma temperatura y presión, tienen el mismo número de moléculas

2.3 Distribución de Velocidades de Maxwell-Boltzmann

Las colisiones elásticas continuas y el intercambio de energía cinética dan como resultado una distribución de las velocidades de las moléculas de gas. La ecuación de Maxwell-Boltzmann da la distribución de probabilidades $f(\nu)$ de las velocidades de la partícula. La función es cero para las velocidades en cero e infinito [24].

$$f(\nu) = \frac{dn}{d\nu} = \frac{2N}{\pi^{1/2}} \left(\frac{m}{2k_B T}\right)^{3/2} \nu^2 e^{-\left(\frac{m}{2k_B T}\right)\nu^2}$$
(2.13)

donde:

- ν : velocidad de las moléculas (m/s)
- n: número de moléculas con velocidad entre ν y $\nu + d\nu$
- N: número total de moléculas
- k_B : Constante de Boltzmann, $1.38 \times 10^{-23} \text{ m}^2 \text{ kg s}^2 \text{ K}^{-1}$
- T: Temperatura (K)

2.4 Trayectoria Libre Media

Las moléculas de gas están en un estado continuo de movimiento aleatorio, sin preferencia en la dirección. Cada molécula se mueve a lo largo de una línea recta, hasta que colisiona con otra molécula o la pared del recipiente que las contiene. Debido al impacto, cambia su dirección y continúa en otro camino recto en otra dirección, y así sucesivamente.

La trayectoria libre media es la distancia promedio que una molécula de gas puede viajar antes de colisionar con otra molécula de gas.

$$\lambda_i = \frac{k_B T}{\sqrt{2}\pi P d_i^2}$$

donde λ es la trayectoria libre media (m), d es el diámetro de la molécula (m), T es la temperatura (K), P es la presión (Pa) y k_B es la constante de Boltzmann, $1.38 \times 10^{-23} \text{ m}^2$ kg s^{.2} K⁻¹. Se puede ver que la trayectoria libre media muestra proporcionalidad lineal a la temperatura y proporcionalidad inversa a la presión y el diámetro molecular.

Cabe señalar que esta expresión para la trayectoria libre media de las moléculas las trata como esferas duras, mientras que las moléculas reales no lo son. Para gases nobles, las colisiones son probablemente cercanas a ser perfectamente elásticas, por lo que la aproximación de esfera dura es probablemente una buena. Pero las moléculas reales pueden tener un momento dipolar y tener interacción eléctrica significativa a medida que se acercan entre sí. Esto se ha abordado mediante el uso de un potencial eléctrico para que las moléculas refinen el cálculo, y también mediante el uso de la viscosidad medida del gas como parámetro para refinar la estimación de la ruta libre media de moléculas en gases reales.

2.5 Flujo de Gas

Cuando se planifica un sistema donde transitará un haz molecular, el conocimiento de los diferentes regímenes de flujo es importante. Estos juegan un papel clave en la formación del

haz y en el diseño de requisitos de conductancia en todo el sistema de vacío [25].

2.5.1 Número de Knudsen

La razón de la trayectoria libre media y el diámetro del canal de flujo se puede usar para describir los tipos de flujo de gas. Esta razón se conoce como el número de Knudsen [26]:

$$K_n = \frac{\lambda_a}{a}$$

donde λ_a es el camino libre medio y *a* es la dimensión característica del equipo de vacío (por ejemplo, el diámetro de un tubo). La transición entre los regímenes de flujo es continua, pero una clasificación, en términos del número de Knudsen, es la siguiente:

- Flujo Viscoso $K_n < 0.01$
- Flujo de Transición. $0.01 < K_n < 1$
- Flujo molecular.

$$K_n > 1$$

Si la presión es suficientemente baja, la trayectoria libre media de las partículas será mucho mayor que el diámetro del equipo de vacío. Por lo tanto, la mayoría de las partículas se moverán a lo largo de trayectorias rectas hasta golpear una pared. Las colisiones entre ellas ocurren muy raramente, se mueven independientemente una de la otra. A estas condiciones se les conoce como flujo molecular. El flujo solo es causado por la energía cinética de las partículas. Si la presión es suficientemente alta, la trayectoria libre media de las partículas es mucho menor que el diámetro o la longitud del equipo de vacío. Por lo tanto, las partículas colisionarán muy a menudo entre ellas, lo que ocasionará un intercambio frecuente de momento y energía. Estas pueden tratarse como un continuo y el flujo es causado por gradientes de presión locales, este régimen se denomina flujo continuo. El flujo continuo puede ser turbulento o laminar viscoso. Cuando la velocidad del flujo de gas excede ciertos valores, las capas de gas que fluyen no son paralelas y se forman cavidades entre ellas. Entonces el flujo viscoso es turbulento. Por otro lado, para velocidades menores el flujo es laminar, es decir, las capas se mueven paralelas.

El flujo de transición ocurre cuando la presión está entre los límites anteriores; ni el flujo molecular ni el continuo prevalecen.

Mientras que el límite entre el flujo laminar, molecular y de transición se define por el valor del número de Knudsen, el límite entre el flujo turbulento y laminar con las características de un fluido continuo se describe por el valor de otra cantidad adimensional, el número de Reynolds [26] (O. Reynolds: 1842-1912), que se expresa mediante:

$$R = \frac{d\nu\rho}{\eta} \tag{2.14}$$

la razón entre la energía cinética y trabajo de fricción, con d el diámetro de la tubería o tamaño característico de la componente de vacío, ν la velocidad del gas y ρ y η la densidad y viscosidad del gas a la temperatura del flujo. El valor exacto de R para el cual el flujo cambia de laminar a turbulento depende de la geometría del componente, su rugosidad superficial y otros factores experimentales. Durante la evacuación de una cámara, el flujo turbulento normalmente se produce solo durante un corto periodo de tiempo al comienzo.

2.6 Rangos de Vacío

De acuerdo con el número de partículas en un volumen dado, o en las diversas regiones de presión de manera correspondiente, hay diferentes grados o clases de vacío. Se puede distinguir entre ellos de acuerdo con ciertos intervalos de presión. Aunque ha habido alguna variación en la selección de los límites de estos intervalos, la siguiente lista proporciona los intervalos típicos:

Clasificación	Niveles de Presión (Torr)
Bajo	25-760
Medio	$1 \times 10^{-3} - 25$
Alto (HV)	$1 \times 10^{-6} - 1 \times 10^{-3}$
Muy Alto (VHV)	$1 \times 10^{-9} - 1 \times 10^{-6}$
Ultra Alto (UHV)	$1 \times 10^{-12} - 1 \times 10^{-9}$
Extremo Alto (XHV)	$< 1 \times 10^{-12}$

Tabla 2.2: Regímenes de vacío.

2.6.1 Vacío Bajo

El rango de presión de aproximadamente 1×10^{-3} -760 torr se denomina vacío bajo.

El vacío bajo se refiere a la eliminación del gas del volumen del sistema. Hay muchas moléculas de gas en la cámara y estas interactúan entre sí de acuerdo con las leyes de la termodinámica en la forma de un fluido viscoso. El volumen de la cámara y la velocidad de la bomba determinan el tiempo de bombeo.

La composición de los gases residuales es igual que el entorno original (80% de N₂: 20% de O₂)

Número de moléculas por cm ³	$2.7 imes 10^{19}$
Trayectoria libre media (cm)	6×10^{-6}
Número de moléculas incidentes por cm ²	2.7×10^{23}
Tiempo de formación de monocapa (s)	3×10^{-19}
Tipo de Flujo	Viscoso laminar

Tabla 2.3: Algunos parámetros importantes para describir el régimen de vacío bajo.

2.6.2 Vacío Medio

Muchos procesos de vacío ocurren a una presión del orden de millonésimas de una atmósfera. A estas presiones, las interacciones entre moléculas siguen siendo significativas, pero las características de flujo de los gases se rompen y las colisiones de gas con las paredes de la cámara también comienzan a afectar el comportamiento de los gases. Ahora, además de los gases que fluyen a través del sistema, los gases contaminantes se desorben de las paredes de la cámara. El vacío medio es un vacío que normalmente se consigue mediante una sola bomba, pero la presión es demasiado baja para medir con un manómetro mecánico.

Número de moléculas por cm^3	2.7×10^{10}
Trayectoria libre media (cm)	6×10^3
Número de moléculas incidentes por cm^2	2.7×10^{14}
Tiempo de formación de monocapa (s)	3
Tipo de Flujo	Viscoso turbulento

Tabla 2.4: Algunos parámetros importantes para describir el régimen de vacío medio.

2.6.3 Alto Vacío

El régimen de alto vacío está dominado por las colisiones de moléculas con las paredes de la cámara y no entre ellas, ya que, aunque las partículas se mueven aleatoriamente, las trayectorias libres medias de las moléculas de los gases residuales son mayores que las dimensiones de la cámara. Para alcanzar alto vacío se requieren varias etapas de bombeo. La velocidad y tiempos de bombeo estarán determinados por el área de superficie y el tipo de material del sistema, puesto que en HV las paredes comienzan a desorber.

La composición es constante a través del alto vacío (80% de H_2O y 20% de N_2 , CO, H_2 , CO₂).

Número de moléculas por cm ³	2.7×10^8
Trayectoria libre media (cm)	6×10^5
Número de moléculas incidentes por cm^2	2.7×10^{12}
Tiempo de formación de monocapa (s)	300
Tipo de Flujo	de transición

Tabla 2.5: Algunos parámetros importantes para describir el régimen de alto vacío.

2.6.4 Ultra Alto Vacío (UHV)

El régimen de ultra alto vacío (UHV) es aquel que está en el rango de presión de 10^{-9} - 10^{-12} Torr. Las interacciones entre partículas son despreciables.

Las principales fuentes de gas en este régimen son la difusión de las moléculas del material del recipiente y la permeación a través de los materiales liberado dentro de las bombas y cámaras de vacío. La composición de los gases residuales es de Hidrógeno (80%), Monóxido de carbono (10%), Dióxido de carbono (5%), Argón (5%). Mientras que el gas dominante en el régimen de alto vacío es generalmente agua, el UHV es casi 100% seco y el hidrógeno es el

gas residual más frecuente. El hidrógeno es ligero y muy difícil de bombear, lo que requiere bombas de UHV especializadas y la reducción de la carga de gas de las paredes de la cámara.

Para obtener UHV se requiere un tratamiento térmico que nos ayude a evacuar el vapor de agua del sistema.

Número de moléculas por cm ³	2.7×10^6
Trayectoria libre media (cm)	6×10^7
Número de moléculas incidentes por cm ²	2.7×10^{10}
Tiempo de formación de monocapa (s)	3×10^4
Tipo de Flujo	Molecular

Tabla 2.6: Algunos parámetros importantes para describir el régimen de ultra alto vacío.

2.6.5 Extremo Alto Vacío (XHV)

Se considera extremo alto vacío (XHV) al rango de presión $< 10^{-12}$ Torr. En este régimen el flujo es molecular y la trayectoria libre media es mayor a los 100,000 Km. La composición del gas residual es principalmente Hidrógeno (95%) y algunos gases nobles (5%).

En una cámara de Extremo Alto Vacío, la cual tiene presiones típicas de 7.5×10^{-12} mbar, las presiones parciales de O₂, CO₂ y vapor de agua son menores a 10^{-15} mbar [8].

Número de moléculas por cm ³	2.7×10^4
Trayectoria libre media (cm)	6×10^8
Número de moléculas incidentes por cm^2	2.7×10^8
Tiempo de formación de monocapa (s)	3×10^6
Tipo de Flujo	Molecular

Tabla 2.7: Algunos parámetros importantes para describir el régimen de extremo alto vacío.

2.7 Conductancia

En términos generales, las cámaras de vacío están conectadas a una bomba de vacío a través de tubos o líneas. La resistencia al flujo se produce como resultado de la fricción externa entre las moléculas de gas y la superficie de la pared y la fricción interna entre las mismas moléculas de gas (viscosidad). Esta resistencia al flujo se manifiesta en forma de diferencias de presión y tasa de flujo volumétrico, o pérdidas de velocidad de bombeo. En la tecnología de vacío, es habitual utilizar recíproco, la conductividad de la tubería L o C la conductancia en lugar de la resistencia al flujo W. La conductividad tiene la dimensión de un caudal volumétrico y se expresa normalmente en $[ls^{-1}]$ o $[m^3h^{-1}]$.

El gas que fluye a través de la tubería produce una presión diferencial ΔP en los extremos de la tubería. La siguiente ecuación es aplicada:

$$C = \frac{Q}{P_2 - P_1}$$
(2.15)

2.8 Fuentes de Gas

Adicionalmente al gas del interior de la cámara de vacío, existen moléculas sobre la superficie de ésta que también deben ser evacuadas.

2.8.1 Desgasado

El sistema de vacío tiene que eliminar las partículas de gas del interior de la cámara y, además, encargarse de las moléculas de gas adheridas a la superficie de ésta [23]. Normalmente, el gas superficial se libera lentamente en un proceso llamado desgasado.

El desgasado se refiere a la liberación de gas atrapado dentro de un sólido. Varios procesos contribuyen: la vaporización, difusión, desorción térmica, desorción estimulada y permeación. Además, puede haber penetración de gas a través de fugas, así como flujo de retroceso de gas desde las bombas. Debido a todos estos efectos, hay una presión mínima que puede alcanzar un sistema de vacío. Esta presión mínima está dictada por el equilibrio entre la velocidad de la bomba y la tasa de desgasado.

Una de las mayores fuentes de gas residual en un sistema de vacío bien diseñado y bien construido, en ausencia de gas inyectado deliberadamente es el desgasado del sistema de vacío mismo y del material a ser procesado. A pesar de que se han hecho numerosas investigaciones a cerca del desgasado de los materiales, no es posible predecir el comportamiento de éste, aunque se ha demostrado que mediante tratamiento térmico se puede reducir el desgasado en factores de 10 a 100 comparados con la tasa estándar [27].

Vaporización

La vaporización es el proceso de una sustancia que alcanza un estado por encima de su temperatura de condensación mediante estimulación térmica. Por lo tanto, antes de un proceso de bombeo, las capas líquidas y sólidas se vaporizan intencionalmente. La evaporación de sólidos bajo condiciones de vacío es una función de la temperatura del material, la presión de vapor, el área superficial y el peso molecular [23].

Difusión

La difusión es un fenómeno de transporte en el que un material pasa por otro impulsado por un gradiente de concentración de material. Para las cámaras de vacío, es causada por una diferencia de presión significativa entre el exterior (presión atmosférica) y el interior (vacío) [23]. El gas se difunde hacia el interior y se desorbe desde la superficie de la pared hacia la cámara. De estos dos procesos involucrados, la desorción generalmente es mucho más rápida que la difusión. Por lo tanto, es típicamente la velocidad de difusión a través del volumen lo que determina la velocidad de desgasado hacia el vacío.

Permeación

La permeación es el paso de gases a través de sólidos. La secuencia del proceso que da como resultado la permeación es la adsorción en la pared de la cámara en el lado de alta presión, la difusión a través del volumen del material de la pared y la desorción desde la pared en el lado de baja presión. Este proceso depende altamente de la temperatura. La penetración puede ser molecular o atómica. Para vidrio, cerámica y materiales poliméricos, las moléculas no se disocian durante la penetración. Por otro lado, el H_2 se disocia en superficies metálicas, se difunde como átomos individuales y se recombina antes de la desorción dentro de la cámara de vacío en la pared de vacío.

Desorción Térmica

La desorción térmica es la descarga inducida por calor de los gases y vapores que se adsorbieron previamente en las superficies de la pared de la cámara de vacío [23]. Existen causas alternativas para que se haya producido una absorción previa:

- Puede haber ocurrido una adsorción durante una ruptura previa del vacío, durante el cual la cámara de vacío se expuso a la presión atmosférica.
- Las moléculas pueden haber alcanzado la superficie receptora interna por difusión desde adentro, como se describió anteriormente.
- La fuente del material adsorbido en la penetración.

En cualquier caso, la unión de las moléculas de gas a la superficie se produjo por sorción física o sorción química. La tasa de desorción depende de la energía de enlace molecular, así como de la temperatura de la superficie y extensión de la superficie.

Esto es particularmente cierto para las moléculas de agua. Para que esta sea bombeada debe ser primeramente liberada de la superficie. Los valores de enrgía de enlace del agua se encuentran entre los enlaces débiles de Van der Waals y los verdaderos enlaces químicos. La ruptura de estos enlaces puede ser instigada por la desorción térmica, causada por la transferencia de calor térmico desde las paredes de la cámara.

Desorción Estimulada

La desorción estimulada es la liberación de gas o vapor causada por electrones átomos, moléculas o fotones incidentes, y puede ser lo suficientemente grande como para limitar la presión final de una cámara de vacío [23]. Entre ellos se encuentran la desorción estimulada por electrones (ESD, por sus siglas en inglés), la desorción estimulada por iones, la reacción química estimulada por electrones o por iones y la fotodesorción.

2.8.2 Fugas de Gas

Los sistemas de vacío son muy sensibles a las fugas de gas. Si bien ningún sistema de vacío es perfecto, cualquier fuga importante pone en peligro un funcionamiento adecuado del sistema.

Fugas Reales

Una forma de diferenciar una fuga es observar la naturaleza del material o la junta defectuosa.

- Las fugas en las conexiones desmontables incluyen bridas, superficies de conexión a tierra y cubiertas.
- las fugas en conexiones permanentes comprenden costuras de soldadura y soldadura, así como bridas o juntas con adhesivo.
- Las fugas debido a la porosidad pueden ocurrir particularmente después de la deformación mecánica (flexión) o el procesamiento térmico de materiales policristalinos y componentes de fundición.
- Las fugas de transición de frío y calor pueden abrirse a temperaturas extremas, particularmente en las bridas soldadas.

• Las fugas indirectas pueden ser causadas por fugas de líneas de suministro en sistemas de vacío u hornos.

Fugas Virtuales

Se producen fugas internas (virtuales) en caso de que se liberen cantidades de gas de las cavidades dentro de las piezas fundidas, agujeros y pliegues. Esto también puede ocurrir debido a la evaporación de líquidos.

Las fugas virtuales, que son difíciles de identificar y eliminar, se componen de volúmenes capturados dentro del sistema de vacío. Incluyen agujeros bloqueados y roscas de tornillo en el vacío.

Una fuga virtual también puede deberse a objetos sucios que tienen altas tasas de desgasado. Este problema se puede evitar eligiendo cuidadosamente los materiales y siguiendo un buen procedimiento de limpieza, como se abordará en el capítulo 4.

2.9 Presión Final

La presión final de un sistema designa la presión límite que se alcanza en un sistema de vacío después de bombear el tiempo suficiente para demostrar que una reducción adicional de la presión es insignificante. De manera similar, la presión final de una bomba de vacío es el límite inferior en la presión que una bomba puede alcanzar debido a fugas o gases atrapados en los diversos componentes de ella. Velocidad de bombeo significa la relación de la producción de un gas dado a la presión parcial de ese gas cerca de la entrada de la bomba. El rendimiento o la cantidad de gas en unidades de presión-volumen que fluye por unidad de tiempo a una temperatura fija en una sección transversal específica cerca de la entrada de la bomba a menudo se denomina capacidad de bombeo.

Estudiar la ecuación para la velocidad efectiva de la bomba [28] ayuda a comprender la

complejidad de los problemas que se deben resolver para obtener el mejor vacío final posible.

$$S_{efectiva} = \frac{Q_{Superficial}A + Q_{Real} + Q_{Virtual}}{P_{Final}}$$
(2.16)

donde $S_{efectiva}$ es la velocidad efectiva de la bomba, $Q_{Superficial}$ es la tasa de desgasado de las superficies internas de la cámara de vacío, A es el área de superficie total, Q_{Real} es la contribución de desgasado de las fugas reales, $Q_{Virtual}$ es la contribución de desgasado de fugas virtuales, y P_{Final} es la presión final del sistema.

Los términos de desgasado son importantes ya que contienen contribuciones de varias fuentes. Las paredes de la cámara tienen condiciones de frontera de presión atmosférica en un lado y de vacío en el otro lado, y tienden a tener una tasa de desgasado diferente que las superficies completamente dentro de la cámara de vacío. Los materiales bien caracterizados con preprocesamiento, así como el uso de recubrimientos de barrera internos o externos que incluyen recubrimientos NEG, se usan para limitar la desgasado de la pared de la cámara y muestran resultados prometedores para lograr presiones más bajas.

Capítulo 3

Generación y Caracterización del Vacío

3.1 Bombas de Vacío

Existen tres tipos de bombas para generar vacío, de desplazamiento positivo, de transferencia de momento y de captura. La elección de los tipos de bomba y las configuraciones dependerá del experimento a realizar, las características geométricas y de operación de tu sistema.

En caso de que se tenga que lograr un alto vacío o un ultra alto vacío, el sistema de bombeo opera primero en el régimen viscoso, luego en el régimen de transición y al final en el régimen molecular. No existe una bomba de vacío que sea capaz de funcionar en todos los regímenes por igual. Por lo tanto, un sistema que trabaja en el rango de UHV normalmente consta de dos o más bombas.

Entonces, para llegar a regiones de ultra alto y extremo alto vacío se utilizan primero un sistema de vacío bajo o de bombeo previo, el cual debe proporcionar las condiciones de presión requeridas para garantizar que se cumpla el rango de presión donde pueden operar las bombas de vacío alto y ultra alto, ya sean bombas iónicas, bombas NEG, bombas criogénicas o una combinación de ellas.

3.1.1 Bombeo Previo: Bombas Mecánicas y Turbomoleculares

Para evacuar un sistema de vacío desde la presión atmosférica, es necesario contar con un sistema de bombeo inicial, que podemos llamar de bombeo previo. Este sistema suele contar con dos bombas en serie: una mecánica y una turbomolecular (que es nuestro caso), aunque pueden existir más configuraciones. Con este sistema de vacío previo, podemos llevar al sistema a presiones de $10^{-6} - 10^{-8}$ Torr.

Una bomba de vacío bajo es cualquier bomba que extrae la mayor parte de las moléculas de gas en el rango aproximado de vacío y su régimen de flujo viscoso, alcanzando las condiciones previas al vacío suficientes para que una bomba de alto vacío comience a funcionar. Típicamente, una bomba mecánica capaz de trabajar contra la presión atmosférica realiza esta tarea.

En las bombas mecánicas, el gas presente en un sistema de vacío se transfiere desde una zona de baja presión a otra de mayor presión. Para ser eficiente, la bomba debe proporcionar simultáneamente una velocidad de bombeo finita y compresión. Para llevar a cabo esta doble tarea, se han utilizado dos mecanismos principales hasta ahora:

- Aislamiento y posterior compresión de un volumen de gas que define una primera categoría a menudo llamada "Bombas de desplazamiento positivo".
- Transfiera a las moléculas de gas de una dirección de velocidad preferencial introduciendo una deriva media del gas hacia la región de alta presión. Esta categoría se conoce como: "Bombas de transferencia Momento".
Bombas Mecánicas

Estas bombas son de desplazamiento positivo. Este método involucra un volumen atrapado, para ser evacuado, desde la cámara y la compresión de este volumen hacia una cámara mucho más pequeña y entonces la descarga del gas a través de una válvula de escape.

Fundamentalmente el principio de funcionamiento es común a todas las bombas mecánicas, en definitiva, consiste en el hecho de cambiar de un modo u otro un cierto volumen de aire que fluye de la zona de aspiración, (por ejemplo la cámara), a la zona de escape, atmósfera. Creando de esta forma una depresión en el interior del recipiente, con respecto al valor de la presión atmosférica que reina en el exterior del mismo [29].

Las bombas de paleta rotatoria son un ejemplo claro del funcionamiento de este tipo de bombas, éstas consisten en un espacio cilíndrico (estator) que alberga a un cilindro de diámetro menor que gira dentro de él (rotor). En el rotor, las paletas se encuentran sujetas por medio de un resorte.

La bomba de paletas rotatorias posee dos ductos, uno de dimensiones mayores respecto al otro. El ducto mayor da al exterior de la bomba (conexión con la cámara), y dentro de la bomba hasta el estator; es considerado como la entrada al estator. Por otra parte, el ducto pequeño es la salida del estator y conduce a un recipiente parcialmente lleno de aceite. Al final del ducto menor se coloca una válvula de descarga, la cual regula la salida de gas del estator al recipiente. El recipiente a su vez tiene salida al exterior de la bomba.

El funcionamiento de la bomba de paletas rotatorias es sencillo: al girar el rotor provoca que las paletas se deslicen sobre las paredes del estator (con una presión uniforme debido al resorte que sostiene a las paletas), esto permite la entrada del gas entre el estator y el rotor; después se mueve el volumen de gas contenido en esta región hasta la salida del estator.

Bombas turbomoleculares

Son bombas de transferencia de momento. La bomba turbomolecular comprime el gas transfiriendo energía cinética desde las paletas giratorias de alta velocidad a las moléculas de gas [23]. El principio del bombeo turbomolecular fue inventado por Gaede en 1912. Sin embargo, no fue sino hasta 1958 que Willi Becker, Arthur Pfeiffer Technik en Wetzlar, Alemania (ahora Pfeiffer Vacuum) encontró y patentó un enfoque práctico utilizando paletas de turbina [22].

El éxito de la bomba turbomolecular se basa en su alta compresión y su alta velocidad de bombeo (50 a 5000 Torr 1/s). En las bombas turbomoleculares, la velocidad de rotación de las cuchillas (hasta 1500 Hz) es tal que la velocidad lineal es cercana a 500 m/s [29]. La geometría de las cuchillas influye en el bombeo y el desempeño de compresión de la bomba. Por lo general, las cuchillas están más abiertas en el lado de baja presión proporcionando una mayor velocidad de bombeo. En el lado de alta presión, el flujo de volumen es más pequeño, las cuchillas pueden estar más cerca (menor velocidad de bombeo) para proporcionar más compresión. Las puntas de las cuchillas están sometidas a tensiones mecánicas muy altas que limitan la velocidad de rotación de la turbina y, por lo tanto, el rendimiento de las bombas. Debido a que el efecto de bombeo requiere un flujo molecular entre el rotor y el estator, estas bombas alcanzan su rendimiento completo para la compresión y la velocidad de bombeo por debajo de 1×10^{-3} Torr de presión de escape. Debido a estas características, estas bombas son ampliamente utilizadas en aceleradores para el bombeo inicial y durante el horneado.

3.1.2 Bombas Iónicas

Las bombas de iónicas son bombas de captura, que atrapan las moléculas de gas bombeado en el cuerpo de la bomba, son las bombas dominantes en la región de alto y ultra alto y alto vacío, ya que proporcionan un método limpio y libre de contaminación para producir y mantener el vacío y comúnmente se utilizan en todo el acelerador para mantener el vacío y monitorear la presión ya que la corriente de la bomba iónica es proporcional a la presión del sistema. Tienen una vida útil prolongada, sin partes móviles, sin necesidad de refrigeración por agua o nitrógeno líquido y con poco consumo de energía. Brindan altas velocidades de bombeo y ofrecen un arranque y estabilidad rápidos.

Las bombas iónicas funcionan utilizando una descarga eléctrica ionizante que se mantiene en condiciones de vacío y metales químicamente activos, como el titanio. La descarga se conoce como descarga Penning, después de su descubridor, F.M. Penning en 1937 [30].

El efecto de bombeo de estas bombas es producido por procesos de sorción, que son liberados por partículas de gas ionizado. La velocidad de bombeo se logra mediante la conexión paralela de muchas células Penning individuales.

Una bomba iónica consiste básicamente en dos electrodos, ánodo y cátodo, y un imán. El ánodo es generalmente cilíndrico y está hecho de acero inoxidable. Las placas del cátodo situadas a ambos lados del tubo del ánodo están hechas de titanio, que sirve como material de desprendimiento. El campo magnético está orientado a lo largo del eje del ánodo. Los electrones se emiten desde el cátodo debido a la acción de un campo eléctrico y, debido a la presencia del campo magnético, se mueven en largas trayectorias helicoidales lo que mejora las posibilidades de colisión con las moléculas de gas dentro de la celda Penning. El resultado habitual de una colisión con el electrón es la creación de un ion positivo que se acelera a algunos kV por el voltaje del ánodo y se mueve casi directamente al cátodo. La influencia del campo magnético es pequeña debido a la masa atómica relativamente grande del ion en comparación con la masa del electrón [31].

Los iones que impactan en la superficie del cátodo de titanio pulverizan el titanio lejos del cátodo formando una película adherente en las superficies vecinas y compuestos químicos estables con las partículas de gas reactivas o "embebedoras" (por ejemplo, CO, CO₂, H₂, N₂, O₂). Este efecto de bombeo es muy selectivo para los diferentes tipos de gas y es el efecto dominante con las bombas de iónicas. La cantidad de moléculas de titanio pulverizadas es proporcional a la presión dentro de la bomba. La tasa de pulverización depende de la relación

de la masa de las moléculas de bombardeo y la masa del material del cátodo. Cuanto mayor es esta relación, mayor es la tasa de pulverización catódica. Para el hidrógeno, la molécula de gas más ligera, la tasa de pulverización de titanio es insignificante. Además del proceso de pulverización catódica, se puede observar un segundo efecto importante. La energía de las partículas de gas ionizado permite que algunos de los iones impactantes penetren profundamente (orden de magnitud de 10 capas atómicas) en el material del cátodo. Este proceso de sorción bombea todo tipo de iones, en particular iones de gases nobles que no reaccionan químicamente con la capa de titanio formada por pulverización catódica. Sin embargo, este efecto de bombeo no es permanente ya que debido a la erosión del material del cátodo se liberan moléculas previamente implantadas. El proceso de sorción del cátodo también funciona para el hidrógeno. Grandes cantidades de iones de hidrógeno pueden difundirse profundamente en el volumen del material más allá del rango de los iones implantados y quedarse permanentemente enterrados allí.

3.1.3 Embebedor no Evaporable (NEG)

Los embebedores son materiales capaces de fijar moléculas de gas en su superficie en forma de compuestos químicos estables. Para hacerlo, su superficie debe estar limpia. Hay dos formas de producir una superficie de absorción limpia. Las bombas embebedor evaporables y las no evaporables. Aquí hablaremos sólo de las segundas.

Las bombas embebedor no evaporable (NEG) funcionan calentando un absorbente oxidado a una temperatura lo suficientemente alta como para difundir el oxígeno de la superficie en el volumen del material, a esta temperatura de calentamiento requerida se le llama temperatura de activación [32].

Las bombas embebedor no evaporable se usan para crear condiciones de UHV por debajo de 7.5×10^{-11} Torr y para mantener este vacío en un sistema cerrado. La principal tarea de las bombas NEG es reducir el hidrógeno y las presiones parciales de hidrocarburos dentro de

la cámara de vacío.

Las partículas de gas activas que golpean la superficie de una bomba NEG son adsorbidas químicamente. La probabilidad de que una partícula de un material o gas específico sea adsorbida en la superficie de la bomba cuando la golpea una vez se denomina coeficiente de adherencia. Las partículas se adhieren a la superficie a través de un enlace covalente entre el adsorbente (superficie del material embebedor) y las partículas de gas. Las moléculas, como el hidrógeno, necesitan una energía de activación (disociación) y dos veces la energía de adsorción para unirse a la superficie. La fuerza de unión de las partículas adsorbidas químicamente es aproximadamente de 80 kJ/mol a 800 kJ/mol, que es unas diez veces más fuerte que la adsorción física, que es el principal proceso que ocurre en las bombas criogénicas [22].

La adsorción es seguida por la difusión de las moléculas en el volumen. Si la difusión excede la tasa de partículas adsorbidas, la velocidad de bombeo de la bomba NEG llega a ser máxima. Para un mayor número de partículas confinadas, la velocidad de adsorción y, por lo tanto, la velocidad de bombeo disminuye. Las partículas que han sido adsorbidas en la superficie NEG pueden ser desorbidas nuevamente si su energía cinética excede la energía de desorción (adsorción). A temperatura ambiente, la tasa de adsorción es dominante. Dado que la velocidad de difusión es bastante lenta, la velocidad de bombeo está limitada por la velocidad de difusión. La temperatura de la bomba puede aumentarse para mejorar el rendimiento de bombeo.

La difusión depende en gran medida del tipo de gas adsorbido. El hidrógeno, por ejemplo, se difunde fácilmente en el volumen captado en un amplio rango de temperaturas, incluso en condiciones inferiores a la temperatura ambiente [33], mientras que la difusión en el material de gases como el oxígeno se inhibe a temperatura ambiente. Estos tipos de gases forman una capa pasiva en la superficie NEG, lo que resulta en una alta cobertura superficial. Antes de usar una bomba NEG, esta capa pasiva debe eliminarse calentando el embebedor. Dependiendo del tipo de NEG, se requieren temperaturas de aleación de hasta 800° C [23]. La mayoría de los compuestos de superficie se difunden en el volumen del material, dejando así la superficie. Este proceso se llama activación NEG. El hidrógeno juega un papel especial aquí, ya que se desorbe del volumen de los embebedores durante la activación. La temperatura de calentamiento máxima permitida durante la activación es uno de los parámetros principales a considerar al determinar la aleación que se adoptará en la aplicación específica.

Dentro de la cámara de vacío se utilizaron diez módulos SAES SORB-AC NEG Wafer WP 950 hechas de absorbente no evaporable del tipo ST 707 del Grupo SAES [34]. El material NEG del tipo ST 707 es una aleación que consiste en 70% de circonio, 24.6% de vanadio y 5.4% de hierro. El ST 707 se caracteriza por tener una temperatura de operación baja en el rango de 20° C a 100° C. Sus propiedades de bombeo se han verificado bajo temperaturas criogénicas por [33, 34].

El embebedor puede ser activado completamente calentando a temperaturas comparativamente bajas de 450° C durante un período de al menos 10 minutos. Durante este tiempo, la capa de superficie pasiva se difundirá en el volumen de la bomba y el hidrógeno incorporado se difundirá hacia la superficie donde será emitido (desgasado). A temperaturas de calentamiento más bajas, solo se alcanza una activación parcial, como se muestra en la figura 3.1. Las NEG de baja temperatura ofrecen la oportunidad de activar el material embebedor durante el horneado del sistema de vacío, en particular mediante calentamiento indirecto por radiación o contacto térmico con la cámara de vacío. En este caso, no es necesario un calentamiento eléctrico particular para alcanzar la temperatura deseada. Una vez activado, el material embebedor químicamente absorberá gases activos como H₂, H₂O, CO, CO₂ y N₂. Los gases no polares, como el metano y los gases inertes, no se bombean. Una temperatura en la bomba de aproximadamente 200° C proporciona una difusión más rápida de las partículas adsorbidas en el material y por lo tanto evita la formación de capas pasivas en la superficie. Las únicas excepciones son los hidrocarburos, para los cuales la velocidad de bombeo disminuye al aumentar las temperaturas. Las partículas mencionadas anteriormente, excepto el hidrógeno, permanecerán en el material embebedor una vez que hayan sido adsorbidas químicamente. Forman fuertes enlaces químicos y penetran más profundamente en el volumen de las bombas a temperaturas más altas. Dado que la energía de enlace es fuerte, no se desorberán nuevamente, incluso a altas temperaturas (T> 450° C). Esto limita la vida útil y la capacidad de una bomba ST 707. Una vez que el volumen está saturado con gases activos, la velocidad de bombeo disminuirá rápidamente.



Figura 3.1: Curva de activación de los módulos Wafer de aleación St 101 (Zr-Al) y St 707 (Zr-V-Fe). Se alcanzan diferentes grados de activación dependiendo de la temperatura y el tiempo de activación. Tomada de [11].

En general, el calentamiento se obtiene pasando una corriente de AC o DC adecuada a través del Módulo Wafer, sin embargo, en algunas circunstancias también se puede aplicar calentamiento indirecto.

La figura 3.1 proporciona las combinaciones de temperatura/tiempo sugeridas para la mejor (100%) activación para los módulos Wafer basados en la aleación St 101 y St 707. Las curvas muestran que para obtener la misma eficiencia final, una menor duración debe compensarse con una temperatura más alta del tratamiento y viceversa. Ambos parámetros están limitados por razones prácticas y físicas al rango de valores indicado.

3.1.4 Bomba Criogénica

Las bombas criogénicas son bombas de captura que operan con una amplia gama de gases. Los gases bombeados se retienen sólo mientras las criobombas están frías. Éstas bombas proporcionan las mayores velocidades de bombeo, especialmente cuando se operan in situ en la cámara de vacío. Se componen de tres partes básicas, el deflector de entrada, el criopanel y la unidad de refrigeración. En la mayoría de los casos, el criopanel está, al menos en parte, diseñado como un panel de criosorción. Los diseños de las bombas criogénicas se clasifican de acuerdo con el principio de enfriamiento que se utiliza para enfriar los criopaneles.

Una bomba criogénica típica consiste en un refrigerador criogénico que produce refrigeración a dos etapas de temperatura. Cada etapa a su vez enfría un criopanel de superficie extendida sobre el cual se congelarán los gases. La primera etapa del refrigerador usualmente opera en un rango de 50-75 K y es usada para enfriar el criopanel exterior y las persianas a través de la abertura de entrada de la criobomba. En esta etapa se congela el vapor de agua en los paneles. La segunda etapa, o etapa fría, del refrigerador, opera generalmente entre 10-20 K y es usada para enfriar los criopaneles internos. Los gases inertes como Nitrógeno, Oxígeno y Argón se congelan en estos paneles. Finalmente, cualquier gas que no haya sido atrapado en estos paneles será adsorbido en el material criosorbente, generalmente es carbón activado, que está colocado en la parte inferior del criopanel de la segunda etapa. El carbón activado es usado como material criosorbente porque tiene un área de superficie muy grande y porque a temperatura ambiente, los gases del carbón no se desorben tan fácilmente. La preisón de equilibrio del hidrógeno que es adsorbido por el carbón es función de la temperatura del carbón y de la cantidad de hidrógeno que ha sido adsorbida por él.

Las bombas criogénicas son las bombas preferidas cuando se necesitan velocidades de bomba grandes para aplicaciones de UHV, particularmente en áreas donde los campos magnéticos afectarían el rendimiento de las bombas turbo o de iones. Se utilizan para bombear sistemas de vacío a presiones típicamente no inferiores a 10^{-10} Torr, con limitaciones debido al desgasado de los materiales de la bomba y el vapor de agua que no está completamente eliminado de la propia bomba criogénica. La bomba funciona mediante la eliminación de moléculas del sistema de vacío por adsorción en el material criosorbente en la bomba criogénica, que es un material de gran superficie, como carbón activado o xeolita, que se fija a la superficie de criosorción mediante pegamentos. Desafortunadamente, el uso de materiales convencionales como material de criosorción genera una seria limitación a la bomba criogénica ya que limita la temperatura de horneado a la que puede ser sometida bomba criogénica. Debido a la temperatura de fusión del pegamento utilizado para adherir el material de criosorción a la superficie fría, la criobomba no se puede hornear por encima de una temperatura típicamente cercana a 50° C, y así la presión base lograda por la bomba está limitada por el vapor de agua y presión de vapor del pegamento. Lo que se necesita, por lo tanto, es un material de criosorción que no impononga ninguna limitación a la temperatura de horneado de la bomba criogénica. Esto facilitaría el uso de criobombas para alcanzar las presiones XHV.

La bomba que utilizamos en este proyecto es una Sumitomo Marathon [®] CP-8 [35], pero, a diferencia de las bombas criogénicas existentes en el mercado, nosotros estamos utilizando BNNT como material criosorbente [16].

Nanotubos de Nitrato de Boro (BNNT)

Los BNNT (BNNT, por sus siglas en inglés) se predijeron teóricamente [36, 37] y luego se sintetizaron con éxito en 1995 [38].

Un nanotubo de nitruro de boro [38] es un análogo estructural de un nanotubo de carbono (CNT, por sus siglas en inglés) en la naturaleza: [39, 40] alternando átomos de B y N sustituyen por completo a los átomos de C en una lámina grafítica casi sin cambios en espaciado atómico. La rigidez mecánica de los BNNT es comparable a la de los CNT [41]. Cálculos teóricos adicionales de Zhou et al. [42] demostraron que un BNNT perfecto, bien estructurado, han propuesto utilizar BNNT como medio de soporte para adsorbentes de hidrógeno. Las posibilidades experimentales de tal montaje han sido documentadas [43]. Las altas estabilidades térmicas y químicas de los BNNT, que son superiores a los CNT [44], pueden ser una ventaja adicional importante para las aplicaciones en condensadores de almacenamiento de hidrógeno que presuponen un ciclo térmico prolongado en condiciones de vacío [45, 46].

Este nanomaterial es capaz de mantener su forma sin una estructura de soporte o sustrato. Tal nanomaterial de criosorción se puede usar en lugar de carbón convencional que se une a los paneles de criosorción con pegamento. El nanomaterial de criosorción podría servir para el mismo propósito que el convencional hecho de carbón activado adherido, proporcionando una gran área superficial para criosorción sin la necesidad de pegamento ya que los nanomateriales pueden crecer directamente sobre un sustrato metálico o unirse mecánicamente al criopanel. Un primer objeto de la invención es eliminar los adhesivos típicamente usados para unir materiales de crioadsorción a criopáneles mediante el uso de nanomateriales como material de crioadsorción, permitiendo de este modo un horneado completo del sistema de la criobomba para reducir la tasa de desgasado de hidrógeno y eliminar el vapor de agua del sistema, potencialmente creando una bomba de vacío extremadamente alta.

Tiene estabilidad química alta. El BNNT tiene una estructura de tamiz molecular que da al material una gran superficie $300 \text{ m}^2/\text{g}$. También tiene una alta conductividad térmica

de 3000 W/mK, sigue siendo fuerte en el aire hasta 800° C, y es resistente a la oxidación térmica hasta 920° C. Es más fuerte en estos aspectos que los nanotubos de carbono. Se está explorando como una alternativa al carbón convencional (de fibra de coco) para la superficie criosorbente de las bombas criogénicas, ya que no depende de ninguna estructura para sostenerse, se puede montar mecánicamente a la criobomba en lugar de pegarlo como el carbón común. El material ahora se cose a las paletas de sorción del criopanel con alambre de acero fino y tungsteno, eliminando la necesidad del alambre de cobre, el cual es térmicamente destructivo. Esto permite que el sistema sea completamente horneable y puede extender el rendimiento de las criobombas hasta el rango de presión XHV. Esta es la primera prueba de este material como un criosorbente.

Con referencia a la figura 3.2 se muestra una criobomba (10) con nanomateriales libres de adhesivo en los criopáneles internos, cultivados directamente sobre la superficie o unidos mecánicamente, de acuerdo a la preparación del BNNT. La bomba criogénica incluye una primera etapa (20), una segunda etapa (30) y una "cabeza fría" extraíble (40). La bomba criogénica incluye un arreglo de criopáneles internos (50) y cada uno de los criopáneles incluye una capa de nanomateriales (60) que se crecido directamente o se une mecánicamente en los criopáneles. El uso de nanomateriales crecidos o acoplados mecánicamente a los criopáneles elimina la necesidad de pegamentos del sistema, permitiendo así un horneado completo del sistema para reducir la tasa de desgasado de hidrógeno, eliminar el vapor de agua de la bomba criogénica y tener así, el potencial ser una bomba para XHV. El término "completamente horneado", se refiere a la capacidad de calentar la bomba a una temperatura superior a 100°C. Tanto los nanomateriales mecánicamente adheridos como los nanomateriales crecidos directamente sobre el panel de criosorción permiten un horneado completo que reduce el desgasado del hidrógeno del acero, elimina el vapor de agua del sistema y evita los adhesivos con sus residuos de moléculas orgánicas [16].



Figura 3.2: Vista conceptual de una bomba criogénica con nanomateriales libres de adhesivo crecidos directamente en los paneles criogénicos interiores o nanomateriales independientes unidos mecánicamente a los criopaneles internos de acuerdo a la invención de BNNT [16].

3.2 Caracterización de Vacío

Los medidores de vacío se pueden diferenciar entre los que miden la presión directamente y aquellos que la miden indirectamente. La presión solo depende de la densidad del número de partículas y de la temperatura, pero no de su masa molar. Por lo tanto, si medimos la presión directamente, el resultado de la medición es independiente del tipo de gas.

Los medidores de presión directos detectan directamente la fuerza por unidad de área. Los medidores directos dan la medida de presión "verdadera", independientemente de los tipos de gas, y se pueden usar como patrones de presión primaria.

La presión es un parámetro conveniente para caracterizar el vacío, pero, debajo de ciertos niveles de vacío, otros parámetros físicos pueden describir el vacío de manera más precisa. Los medidores de presión indirectos exploran las relaciones entre ciertas propiedades físicas (como ionizaciones, viscosidad, energía térmica) y la densidad del gas. Estas propiedades no sólo dependen de la temperatura, sino también de la masa molar, por lo que Los medidores indirectos dependen del tipo de gas y requieren calibraciones.

Los dos fenómenos más utilizados en tecnología de vacío para medir la presión son la conducción de calor y electricidad a través del gas contenido en el área de medición del medidor. Cada partícula de gas tiene una contribución en la conductancia y, por lo tanto, es fácil ver que la densidad y, como resultado, la presión tengan un cierto grado de influencia en la conducción. Dado que los átomos o las moléculas de gas tienen propiedades diferentes y, en particular, masas, la medición de la presión basada en este fenómeno de conductancia proporciona lecturas que dependen del tipo de gas.

3.2.1 Medidores de Ionización

Por encima del régimen de ultra alto vacío (UHV) no es posible medir la presión como una fuerza aplicada sobre cierta área como indica la definición de presión. Resulta que el indicador de presión más práctico es la tasa de ionización producida por electrones que golpean los átomos de gas residual que se encuentran dentro de la cámara de UHV [13].

Existen dos tipos principales de medidores de ionización: medidores de cátodo caliente y medidores de cátodo frío. Los medidores de cátodo caliente utilizan una corriente para calentar un filamento, luego, un potencial eléctrico para extraer electrones para ionizar el gas en el sistema. Las moléculas ionizadas se colectan, y la corriente de iones recolectada es proporcional a la presión en la cámara. Los medidores de cátodo frío funcionan de manera similar, pero en lugar de usar un filamento caliente para generar electrones, atrapan electrones en un campo magnético donde ionizan moléculas de gas. En los dos casos, la corriente eléctrica que resulta de la recolección de los iones positivos creados dentro del medidor se usa como una medida indirecta de la densidad y presión del gas.

Los medidores de cátodo caliente se calibran más fácilmente que los de cátodo frío debido a que su respuesta es lineal a la presión. Las discontinuidades falsas en la curva de calibración de los medidores de cátodo frío pueden afectar sus lecturas. Por lo que, en la actualidad, sólo los medidores de cátodo caliente son confiables para medir presiones inferiores a 1×10^{-11} Torr [47].

Los dos medidores que estamos usando para medir la presión por debajo de 10^{-12} Torr son el medidor Extractor y el Medidor Watanabe 3BG, ambos tienen un límite de rayos X muy bajo.

Medidor Extractor

En 1965, Redhead introdujo un extractor que simultáneamente redujo tanto el límite de rayos X como la ESD [48]. En 1972, Beeck y Reich introdujeron un medidor extractor como producto comercial basado en el trabajo de Redhead [49].

El medidor Extractor reduce el límite de rayos X de un medidor Bayard-Alpert (BA) [50] normal ya que tiene un colector más pequeño empotrado detrás de un reflector. Esto reduce la sensibilidad del medidor, pero también le permite medir presiones por debajo de 8×10^{-12} Torr, de acuerdo al manual [51]. El límite de rayos X medido en JLab ha variado entre $0.5 - 2 \times 10^{-12}$ Torr, esto es un orden de magnitud menor que que los medidores Bayard-Alpert. El medidor extractor se usa ampliamente como un medidor de UHV.



Figura 3.3: Diagrama de un medidor Extractor desnudo.

Watanabe Bent Belt Beam (3BG)

El medidor Watanabe Bent Belt Beam ha sido diseñado específicamente para la medición de presión en el régimen XHV. Tiene un deflector de 230°, lo que significa que los iones tienen que viajar alrededor del medidor entre el lugar donde se generan en el filamento y la rejilla y el colector. Esto elimina la corriente de rayos X ya que no hay manera de que éstos puedan llegar al colector a través de dicha vuelta. La señal del ruido en este medidor, medido previamente en JLab fue de aproximadamente 1×10^{-12} Torr por lo que es un medidor confiable para medir presiones de XHV de manera muy precisa, si es alcanzado dicho rango.

El diseño del medidor, como se muestra en la figura 3.4 incluye una rejilla cilíndrica, que está cerrada en ambos extremos; los iones se extraen de la rejilla a través de una rendija axial larga hecha en la superficie cilíndrica. Por lo tanto, el haz de iones que emerge forma un "cinturón". Este haz de iones en forma de cinturón es guiado por una trayectoria curva por un deflector de sector cilíndrico y termina en un colector de placas montado después de una rotación de la trayectoria del haz de 230°. Estos elementos están incrustados en un cilindro sólido de aleación BeCu al 0.2%, que tiene un factor de radiación de baja emisividad y alta conductividad térmica. Como resultado, los efectos de la radiación de calor y el desgasado (causados por el filamento del cátodo caliente) y la fotoemisión de rayos X suaves (provenientes de la rejilla) se reducen en la región del deflector/colector. Este arreglo de electrodos también puede disminuir enormemente el flujo de rayos X suaves y ESD en la dirección del cinturón de iones, ya que sitúa a 90° el ángulo entre el haz de iones dependiente del gas y el flujo máximo de rayos X suaves y ESD. Además, logra un límite de medición de presión extremadamente baja al minimizar la pérdida en el transporte de iones y porque el colector está bien escondido, ubicándose después de la gran deflexión del haz de iones.





(a) Vista superior del medidor 3BGcon el deflector y colector descubiertos.Dentro del volumen funcional del medidor, el deflector es una arreglo abierto de barras y ranuras.

(b) Esquema del medidor 3BG, el cual utiliza un haz de iones en forma de cinturón de la fuente de iones.

Figura 3.4: Medidor Watanabe Bent Belt Beam (3BG) [52].

El medidor 3BG es un medidor de cátodo caliente de ionización de vacío que puede medir presiones en el rango debajo de 10^{-14} Torr. La construcción usa un largo ángulo deflector de 240 °, el cual previene que el flujo de rayos X y de los iones por desorción estimulada de electrones llegue al colector de corriente.

El diseño ha sido mejorado en la construcción de la rejilla con un fino alambre soldado hecho de una aleación de Pt (80%) y Ir (20%).

El desempeño de la señal de iones contra la presión ha sido mejorado hasta llegar a 10^{-14} Torr desde el primer modelo que se fabricó [52].

El valor indicado para los datos está calibrado con un medidor de transferencia de un medidor spinning rotor. Este medidor puede ser operado con un controlador Leybold IM540 [53], utilizando un cable Bandy con conectores ASP8, sin embargo, una fuente de poder estabilizada de corriente directa que opere entre 80 y 250 V es requerida para ajustar el voltaje del deflector a 155 V. Cuando se está midiendo por debajo de 10^{-13} Torr es recomendado usar un electrómetro Keithly modelo 6417, para el escaneo del deflector.

La verdadera presión puede ser medida con

$$P = \frac{I_i}{SI_e} \tag{3.1}$$

donde I_i es la corriente de ionización, $S = 6.85 \times ^{-12} (Pa^{-1})$ es la sensibilidad y $I_e = 1.6 \times ^{-3}$ (A).

Algunas especificaciones son:

- Método de medición: Bent belt-beam
- Cubierta del medidor: Aleación 0.2%BeCu
- Cátodo: Cable de Ir recubierto de Y_2O_3
- Colector: Acero inoxidable recubierto de Au
- $\bullet\,$ Energía de ionización óptima: de 100 a 150 eV
- Potencial óptimo del filamento: 100 V
- Corriente de emisión: de 1 a 3 mA
- Corriente para calentar el filamento: 1.55 mA
- Temperatura de horneado máxima: 280°

3.2.2 Límite de Rayos X

En el 1er Congreso Internacional de Vacío (IVC, por sus siglas en inglés) en 1947, Nottingham sugirió que el límite para la presión medible más baja no era causado por las bombas, sino por un efecto de rayos X en el medidor iónico [22], propuso que cuando los electrones que inciden en el ánodo, liberan fotoelectrones del colecto de iones y esto produce una corriente de rayos X suaves; esta corriente de fotones es indistinguible en el circuito de medición de la corriente debido a los iones positivos que llegan al colector de iones. Esto fue confirmado pronto por Bayard y Alpert [14].

El límite de rayos X de un medidor determina la presión más baja que un medidor puede medir. El límite de rayos X ocurre cuando un electrón energizado emitido en el medidor golpea la pared del medidor con suficiente energía para generar rayos X. Estos rayos X tienen entonces una probabilidad de golpear al colector de iones y causar la emisión de un electrón, que dará a la corriente el mismo signo que el ion que llega. Este es un efecto pequeño, pero cuando la corriente de rayos X es similar a la corriente de iones dependiente de la presión, la lectura en el medidor no es una medida precisa de la presión en el sistema.

Para caracterizar los medidores de UHV/XHV es necesario considerar la contribución de todas las corrientes de ionización:

$$I^{+} = I_{real} + I^{-}_{x-ray} - I^{-}_{inv,x-ray} + I_{ESD}$$
(3.2)

donde:

 $I_{real=}$ Iones dependientes de la presión del gas residual.

 $I^-_{x-ray} \equiv$ Efecto de rayos X. Desorción de electrones inducida por rayos X del colector. $I^-_{inv,x-ray} \equiv$ Efecto de rayos X inverso.

 $I_{ESD} \equiv$ Desorción estimulada por electrones. Iones que llegan al colector de ESD de moléculas en la rejilla.



Figura 3.5: Representación esquemática del funcionamiento y errores presentes en un medidor de cátodo caliente donde: 1.- Corriente de ionización real del gas; 2.- Efecto de rayos X; 3.-Efecto de rayos X inverso; 4.- Desorción estimulada por electrones.

Las tres barreras más grandes que impiden la medición de XHV son el límite de rayos X, la desorción estimulada por electrones (ESD por sus siglas en inglés) y el desgasado del ionizador de cátodo caliente.

El límite de rayos X puede ser minimizado porque es un error estable. En cambio, para la ESD y el desgasado, el error no se ha podido eliminar debido a la inestable naturaleza de los fenómenos [54].

3.3 Detección de Fugas

Las grandes fugas en los sistemas de vacío se pueden detectar mediante métodos bastante primitivos, por ejemplo, presurizando la cámara de vacío con nitrógeno y aplicando una mezcla de agua con jabón desde el exterior a las áreas y componentes sospechosos, si existe una fuga, se producirán burbujas. El método más sensible para la detección de fugas en sistemas de vacío alto y ultra alto es aplicar un gas trazador, preferiblemente helio, en el sitio de fuga sospechado y detectarlo después de pasar la fuga mediante espectrometría de masa [22]. La molécula de helio es mucho más pequeña que una molécula de agua o aire, tan pequeña que puede penetrar fácilmente a través de una pequeña fuga. Además, el helio es químicamente inerte, no explosivo, no tóxico y está presente en el aire normal en una concentración de solo 0.0005%. Una lectura espectral de helio en el espectrómetro de masas proporciona la tasa de fuga en el sitio de prueba, lo que indica que se ha encontrado la fuga (o al menos una de ellos).

El helio es un gas estable y su contribución a la presión parcial en un sistema de vacío es real. Para una detección de fugas muy sensible y la certificación de los niveles de fuga, el uso de una fuga calibrada por helio, a la presión máxima objetivo del sistema, permitirá discernir pequeñas fugas con precisión cuantificable. La tasa de fuga real del sistema se puede calcular con la ayuda de la ecuación:

$$Q_L = \frac{P_L - P_0}{P_S - P_0} Q_S \tag{3.3}$$

donde Q_L es la tasa de fuga, P_L es la presión parcial de la fuga de He, P_0 es la presión parcial de fondo de He, P_S es la presión parcial de la fuga estándar de He y Q_S es la tasa de fuga de la fuga estándar de He.

3.3.1 Analizador de Gases Residuales

El análisis de gases residual (RGA, por sus siglas en inglés) es una técnica comprobada para la solución de muchos problemas de fabricación relacionados con el vacío [23]. Es un instrumento de control de procesos sofisticado utilizado ampliamente para fines de diagnóstico y para verificar entornos. Una de las aplicaciones del RGA es la medición de la pureza del gas que se encuentra en el recipiente. El principio de medición aplicado en RGA es la espectrometría de masas.

Un RGA utiliza un campo de radiofrecuencia para poder separar por masa los componentes del gas que queda en el sistema de vacío.

En un sistema de vacío sellado, los gases residuales tienden a ser hidrógeno (masa 2) debido al desgasado de las paredes, agua (18) si no está horneado y metano (picos alrededor de 16) que es generado por el RGA mismo. Otros gases esperados son masa 28, que puede ser CO o N_2 y 44, CO₂, que proviene de las bombas iónicas. Las indicadores de una fuga son los picos en la masa 32 correspondiente a oxígeno o el argón en la masa 40. El oxígeno es abundante el aire, pero generalmente se bombea bien, y si se ve en el RGA, probablemente sea una fuga en el sistema. El argón no es abundante, pero no tenemos una velocidad de bombeo muy buena para él, por lo que se acumulará si hay una fuga y veremos un pico la masa 40. No se encontrarán hidrocarburos cuando se usen bombas turbomoleculares. Las bombas turbomoleculares son muy efectivas para evacuarlos debido a las altas masas moleculares y los altos radios de compresión resultantes.

3.4 MolFlow+

Molflow+ es un software desarrollado en CERN por R. Kersevan y M. Ady [21] basado en el método de Monte Carlo de partícula de prueba. Ha sido modificado para calcular la presión de una manera directa de la masa y la velocidad de las moléculas.

Cantidades que utilizamos para caracterizar un sistema de vacío, tales como conductancia, evolución de la presión dependiente del tiempo o coeficientes de adherencia se calculan principalmente mediante métodos Test-Particle Monte Carlo (TMPC). Primero se modela el sistema en tres dimensiones (con otro software editor, AutoCAD, Inventor, Blender) y luego, una vez importado, el código TMPC genera moléculas en la entrada del componente mismo, apuntando en ángulos "extraídos al azar" de acuerdo con la distribución elegida. Cuando la molécula abandona la pared, lo más importante es su dirección (no importa lo que ocurra dentro de la cámara, como ya mencionamos, en el flujo molecular las colisiones entre moléculas son despreciables) porque el programa seguirá la trayectoria molecular hasta que llegue a la "salida del sistema" (lo que significa salir del componente, ser atrapada en una bomba, pegándose a una superficie). Se necesitan muchas trayectorias simuladas para reducir la dispersión estadística.

Molflow+ es una herramienta que permite importar dibujos en 3D de componentes de vacío, crear un mapa de facetas (similar a la malla de elementos finitos) y generar flujos de moléculas en la superficie de interés. El programa también puede simular la presencia de diferentes sistemas de bombeo, ya sea localizados (bombas iónicas) o distribuidos (revestimientos NEG). El coeficiente de adherencia de las bombas, el ingreso de flujo molecular, la desgasificación de una superficie, la temperatura y la masa molecular se encuentran entre los parámetros que se pueden establecer antes de comenzar la simulación. Además, puede evaluar la impermeabilidad del componente importado, mostrando las potenciales fugas relacionadas con su ensamblaje y materiales elegidos. Finalmente, se proporciona una poderosa herramienta dependiente del tiempo [55].

Con MolFlow+, uno de los parámetros más importantes es la elección del modelo de reflexión de partículas que se utilizará. A presiones muy bajas, la velocidad de flujo de los gases está limitada por la frecuencia con la que las moléculas golpean las paredes y, por lo tanto, pueden ser lanzadas en la dirección de incidencia. Este tipo de flujo se denomina "flujo molecular". Una molécula de gas que golpea una superficie se refleja en una dirección que es totalmente independiente de la dirección de incidencia, y la distribución de direcciones de un número infinitamente grande de moléculas después de una reflexión desde una superficie sigue la ley del coseno de Lambert [56], la cual describe una reflexión difusa donde las moléculas de gas que golpean la pared se vuelven a emitir de forma probabilística, independientemente de sus condiciones de incidencia. Aquí la probabilidad de que una molécula abandone la superficie en el ángulo sólido dw formando un ángulo θ con la normal a la superficie es:

(

$$ds = \frac{dw}{\pi} \cos\theta \tag{3.4}$$

La mayoría de las superficies técnicas utilizadas en UHV son reflectores lambertianos [57], por esta razón, usamos la distribución de coseno para describir la desorción en la simulación, esto conduce a una mejor aproximación de la desorción de moléculas perpendiculares a la cara de la faceta.



Figura 3.6: Ley de distribución del coseno. La distribución de las velocidades dispersas es independiente del ángulo de incidencia.

Molflow+ toma en cuenta el coeficiente de adherencia para encontrar las velocidades de bombeo de las bombas. El coeficiente de adherencia es un término utilizado en física de superficie para describir la relación del número de átomos (o moléculas) que se adsorben o "pegan", a una superficie con respecto al número total de átomos que inciden sobre esa superficie durante el mismo periodo de tiempo y está dado por

$$\sigma = \frac{S}{S_{Max}} \tag{3.5}$$

donde S es la velocidad de bombeo y S_{Max} la velocidad de bombeo ideal.

Molflow+ es un programa de simulación directa de Monte Carlo que nos permitió encontrar las distribuciones de presión en nuestro sistemas de vacío, teniendo como parámetros de entrada las velocidades de la bomba, las tasas de desgasado, las temperaturas y la conductancia entre las fuentes de gas y las bombas, como veremos en los siguientes capítulos.

Capítulo 4

Metodología

4.1 Diseño

Hacer funcionar un sistema de vacío puede ser un proceso lento y descubrir problemas a lo largo del camino puede hacer que sea mucho más lento. Con una planificación cuidadosa se pueden captar muchos de los problemas y hacer el diseño del sistema alrededor de ellos. Probablemente aún se encuentren algunas cosas que no se pensaron o que no se esperaban, así que siempre hay que dejar algo de espacio y flexibilidad en el plan.

Siempre habrá desgasado residual en todas las superficies de la cámara de vacío. Las partes que estarán dentro de la cámara deben estar hechas de materiales de baja emisión de gases y deben poder limpiarse y hornearse.

Para lograr una baja presión, se necesita tener una buena conductancia hacia las bombas, por lo que debe de hacerse un diseño que optimice la conductancia entre la cámara y las bombas. Los datos experimentales relacionados con los sistemas de vacío deben ser predichos y, a veces, evaluados mediante simulaciones, proporcionados hoy en día por varios programas. Los sistemas de vacío suelen ser costosos, un mayor uso de simulaciones en el proceso de diseño puede resultar en un ahorro sustancial de costos. Para el diseño de este sistema se utilizaron varios software CAD (AutoCAD, SolidWorks, Inventor y Blender) para generar la geometría de cada componente y encontrar la mejor configuración para el sistema, como se muestra en la figura 4.1.



(a) Modelo del sistema de XHV.



(b) Corte isométrico del sistema.

Figura 4.1: Diseño CAD del sistema de bomba iónica, NEG's y bomba criogénica en la configuración óptima para el bombeo hasta XHV.

⁽c) Corte transversal del sistema.

La figura 4.1 muestra la geometría simulada de las bombas y la cámara de vacío de prueba, usando las dimensiones de los dibujos a escala del fabricante. La cámara de vacío es una réplica simplificada del cañón de electrones del inyector CEBAF. Mide 18 pulgadas de altura y 15 pulgadas de diámetro. Tiene dos bridas de 10 pulgadas, dos de 8 pulgadas, dos de 4.5 pulgadas y dos de 2.75 pulgadas. En una de las bridas de 2.75 se muestra un codo que es donde se encuentra montada la bomba iónica. No es necesario modelar ni simular la bomba iónica puesto que se encuentra externa al sistema de vacío y sólo existe una superficie de contacto entre ella y la cámara de prueba.

Dentro de la cámara se encuentran 10 bombas NEG SAES SORB-AC NEG Wafer WP950, las cuales están representadas por prismas rectangulares. Cada uno de ellos tiene un largo de 190 mm, un ancho de 50 mm y una altura de 30 mm.

La cámara exterior de la bomba criogénica tiene una altura de 18 pulgadas y un diámetro de 8 pulgadas. La cámara interna de la bomba mide 6.5 pulgadas de alto con un diámetro de 6.24 pulgadas. Dentro de la bomba criogénica se muestra el deflector que se utiliza como escudo contra el calor de radiación directa y el arreglo de paletas donde se tiene adherido el BNNT.

Por otro lado, el proceso de diseño de vacío requiere un cálculo detallado de los perfiles de presión para una serie de escenarios diferentes con el fin de optimizar el tamaño y la colocación de las bombas, por lo cual se utilizó el software de simulación MolFlow+ para encontrar la mejor conductancia entre las bombas y predecir el comportamiento que tendría la distribución de la presión en las paredes de la cámara.

La geometría de cada bomba utilizada en las simulaciones de MolFlow+ fue simulada en AutoCAD y Blender para aproximarla a las áreas superficiales reales como se muestra en la figura 4.2.



Figura 4.2: Diseño geométrico del sistema. Bombas NEG, iónica y criogénica.

Podemos apreciar que el diseño del sistema en la figura 4.1 y 4.2 es ligeramente diferente, esto es debido a que el software Molflow+ tiende a generar fugas con geometrías complejas, por lo que las bridas y las válvulas se simplificaron en cámaras cilíndricas más simples con áreas superficiales que coinciden con las verdaderas.

4.2 Limpieza

Ya que se tuvo el diseño del sistema optimizado, antes del ensamblaje, se procedió a hacer la limpieza necesaria del equipo.

Para reducir la tasa de desgasado superficial, todas las superficies y componentes dentro de la cámara de vacío deben ser limpiados rigurosamente. Las superficies de los componentes puede tener impurezas tales como grasa corporal, restos de lubricantes y otras partículas transportadas por el aire desde la fabricación, producción y manipulación. Nuestro procedimiento general de limpieza se describe a continuación:

Primero se deben inspeccionar las partes en busca de contaminantes obvios, por ejemplo, trozos de tierra, polvo u óxido. Si hay grandes cantidades de suciedad, éstas deben eliminarse primero con papel y solventes. Para elegir el tipo correcto de solvente hay que tener en cuenta lo siguiente: la acetona es un solvente agresivo que funciona para una variedad de contaminantes, pero puede dejar un residuo. Los alcoholes no disuelven tantas sustancias, pero se evaporan sin dejar residuos. El metanol es el más agresivo y el más rápido para evaporarse y es bueno para limpiar la suciedad visible. El isopropanol es el más suave y seguro de usar cuando se preocupa por dañar un material. Por lo anterior, la primera etapa de limpieza se hace de manera mecánica haciendo un tallado de isopropanol para eliminar cualquier suciedad visible.

Luego se procede a hacer una limpieza más profunda utilizando un baño ultrasónico. Se colocan las piezas en una cesta, para remojar en detergente alcalino durante 5 minutos, luego, se coloca el recipiente dentro el baño ultrasónico, por 15 minutos con detergente y otros 15 minutos en agua desionizada para enjuagarlo. Debe haber algo de agua debajo del recipiente para un buen contacto acústico entre el generador de ultrasonido y el recipiente llena de detergente. A partir de este momento, no se deben tocar las piezas con las manos, se deben usar guantes y colocar las piezas sobre papel aluminio limpio.

Finalmente, se hace otra limpieza mecánica, tallando esta vez con metanol. Esto es sólo con el fin de eliminar cualquier residuo de detergente.

El trabajo limpio es imprescindible para la generación de ultra alto vacío, todas las piezas deben limpiarse a fondo antes de la instalación y deben montarse con guantes libres de grasa. Durante todo el proceso de limpieza y montaje, se debe tener mucho cuidado de no tocar los componentes con las manos desnudas o poner las piezas en contacto con equipo sucio.

4.3 Ensamblado

La cámara en la que se trabajó es una es una cámara similar a la que se usa en el cañón de electrones del CEBAF. La cámara es de acero inoxidable. El acero inoxidable es el material preferido para construir sistemas de vacío [58], ya que tiene suficiente fuerza para las conexiones de bridas, incluso en procesos de horneado, tiene baja permeabilidad magnética Se puede soldar de modo que sea hermético al vacío, su superficie está lo suficientemente pasivada y, por lo tanto, proporciona suficiente protección para múltiples aplicaciones y tiene una baja tasa de desgasado, que además, puede ser reducida si se le da un tratamiento especial [59]. Las bridas ConFlat (CF) son el tipo estándar para utilizar en sistemas de UHV. Son buenas para las presiones más bajas y soportan temperaturas de hasta 400°C. Hay dos tipos de bridas: giratorias y no giratorias. Hay que tener en cuenta que si se unen dos bridas no giratorias entre sí, entonces su elección de orientaciones es limitada. Se pueden unir dos bridas giratorias entre sí, pero suele ser muy complicado. Por lo general, lo más conveniente es una brida giratoria unida a una no giratoria.

Antes de comenzar el montaje, se deben de tener todos los componentes preparados (bridas, tuercas, tornillos y herramientas). Para sellar cada brida se debe tener en cuenta que el gasket se toma sólo del borde exterior (la parte que no estará en vacío). Si el gasket toca una superficie sucia, es mejor desecharlo y utilizar uno nuevo. A diferencia de los O-Rings, los gaskets no son reusables, si se debe abrir una junta, hay que desechar el gasket.

La primera tarea ensamblaje para este experimento fue encontrar una manera de montar diez módulos SAES SORB-AC NEG Wafer WP 950 dentro de la cámara. Esto requería construir un marco de montaje y luego ensamblar el conjunto dentro de la cámara de vacío, como se muestra en la figura 4.3.

Estas bombas han sido diseñadas para maximizar la velocidad de bombeo del hidrógeno

y de gases activos. Cada módulo consiste en una tira adquisidora metálica, revestida que forma una serie de aletas paralelas que se laminan con elementos reactivos para hacer una bomba tipo embebedor. Los materiales absorbentes utilizados son una aleación de Zr-V-Fe.



(a) WP950 modules. (b) Mounting the NEG array. (c) 10 NEG array.

Figura 4.3: Imágenes de los módulos WP950 antes y después de ser montados en la cámara.

El ensamblado de las bombas NEG se hizo limpiamente usando guantes y una chaqueta tyvek en un cuarto semi-limpio para evitar la entrada de aceites y polvo en el sistema. Los módulos WP950 fueron montados mecánicamente de forma segura y aislados eléctricamente, ya que es necesario pasar corrientes altas a través de ellos para calentarlos y prepararlos para el bombeo.

Luego que las NEG estaban montadas y se comprobó que estaban aisladas eléctricamente

se procedió a sellar las bridas y a colocar la bomba iónica y la bomba criogénica en la configuración que resultó ser más óptima para el sistema, según nuestro diseño 4.1.



La configuración final del sistema se muestra en la figura 4.4.

Figura 4.4: Configuración final del sistema de vacío.

4.4 Bombeo hasta HV

Como se abordó en el capítulo 3, para alcanzar XHV es necesario hacer distintos procesos de bombeo ya que no existe una bomba de vacío que sea capaz de funcionar en todos los rangos

de presión, debido al tipo de flujo de gas. Además, la presión debe disminuir gradualmente, puesto que la diferencia dentro de la cámara será 14 órdenes de magnitud menor a la presión atmosférica.

La presión de la cámara de prueba se evacuó primero con un sistema de bombeo inicial, que podemos llamar de bombeo previo. Este sistema contaba una mecánica y una turbomolecular, al que llamamos "pump cart".

El sistema de prebombeo está conectado a la cámara a través de una línea de bombeo y una válvula separadas de la cámara, como se muestra en la figura 4.5.



Figura 4.5: Cámara de vacío de prueba conectada al sistema de prebombeo ("pump cart").

Antes de comenzar el horneado, el sistema se bombeó hasta llegar a los bajos 10^{-6} Torr.

4.5 Horneado

Para lograr presiones aun más bajas, se debe hornear el sistema a medida que se bombea. El horneado aumenta las tasas de desgasado, y en general, cuanto más caliente se hornee, más rápido se obtendrá la cámara limpia.

Para obtener UHV, un sistema necesita ser horneado porque hay gas residual (principalmente agua) que se adsorbe en las paredes de la cámara y la presión de vapor del agua es tan alta que el sistema no entra en el rango de UHV. El agua se desorbe lentamente y, por lo tanto, se bombea, pero esto lleva mucho tiempo a temperatura ambiente, por lo que se realiza el tratamiento térmico para acelerar este proceso. El horneado es una aceleración artificial del proceso de desgasado. Recientemente el CIS ha demostrado una mejoría mensurable y notable en el vacío de las cámaras del cañón de electrones mediante la implementación de un horneado prolongado de la cámara de vacío, que sirve para reducir la tasa de desgasado de la cámara [27].

La calefacción debe ser uniforme para todas las superficies, por lo que se montó un horno alrededor del sistema y se utilizó un soplador de aire caliente para calentar uniformemente. Lo mejor es comenzar a hornear con la bomba de iones apagada y usar la bomba turbo para eliminar el gas durante el proceso. Las bombas turbo eliminan el gas del sistema, mientras que las bombas iónicas son bombas de captura con capacidad finita, por lo que usarlas para bombear vapor de agua acortará su vida útil.

El sistema se horneó a 250°C durante 155 horas, como se muestra en la figura 4.6. Se establecieron las rampas del tratamiento térmico a partir de 25°C a 85°C, luego otra rampa a 120°C, otra a 200°C y finalmente una hasta 250°C. Este horneado fue mucho más lento que un ciclo de cocción típico, tuvo que ser de esta manera ya que tenemos que usar un filtro HEPA (por sus siglas en inglés High-Efficiency Particulate Air) en la línea de bombeo para evitar cualquier exposición accidental a las nanopartículas de BNNT que podrían desplazarse durante la extracción de gas del sistema. Luego dejamos estabilizar a 250°C durante 45 horas y comenzamos a enfriar a 120°C y lo dejamos ahí 4 horas para hacer una activación de las bombas NEG. Luego bajamos a 25°C. Todo el tiempo durante el proceso de horneado, la región del desplazador de la bomba criogénica se purgó con nitrógeno en gas para evitar la oxidación del sistema.



Figura 4.6: Rampa de temperatura del proceso de horneado.
Cada vez que se va a hornear un sistema, se debe estar de que se están usando tornillos, sellos y gaskets con chapa de plata. Los sellos recubiertos en plata resisten la corrosión a las altas temperaturas de un horneado de vacío, a diferencia de las bridas de cobre que se oxidan y pueden contaminar el sistema con óxidos de cobre. El uso de tornillos de plata evita la soldadura de materiales similares bajo las condiciones de calor. Dentro de la cámara de vacío, los tornillos de acero inoxidable en las tuercas de acero inoxidable se soldan a altas temperaturas, pero la plata actúa como una capa lubricante y evita que queden unidos. Para las piezas de vacío que conectan las bridas conflat, los tornillos de acero reaccionan de nuevo con el agua en la atmósfera a altas temperaturas y se corroen, la plata proporciona un metal diferente para permitir el desmontaje del sistema después del horneado.

4.6 Bombeo hasta XHV

Para continuar con el descenso de la presión después del horneado se utilizó una bomba iónica, la cuál tiene una velocidad de bombeo de 68.5 Torr l/s para hidrógeno.

Se debe hacer un "burp" a las bombas iónicas cuando se encienden por primera vez después del horneado. Esto quiere decir encenderla y apagarla algunas veces. La razón de esto es que cuando enciende por primera vez una bomba iónica después de hornear, tiene una corriente de bombeo muy alta y parece aumentar la presión de los medidores cercanos. Luego, cuando la corriente de la bomba es más baja, en un nivel correspondiente a las lecturas del medidor, la dejamos encendida. Inmediatamente se nota como la presión en el medidor disminuye debido a la acción de la bomba de iónica. Una vez confirmado que la bomba iónica está funcionando de manera correcta, se cierra la válvula hacia la turbo bomba y se puede prescindir de ella.

Durante el horneado se procedió a activar las bombas NEG que se encuentran dentro de la cámara de vacío, las cuales tienen una velocidad de bombeo acumulativo de 4300 Torr l/s para hidrógeno. Estos materiales embebedores desarrollan sus características de bombeo después de un proceso de "activación", es decir, después de calentarlos a una temperatura adecuadamente alta bajo un vacío dinámico durante un tiempo apropiado.

El tratamiento térmico difunde la delgada capa protectora (formada en la superficie del polvo absorbente por la exposición al aire durante los pasos de fabricación) en el volumen y hace que la superficie del absorbente esté limpia y pueda absorber los gases residuales del entorno de vacío en el que se encuentra operando. La "reactivación" o un segundo tratamiento térmico se pueden llevar a cabo en módulos captadores que han experimentado un ciclo de saturación previo (es decir, han absorbido gases activos hasta que su velocidad de bombeo ha descendido a valores inaceptablemente bajos).



Figura 4.7: Tiempo de activación de las bombas NEG. La curva muestra la corriente que debemos aplicar y para obtener la temperatura adecuada para activar las bombas.

Como se vio en la figura 3.1 Para obtener una óptima eficiencia final de las bombas, es necesario encontrar la combinación ideal de corriente aplicada, temperatura y tiempo de espera. Nuestra activación se hizo a partir de la curva dada por la figura 4.7.

En este punto, sólo se contaba con el medidor Extractor en operación, el cual midió una presión de 1.6×10^{-11} Torr.

Después del horneado, una vez que se tuvo la seguridad de que el sistema no tenía fugas y había llegado a una presión base se procedió a encender el sistema de bombeo criogénico.

Cada vez que se abre la cabeza fría de la bomba criogénica a la atmósfera, para evitar contaminar el sistema con aire y vapor de agua, debemos limpiar y recargar la bomba criogénica con gas helio puro al 99,995% a 300 Psi.

Luego de la recarga de helio se inició la preparación criogénica, enfriando el conjunto de paletas del criopanel a 10 K y el escudo de temperatura a 40 K, lo cual tarda aproximadamente dos horas. La temperatura es medida por diodos de silicio.

Con las tres bombas encendidas, se procedió a dejar el sistema estabilizar hasta llegar a una presión base y así poder comenzar con las mediciones en las distintas configuraciones.

4.7 Medición del Vacío

Durante todo el proceso se contó con varios métodos de monitoreo de la presión dentro del sistema.

El pump cart está equipado con un medidor Micropirani, el cual tiene un rango de operación desde presión atmosférica hasta 1×10^6 Torr. Adicionalmente, se cuenta con un RGA la cual especifica la composición de gases residuales y cuenta con un sistema propio de monitoreo de la presión. Una vez realizado el bombeo previo, después del proceso de horneado, se aisló la cámara de prueba, la cual se encuentra equipada con un medidor Extractor y un 3BG.

Durante la primera activación de las bombas sólo se utilizó el medidor Extractor para monitoreo del sistema y una vez llegada a una presión base, se encendió el medidor 3BG.

El banco de pruebas está controlado por un programa LabView optimizado para este sistema específico. Este programa gestiona la lectura de todos los sensores de presión y temperatura y realiza de manera automática el registro de los datos.

4.8 Límite de Rayos X

Para medir el límite de rayos X en un medidor de cátodo caliente es necesario variar el voltaje en el deflector hasta encontrar una señal de fondo que deja de ser dependiente del gas residual que se encuentra dentro de la cámara de vacío. Cada vez que se varía el voltaje, es necesario dejar que el sistema llegue a una presión base, tomar la medición y variar otra vez. Esto puede ser muy tedioso para realizarlo análogamente, por lo que se procedió a automatizar el proceso mediante el uso de LabView.

El programa de LabView automatizado es capaz de controlar un suministro de voltaje variable que tiene una entrada analógica para controlar el voltaje en lugar de un dial, y registrar la salida analógica del controlador del medidor extractor o el medidor 3BG, que corresponde a la presión. La conversión de voltaje a presión cuando la salida analógica está en formato logarítmico es, de acuerdo al manual [53]:

$$P = 7.5 \times 10^{-14} \times 10^{\frac{10V}{11}} \tag{4.1}$$

La fuente de voltaje variable va de 152 V a 500 V. Se detiene la variación de voltaje antes de 500V ya que el límite de rayos X de ambos medidiores es evidente al llegar a 350 V.

El programa LabView se estableció para medir la presión durante 10 horas y luego realizar un escaneo de límite de rayos X durante 10 horas, con un largo tiempo de espera entre cada punto. También se agregó una función que tomaría 20 mediciones de la presión después del tiempo de espera, y promedia esas para minimizar cualquier ruido en el controlador y deshacerse de los saltos desagradables de un mal punto.

4.9 Simulaciones en MolFlow+

Los coeficientes de adherencia entre cero y uno establecen la probabilidad de que una partícula incidente sea adsorbida por una faceta. Las bombas suplementarias se ingresaron en la simulación como una tasa de bombeo volumétrico en facetas individuales. Molflow+ establece velocidades de bombeo volumétricas ajustando el coeficiente de adherencia en la faceta de bombeo de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$\alpha = \frac{4}{SAv} \tag{4.2}$$

donde α es el coeficiente de adherencia, S la velocidad de la bomba especificada por el usuario, A =área superficial de la faceta, y v es la velocidad promedio de la molécula [21]. La presión de simulación se mide como un perfil a través del eje de una faceta. Cada faceta tiene \vec{u} y \vec{v} ejes que están divididos en 100 secciones iguales. La presión se mide en cada una de esas secciones siguiendo la ecuación:

$$P = 4Q \frac{hits}{N} \frac{1}{A\sqrt{\frac{8RT}{\pi m}}}$$
(4.3)

donde P es la presión en Torr, Q la tasa de desgasado total del sistema en Torr m³/s, hits es el número de impactos de una partícula de Monte Carlo en un área superficial determinada, N el número total de partículas de Monte Carlo creadas y rastreadas por el software, A el

área de superficie de la sección en m^2 , y *m* es la masa molecular es kg/mol [21]. Debido a que hay un número limitado de partículas de Monte Carlo que el software de simulación puede rastrear, esta fórmula de presión convierte la densidad virtual en una densidad real que es graficada por el visualizador de perfiles a través del eje de facetas.

La simulación de la bomba criogénica horneable con BNNT se estableció con las temperaturas del arreglo de paletas 10 K y el escudo a 40K. La parte externa de la bomba criogénica a 293 K. El deflector de la paletas utilizado para bloquear el calor de radiación directo se incluyó en la geometría debido a su efecto sobre la velocidad de la bomba. De acuerdo con Mamun et al. [27] Debido al tratamiento térmico realizado antes del bombeo, las tasas de desgasado de la cámara de prueba de acero inoxidable, los fuelles, las bridas y la cámara exterior de la criobomba tienes tasas de desgasado se estimaron 5×10^{-13} Torr l/s/cm². La bomba iónica sólo se colocó de manera indirecta en la simulación, en la brida donde va montada se estableció la velocidad de bombeo con la conductancia debida al codo, de modo que la cámara de vacío de prueba vio una velocidad de bombeo de 68.5 l/s.

Para encontrar la tasa exacta de bombeo en la cámara de prueba con la bomba iónica, la velocidad volumétrica de bombeo se ajustó en una faceta de la cámara exterior, situada dónde se encuentra montada. Con una velocidad de bombeo de algo menor a 68 l/s, la bomba iónica generó presiones a 2×10^{-11} a 4×10^{-11} Torr, lo cual coincide con las mediciones experimentales.

Hubo dos etapas de simulaciones en MolFlow+. La primera fue para predecir el comportamiento del flujo de gas en las paredes de la cámara, utilizando resultados previos acerca del coeficiente de adherencia del BNNT [60]. La segunda etapa fue para ajustar los parámetros de entrada para que coincidan las distribuciones de presión a las que medimos experimentalmente en el sistema. Las dimensiones, superficies y volúmenes geométricos se eligieron para ser idénticos a la configuración real. Dado que no se implementan elementos de diseño especiales, como fuelles, en el sistema, el modelo Molflow+ representa una replicación muy precisa del experimento de prueba. La bomba NEG es aproximada por un conjunto de prismas rectangulares con dimensiones idénticas a los módulos embebedores reales.

Para las primeras simulaciones se utilizaron los datos de entrada que se muestran en la tabla 4.1.

Bomba	Coeficiente de	Velocidad de	Tasa de	Temperatura
	Adherencia	Bombeo H_2	Desgasado	(K)
		(Torr l/s)	$(\text{Torr } l/s/m^2)$	
Iónica	0.466254	65.8	0	293
NEG's	0.099835	4300	0	293
Criogénica Apagada	0	0	0	293
(Arreglo BNNT)				
Criogénica Encendida	0	0	0	90
(Primer Escudo)				
Criogénica Encendida	0.288	1000	0	10
(Arreglo BNNT)				
Cámara de Vacío	0	0	5×10^{-13}	293

Tabla 4.1: Parámetros de entrada para la primera simulación en MolFlow+.

La segunda simulación en MolFlow+ fue hecha para modificar los parámetros de entrada con el fin de que la distribución de presión coincida con los resultados obtenidos experimentalmente. Los tres valores que se pueden ajustar en el modelo son el coeficiente de adherencia y velocidad de bombeo de la criobomba y la tasa de desgasado de la bomba criogénica con BNNT. De esta manera se puede hacer obtener una cota para ellos.

Bomba	Coeficiente de	Velocidad de	Tasa de	Temperatura
	Adherencia	Bombeo H_2	Desgasado	(K)
		(Torr l/s)	$(Torr l/s/m^2)$	
Iónica	0.466254	65.8	0	293
NEG's	0.099835	4300	0	293
Criogénica Apagada	0	0	2×10^{-12}	293
(Arreglo BNNT)				
Criogénica Encendida	0	0	2×10^{-12}	40
(Primer Escudo)				
Criogénica Encendida	0.8632	3000	0	10
(Arreglo BNNT)				
Cámara de Vacío	0	0	5×10^{-13}	293

Los datos se muestran en la tabla 4.2.

Tabla 4.2: Parámetros de entrada en MolFlow+ modificados para que la simulación utilizada se ajuste a los datos experimentales.

Capítulo 5

Resultados

Para el desarrollo del presente experimento se utilizaron tres configuraciones diferentes de bombeo, buscando las condiciones óptimas de funcionamiento de las bombas para la obtención del mejor vacío posible. Los tres casos distintos de operación del sistema en los que se midió la presión son: con las tres bombas encendidas, con la bomba iónica apagada y las bombas NEG y criogénica encendidas y el último caso con las bombas NEG e iónica funcionando mientras que la bomba criogénica se mantuvo apagada, estos tres casos se esquematizan en la tabla 5.1.

Caso	NEG	Bomba Iónica	Criobomba
1	Encendida	Encendida	Apagada
2	Encendida	Apagada	Encendida
3	Encendida	Encendida	Encendida

Tabla 5.1: Las tres configuraciones en que se midió la presión del sistema.

5.1 Simulaciones en MolFlow+

Se simuló la presión esperada tanto con la criobomba encendida como apagada, usando datos de pruebas previas [60] de esta bomba criogénica para determinar el coeficiente de adherencia efectivo. Las velocidades de bomba citadas por el fabricante [11, 12] para las bombas iónica y NEG se han medido y son precisas, por lo que se usaron aquí. También hemos medido la tasa de desgasado de la cámara de acero inoxidable y se utilizó ese resultado para las simulaciones [27], como se muestra en la tabla 4.1.

La tasa de desgasado del material BNNT es nuestro principal valor desconocido para el sistema con la bomba criogénica apagada, y la velocidad de bombeo y el coeficiente de adherencia de la bomba criogénica es el principal valor desconocido para el sistema con la criobomba encendida. Podemos comparar las simulaciones con las mediciones de presión en los dos estados para determinar mejor la tasa de desgasado del BNNT y la velocidad de la bomba criogénica a partir de las presiones que se midieron, por lo que este primer modelo se usó más como una descripción del sistema que como una predicción.

De las simulaciones se obtuvo una estimación de la presión del sistema en las tres distintas configuraciones. Los valores se muestran en la tabla 5.2.

NEG	Bomba Iónica	Criobomba	Presión (Torr)
Encendida	Encendida	Apagada	2.145×10^{-11}
Encendida	Apagada	Encendida	4.175×10^{-12}
Encendida	Encendida	Encendida	3.73×10^{-12}

Tabla 5.2: Presión del sistema.



Figura 5.1: Simulación de la distribución de presión en el sistema. De izquierda a derecha, modelo con la bomba criogénica apagada, modelo con bomba criogénica encendida y la bomba iónica apagada y modelo con los tres tipos de bomba encendidas.

Los resultados mostraron que la presión en el sistema es mejor con la bomba criogénica encendida, como se esperaba, pero estas simulaciones indicaron que no se alcanzarían las presiones de XHV. Sin embargo, se procedió a hacer cuidadosas y bastas mediciones para ver el efecto que tiene cada una de las bombas y así, modificar los parámetros de las simulaciones para ajustar los resultados con las medidas que se tomaron y así obtener un valor aproximado de la tasa de desgasado, coeficiente de adherencia y velocidad de bombeo del BNNT.

5.2 Resultados Experimentales

5.2.1 Caso 1

En este primer caso se utilizaron solo las bombas iónica y NEG para generar el vacío, una vez transcurrido el tiempo suficiente para alcanzar la presión base del sistema se registró la lectura del vacío utilizando dos diferentes transductores, el medidor Extractor y el medidor 3BG.



Figura 5.2: Presión vs tiempo donde las bombas NEG y la bomba iónica estaban encendidas y la bomba criogénica apagada.

La lectura registrada por ambos medidores se muestra en la figura 5.2. Como se especificó en la metodología, la toma de datos se realizó de manera automática, dada la cantidad de mediciones registradas, en la presente figura solo se muestra las mediciones tomadas desde el día 26 de febrero a las 16:48 hrs hasta el 28 de febrero a las 12:00 hrs. Podemos observar que las mediciones de ambos medidores se registran en un rango de presión que va desde 1.7×10^{-11} Torr hasta 6×10^{-12} Torr, sin embargo se observa que las lecturas de ambos medidores coinciden en la mayoría de los puntos graficados. Los promedios de las lecturas para esta configuración son: 9.09×10^{-12} y 1.15×10^{-11} Torr para los medidores Extractor y 3BG, respectivamente.

5.2.2 Caso 2

En esta configuración se utilizaron las bombas NEG y la bomba criogénica para generar el vacío, una vez transcurrido el tiempo suficiente para alcanzar la presión base del sistema se registró la lectura de la presión con los medidores Extractor y 3BG.

La lectura registrada por ambos medidores se muestra en la figura 5.3. La toma de datos se realizó de manera automática y en la presente figura sólo se muestra las mediciones tomadas el día 7 de febrero desde las 6:43 hrs hasta las 10:33 hrs. Podemos observar que las mediciones de ambos medidores se registran en un rango de presión que va desde 4.1×10^{-12} Torr hasta 1.4×10^{-12} Torr. Los promedios de las lecturas para esta configuración son: 2.209×10^{-12} Torr para el medidor Extractor y 3.37×10^{-12} Torr para el medidor 3BG.



Figura 5.3: Presión vs tiempo donde la bomba criogénica y bombas NEG encendidas.

5.2.3 Caso 3

Para el último caso se utilizaron todas las bombas, NEG, iónica y la bomba criogénica para generar el vacío, una vez transcurrido el tiempo suficiente para alcanzar la presión base del sistema se registró la lectura de la presión con los medidores Extractor y 3BG.



Figura 5.4: Presión vs tiempo con las tres bombas encendidas.

La lectura registrada por los medidores se muestra en la figura 5.4, donde se aprecian las mediciones tomadas desde el día 7 de febrero a las 18:00 hrs hasta el 8 de febrero a las 10:48 hrs. Podemos observar que las mediciones los medidores se registran en un rango de presión que va desde 4.5×10^{-12} Torr hasta 1×10^{-12} Torr, sin embargo se observa que las lecturas de ambos medidores no coinciden de la misma manera que en las otras configuraciones. Los promedios de las lecturas para esta configuración son: 3.53×10^{-12} y 5.01×10^{-12} Torr para los medidores extractor y 3BG, respectivamente.

Se puede observar que la lectura de los medidores es prácticamente la misma que con la iónica apagada pero hay un ligero incremento en la presión, que, aunque es muy pequeño, es medible.

NEG	Bomba Iónica	Criobomba	Extractor (Torr)	3BG (Torr)
Encendida	Encendida	Apagada	9.09×10^{-12}	1.15×10^{-11}
Encendida	Apagada	Encendida	2.209×10^{-12}	3.37×10^{-12}
Encendida	Encendida	Encendida	3.53×10^{-12}	5.01×10^{-12}

La presión promedio medida para cada caso se muestran en la siguiente tabla:

Tabla 5.3: Presión del sistema.

Debido a los problemas que hay para la medición de presiones bajas, se procedió a tomar el límite de rayos X de ambos medidores, para obtener la presión real del sistema.

5.3 Medición del Límite de Rayos X

Considerando el problema que existe en la medición de UHV por el funcionamiento de los medidores y de las corrientes de ionización se procedió a medir el límite de rayos X para cada uno de ellos.

5.3.1 Medidor Extractor

Para encontrar el límite de rayos X de un medidor se varía el voltaje aplicado al deflector y se observa cuando la señal deja de ser dependiente del gas residual y se hace constante. En la figura 5.5 podemos ver que de 150 V a 170 V aún existe una dependencia del gas residual del sistema y que aún hay respuesta del medidor para medir el vacío, a partir de esto, el valor es más o menos constante por lo que el límite de rayos X es el promedio de estas mediciones y encontramos que para el medidor Extractor, el límite es 1.7×10^{-12} Torr.



Figura 5.5: Presión medida en el medidor Extractor conforme variamos el voltaje aplicado al deflector.

De manera adicional, se hizo una medición consecutiva alternando la toma de datos entre el límite de rayos X y la presión dentro de la cámara de vacío, la cual se muestra en la figura 5.6.



Figura 5.6: Mediciones repetidas del límite de rayos X del medidor Extractor.

La figura 5.6 muestra mediciones consecutivas del límite de rayos X para el medidor Extractor tomadas durante una semana en un loop en la configuración 1, que es con la bomba criogénica apagada. La presión es más alta que el límite de rayos X en estas medidas, de modo que se puede ver el pico debido a la señal dependiente del gas residual, los puntos para los voltajes más altos son cuando ningún ion dependiente del gas puede llegar al colector, y la única corriente proviene de la desorción de electrones estimulada por rayos X.

La línea plana naranja indica las mediciones tomadas cuando la bomba criogénica estaba encendida y la presión en el sistema era más baja, por lo que no hay ningún ion dependiente del gas que pueda alcanzar el colector del medidor que sea mayor a la corriente de fondo.

Esto indica que en la presión base del sistema cuando la bomba criogénica está encendida, se alcanza el borde inferior de medición del medidor extractor.

5.3.2 Medidor 3BG

Al igual que con el medidor Extractor, para encontrar el límite de rayos X del medidor 3BG se varía el voltaje aplicado al deflector y se observa cuando la señal deja de ser dependiente del gas residual y se hace constante.

El medidor 3BG opera idealmente con el voltaje que genere mejor transmisión entre la parte ionizante y el detector. Sin embargo la óptica electrostática es muy compleja [52] y hay una discontinuidad en la transmisión cerca de 220 Volts, lo cual se estudiará en futuros trabajos. Lo que nos interesa para el límite de rayos X es lo que el medidor lee cuando ningún ion dependiente del gas llega hasta el colector, que es la señal medida a partir de 270 Volts y es cuando la señal comienza a ser constante, lo cual se puede apreciar en la Figura 5.7. Esta señal es debida a la corriente de rayos X suaves.

Haciendo un promedio de las mediciones de límite de rayos x, y para el medidor 3BG el límite es 5×10^{-13} Torr .



Figura 5.7: Presión medida en el medidor 3BG conforme variamos el voltaje aplicado al deflector.

5.4 Presión Real del Sistema

Para conocer la presión real del sistema es necesario restar la señal generada por el límite de rayos X del medidor Extractor y el medidor 3BG y restarla a la lectura de las presiones base de cada configuración.

NEG	Bomba Iónica	Criobomba	Extractor (Torr)	3BG (Torr)
Encendida	Encendida	Apagada	6.565×10^{-12}	1.1×10^{-11}
Encendida	Apagada	Encendida	5.15×10^{-13}	2.87×10^{-12}
Encendida	Encendida	Encendida	1.84×10^{-12}	4.52×10^{-12}

La presión final del sistema en los tres distintos escenarios, menos el límite de rayos X de los medidores se muestra en la siguiente tabla.

Tabla 5.4: Presión real del sistema.

5.5 Simulaciones en MolFlow+

Como se ha mencionado antes, los principales valores desconocidos en nuestro sistema son para la bomba criogénica; la tasa de desgasado del BNNT adherido a los criopaneles cuando la bomba está apagada y su coeficiente de adherencia y la velocidad de bombeo cuando está encendida.

Tomando en cuenta los resultados obtenidos experimentalmente, se modificaron dichos valores en nuestras simulaciones en MolfLow+, como se muestra en la tabla 4.2.

La figura 5.8 muestra las distribuciones de presión para las tres distintas configuraciones del sistema utilizando los resultados obtenidos al modificar el coeficiente de adherencia de la bomba criogénica al estar encendida y la tasa de desgasado al estar apagada nos arrojaron los resultados que se muestran en la tabla 5.5, los cuales se aproximan mejor a los valores medidos realmente.



Figura 5.8: Simulación de la distribución de presión en el sistema, ajustando los parámetros de MolFlow+ (como se muestra en la tabla 4.2) para coincidir con los resultados experimentales.

NEG	Bomba Iónica	Criobomba	Presión (Torr)
Encendida	Encendida	Apagada	2.145×10^{-11}
Encendida	Apagada	Encendida	4.175×10^{-12}
Encendida	Encendida	Encendida	3.73×10^{-12}

Tabla 5.5: Presión del sistema.

A diferencia del carbón activado, el BNNT no tiene un rango definido para su coeficiente de adherencia. Sin embargo, de este análisis se puede estimar que el coeficiente de adherencia del arreglo de paletas en el prototipo de bomba criogénica con BNNT está entre .8 y .9, al menos dos órdenes de magnitud menor que la del carbón activado. El coeficiente de adherencia del prototipo BNNT se ajusta mejor a una relación exponencial con la presión manométrica:

$$P = 5 \times 10^{-13} \alpha^{-0.807} \tag{5.1}$$

donde nuevamente P es la presión a través de la faceta superior y α es el coeficiente de adherencia.

El modificar el coeficiente de adherencia de la bomba criogénica cuando se considera que está encendida nos permitió hacer un estimado de la velocidad de bombeo de ésta, el cuál es de 3000 Torr l/s.

Para la simulación con la bomba criogénica apagada se modificó la tasa de desgasado del arreglo de paletas con BNNT y el resultado obtenido fue de $2 \times 10^{-12} \pm 0.5$ Torr l/s/m².

5.6 Discusión

Al medir el límite de rayos X de los medidores, es interesante notar que para el medidor Extractor, el límite de rayos X medido está en el mismo rango de la presión que estamos viendo en la cámara. Por lo que se concluye que este medidor llegó al límite de presión más baja que puede medir.

En el caso del medidor Watanabe Bent Belt-Beam (3BG) el límite de rayos X es mucho más bajo que la presión que estamos viendo en el sistema. Lo interesante a notar en estas mediciones es que la lectura de presiones detectada por el medidor discrepa bastante de la lectura que arroja el medidor Extractor. Este hecho puede deberse básicamente a tres contribuciones: la primera es el hecho de que los principios físicos de medición en ambos medidores es diferente pues mientras el medidor extractor es un medidor de cátodo caliente común, el medidor 3BG incluye una desviación de 230° en el colector para disminuir el efecto de la corriente de rayos X; la segunda contribución es el hecho de que la presión medida se encuentra prácticamente en el borde del rango de operación reportada por el fabricante para el medidor Extractor, y finalmente la tercer contribución es que el medidor 3BG puede no estar calibrado correctamente para este tipo de sistema ya que, a diferencia del medidor Extractor que es fabricado en masa y óptimamente calibrado, éste aún se encuentra en su periodo de prueba.

El uso del BNNT en una bomba criogénica permite hacer un horneado completo para reducir su tasa de desgasado, sacar del sistema la mayor cantidad de vapor de agua y aumentar así la posibilidad de convertir la bomba criogénica en una bomba de XHV. Por otro lado, al ser el BNNT un material completamente desconocido y pionero para esta aplicación es necesario utilizar los filtros HEPA, para evitar posibles riesgos de contaminación por nanomaterial, ya que por el momento no se han estudiado los riesgos que el BNNT puede tener en la salud. En cuanto a la efectividad del uso del BNNT en la bomba, es conveniente determinar las capacidades reales de la misma y compararlas con una bomba criogénica convencional que utiliza carbón activado. Adicionalmente, es necesario establecer una tasa de desgasado del BNNT liberado por el criopanel ya que un exceso de este material podría comprometer la fiabilidad asociada de algunos componentes de vacío y terminaría siendo un obstáculo para la instalación de este material en el sistema de vacío del inyector del CEBAF.

En este contexto, una vez comparados los resultados experimentales con los valores obtenidos en las simulaciones hechas para predecir el comportamiento, y después de terminar con los ajustes en los valores para hacerlos coincidir con la información obtenida. Es posible obtener cotas para el coeficiente de adherencia del BNNT que se encuentra en los criopáneles, el cual se encuentra entre 0.8 y 0.9. La velocidad de bombeo de la bomba modificada se encuentra alrededor de 3000 Torr l/s para hidrógeno. 700 Torr l/s más que la bomba Sumitomo Marathon (R) CP-8 convencional con carbón activado. Adicionalmente, también es posible establecer un valor aproximado de la tasa de desgasado del nanomaterial, la cual oscila entre $2 \times 10^{-12} \pm 0.5 \times 10^{-12}$ Torr l/s/m².

Después de revisar y analizar los resultados obtenidos, se observa que utilizando la configuración 2, con las bombas NEG y la bomba criogénica encendida, fue posible alcanzar presiones dentro del régimen de extremo alto vacío, razón por la cual se puede asegurar que al menos en términos de la presión se logró realizar una mejora significativa a la condición de vacío del sistema. Este vacío alcanzado genera una mejora a las condiciones de operación para el fotocátodo por lo cual se espera que se disminuya el deterioro del mismo.

Como bien se mencionó en el capítulo introductorio 1.1.1, la eficiencia cuántica en los fotocátodos de GaAs, se ve afectada principalmente por la presencia de óxidos y metano por lo que logrando disminuir éstos de la atmósfera residual se aseguraría completamente que se cuenta con las condiciones óptimas de operación; sin embargo, dada la configuración del sistema, no fue posible realizar un escaneado con el RGA para obtener la composición de la atmósfera residual, por lo que no se tiene la certeza total de como la combinación de bombas afectó este aspecto. Aun así, por la presión a la que se encuentra el sistema y los gases típicamente encontrados en este rango de presiones, es posible hacer una predicción de cómo nuestro sistema mejora en término de gases residuales y por lo tanto, se espera que esto ayude a disminuir la degradación cuántica (QE) de los fotocátodos de GaAs.

Capítulo 6

Conclusiones

Los resultados experimentales nos indican que se cumplió el objetivo de alcanzar extremo alto vacío (XHV) y en términos de presión se mejoró el vacío obtenido anteriormente por el CIS.

Se logró determinar el límite de rayos X de los medidores Extractor y 3BG.

Se modeló la geometría del sistema de manera precisa y se optimizó la configuración de ensamblado, tomando en cuenta la conductancia de las bombas.

Se utilizó el software de simulación de Monte Carlo MolFlow+ para predecir el comportamiento de los Nanotubos de Nitrato de Boro (BNNT) como material criosorbente en una bomba criogénica.

Se determinó una cota para el coeficiente de adherencia del nanomaterial el cual se encuentra entre 0.8 y 0.9.

Se demostró la efectividad del uso BNNT como material criosorbente en una bomba

criogénica horneable, aumentando su velocidad de bombeo de 2300 l/s a 3000 l/s y disminuyendo su tasa de desgasado, la cual oscila entre $2 \times 10^{-12} \pm 0.5$ Torr l/s/m².

Se logró realizar una mejora significativa a la condición de vacío del sistema alcanzando una presión de 5.15×10^{-13} Torr, con este vacío alcanzado se genera una mejora a las condiciones de operación para el fotocátodo por lo cual se espera que se disminuya el deterioro del mismo.

6.1 Trabajo a Futuro

Las simulaciones demuestran que el BNNT es una buena alternativa al bombeo criogénico tradicional; ha causado presiones correspondientes a un nivel de adherencia, lo cual implica que se ha producido un nivel de bombeo más allá de lo que se esperaría para los niveles de criocondensación, lo que permite al grupo CIS del Jefferson Lab avanzar en el desarrollo de un diseño más robusto, donde se optimicen las cantidades de BNNT colocado en la bomba de manera que se mejore su desempeño.

Buscar la manera de agregar un RGA para tener la certeza de la atmósfera residual del sistema. Se espera que al menos, al dejar de utilizar la bomba iónica, disminuyan los niveles de metano dentro de la cámara.

Bibliografía

- C. Hernandez-Garcia, P. G. O'Shea, and M. L. Stutzman. Electron sources for accelerators. *Physics Today*, 61:44, February 2008.
- [2] D. T. Pierce and H. C. Siegmann. Hot-electron scattering length by measurement of spin polarization. *Phys. Rev. B*, 9:4035–4037, May 1974.
- [3] C. K. Sinclair, P. A. Adderley, B. M. Dunham, J. C. Hansknecht, P. Hartmann, M. Poelker, J. S. Price, P. M. Rutt, W. J. Schneider, and M. Steigerwald. Development of a high average current polarized electron source with long cathode operational lifetime. *Phys. Rev. ST Accel. Beams*, 10:023501, Feb 2007.
- [4] S. Pastuszka, M. Hoppe, D. Kratzmann, D. Schwalm, A. Wolf, A. S. Jaroshevich, S. N. Kosolobov, D. A. Orlov, and A. S. Terekhov. Preparation and performance of transmission-mode gaas photocathodes as sources for cold dc electron beams. *Journal* of Applied Physics, 88(11):6788–6800, 2000.
- [5] R. Calabrese, V. Guidi, P. Lenisa, B. Maciga, G. Ciullo, G. Della Mea, G. P. Egeni, G. Lamanna, V. Rigato, V. Rudello, B. Yang, S. Zandolin, and L. Tecchio. Surface analysis of a gaas electron source using rutherford backscattering spectroscopy. *Applied Physics Letters*, 65(3):301–302, 1994.
- [6] N Chanlek, J D Herbert, R M Jones, L B Jones, K J Middleman, and B L Militsyn.

The degradation of quantum efficiency in negative electron affinity gaas photocathodes under gas exposure. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 47(5):055110, 2014.

- [7] N. Chanlek, R. M. Jones, J. D. Herbert, L. B. Jones, K. J. Middleman, and B. L. Militsyn. Gallium arsenide preparation and qe lifetime studies using the alice photocathode preparation facility. *Conf. Proc.*, C100523, 2010.
- [8] N Chanlek, J D Herbert, R M Jones, L B Jones, K J Middleman, and B L Militsyn. High stability of negative electron affinity gallium arsenide photocathodes activated with cs and nf 3. Journal of Physics D: Applied Physics, 48(37):375102, 2015.
- [9] J. Grames, P. Adderley, J. Brittian, J. Clark, J. Hansknecht, D. Machie, M. Poelker, E. Pozdeyev, M. Stutzman, and K. Surles-Law. A Biased Anode to Suppress Ion Back-Bombardment in a DC High Voltage Photoelectron Gun. In A. Kponou, Y. Makdisi, and A. Zelenski, editors, *Polarized Ion Sources, Targets and Polarimetry*, volume 980 of *American Institute of Physics Conference Series*, pages 110–117, February 2008.
- [10] M.L. Stutzman, P. Adderley, J. Brittian, J. Clark, J. Grames, J. Hansknecht, G.R. Myneni, and M. Poelker. Characterization of the cebaf 100kv dc gaas photoelectron gun vacuum system. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment, 574(2):213 220, 2007.
- [11] SAES Getters Group. Sorb-ac getter wafer modules and panels.
- [12] Gamma Vacuum. Ion pump users manual.
- [13] P. A. Redhead. The measurement of vacuum pressures. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 2(2):132–138, 1984.
- [14] Robert T. Bayard and Daniel Alpert. Extension of the low pressure range of the ionization gauge. *Review of Scientific Instruments*, 21(6):571–572, 1950.

- [15] J. M. Lafferty. Hot-cathode magnetron ionization gauge with an electron multiplier ion detector for the measurement of extreme ultra-high vacua. *Review of Scientific Instruments*, 34(5):467–476, 1963.
- [16] M. Stutzman, K. Jordan, and R.R. Whitney. Nano-materials for adhesive-free adsorbers for bakable extreme high vacuum cryopump surfaces, October 11 2016. US Patent 9,463,433.
- [17] C. Benvenuti. Extreme high vacuum technology for particle accelerators. In PACS2001. Proceedings of the 2001 Particle Accelerator Conference (Cat. No.01CH37268), volume 1, pages 602–606 vol.1, 2001.
- [18] J.M. Jimenez. Lhc: The world's largest vacuum systems being operated at cern. Vacuum, 84(1):2 – 7, 2009. 12th Joint Vacuum Conference, 10th European Vacuum Conference and 7th Annual Meeting of the German Vacuum Society (JVC-12/EVC-10/AMDVG-7), Balatonalmadi, Hungary, 22 - 26 September 2008.Organised by Roland Evtvvs Physical Society, Hungary in collaboration with the Vacuum Societies of Austria, Croatia, Czech Republic, Germany, Hungary, Slovakia and Slovenia.
- [19] P Strubin. Large high-vacuum systems for cern accelerators. Journal of Physics: Conference Series, 114(1):012001, 2008.
- [20] Joachim Wolf. Size matters: The vacuum system of the katrin neutrino experiment. Journal of the Vacuum Society of Japan, 52:278–284, 01 2009.
- [21] R. Kersevan. Molflow User's Guide., 2013.
- [22] K. Jousten. Handbook of Vacuum Technology. John Wiley & Sons, 2008.
- [23] John F. O'Hanlon. A User's Guide to Vacuum Technology. John Wiley & Sons, 2005.
- [24] Milton Ohring. Materials Science of Thin Films. Academic Press, 2001.

- [25] Daniel Halwidl. Development of an Effusive Molecular Beam Apparatus. Springer Spektrum, 2016.
- [26] Niels Marquardt. Introduction to the principles of vacuum physics. In CERN Accelerator School: Vacuum Technology, volume 1, 1999.
- [27] Md Abdullah A. Mamun, Abdelmageed A. Elmustafa, Marcy L. Stutzman, Philip A. Adderley, and Matthew Poelker. Effect of heat treatments and coatings on the outgassing rate of stainless steel chambers. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 32(2):021604, 2014.
- [28] Marsbed H. Hablanian. High-Vacuum Technology: A Practical Guide. CRC Press, 1997.
- [29] N. Hilleret. Mechanical pumps. In CERN Accelerator School: Vacuum Technology, volume 1, 1999.
- [30] F.M. Penning. Ein neues manometer f
 ür niedrige gasdrucke, insbesondere zwischen 10-3 und 10-5 mm. Physica, 4(2):71 – 75, 1937.
- [31] L. Schulz. Sputter-ion pumps. In CERN Accelerator School: Vacuum Technology, volume 1, 1999.
- [32] C. Benvenuti. Molecular surface pumping: The getter pumps. In CERN Accelerator School: Vacuum Technology, volume 1, 1999.
- [33] C. Boffito, B. Ferrario, L. Rosai, and F. Doni. Gettering in cryogenic applications. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 5(6):3442– 3445, 1987.
- [34] SAES Getters Group. Saes getters group. st707 non evaporable getters activable at low temperatures.
- [35] Sumitomo Heavy Industries Cryogenics Group. Marathon cp-8 cryopump.

- [36] Angel Rubio, Jennifer L. Corkill, and Marvin L. Cohen. Theory of graphitic boron nitride nanotubes. *Phys. Rev. B*, 49:5081–5084, Feb 1994.
- [37] X. Blase, A. Rubio, S. G. Louie, and M. L. Cohen. Stability and band gap constancy of boron nitride nanotubes. *EPL (Europhysics Letters)*, 28(5):335, 1994.
- [38] K. Cherrey V. H. Crespi M. L. Cohen S. G. Louie N. G. Chopra, R. J. Luyken and A. Zettl. Boron-nitride nanotubes. *Science*, 269(5226):966–967, 1995.
- [39] A. Oberlin, M. Endo, and T. Koyama. Filamentous growth of carbon through benzene decomposition. *Journal of Crystal Growth*, 32(3):335 – 349, 1976.
- [40] Sumio Iijima. Helical microtubules of graphitic carbon. *Nature*, 354, 1991/11/07/online.
- [41] Nasreen G. Chopra and A. Zettl. Measurement of the elastic modulus of a multi-wall boron nitride nanotube. *Solid State Communications*, 105(5):297 – 300, 1998.
- [42] Zhen Zhou, Jijun Zhao, Zhongfang Chen, Xueping Gao, Tianying Yan, Bin Wen, and Paul von Ragué Schleyer. Comparative study of hydrogen adsorption on carbon and bn nanotubes. *The journal of physical chemistry. B*, 110:13363–9, 08 2006.
- [43] Chunyi Zhi, Yoshio Bando, Chengchun Tang, Susumu Honda, Kazuhiko Sato, Hiroaki Kuwahara, and Dmitri Golberg. Purification of boron nitride nanotubes through polymer wrapping. *The journal of physical chemistry*. B, 110(4):1525—1528, February 2006.
- [44] D Golberg, Y Bando, K Kurashima, and T Sato. Synthesis and characterization of ropes made of bn multiwalled nanotubes. *Scripta Materialia*, 44(8):1561 – 1565, 2001.
- [45] A. C. Dillon, K. M. Jones, C. H. Bekkedahl, T. A. Kiang, D. S. Bethune, and M. J. Heben. Storage of hydrogen in single-walled carbon nanotubes. *Nature*, 386, 1997.

- [46] C. Liu, Q. H. Yang, Y. Tong, H. T. Cong, and H. M. Cheng. Volumetric hydrogen storage in single-walled carbon nanotubes. *Applied Physics Letters*, 80(13):2389–2391, 2002.
- [47] R. N. Peacock, N. T. Peacock, and D. S. Hauschulz. Comparison of hot cathode and cold cathode ionization gauges. *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 9(3):1977–1985, 1991.
- [48] P. A. Redhead. New hot-filament ionization gauge with low residual current. Journal of Vacuum Science and Technology, 3(4):173–180, 1966.
- [49] U. Beeck and G. Reich. Comparison of the pressure indication of a bayard-alpert and an extractor gauge. *Journal of Vacuum Science and Technology*, 9(1):126–128, 1972.
- [50] Stanford Research Systems. Bayard-alpert ionization gauges.
- [51] Leybold extractor gauge, model IE 514 with IONIVAC IM 520 controller., 2013.
- [52] Fumio Watanabe. Bent belt-beam gauge: Extending low-pressure measurement limits in a hot-cathode ionization vacuum gauge by combining multiple methods. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 28(3):486–494, 2010.
- [53] IONIVAC IM 540 Ionization Gauge Controller., 2013.
- [54] Fumio Watanabe. My never-ending story towards xhv pressure measurements. Vacuum, 53(1):151 – 157, 1999.
- [55] R. Kersevan and J.-L. Pons. Introduction to molflow+: New graphical processing unitbased monte carlo code for simulating molecular flows and for calculating angular coefficients in the compute unified device architecture environment. Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 27(4):1017–1023, 2009.

- [56] Martin Knudsen. Die molekularströmung der gase durch offnungen und die effusion. Annalen der Physik, 333(5):999–1016, 1909.
- [57] Erhard Huttel Anka and Germany . Materials for accelerator vacuum systems, 03 2018.
- [58] Phil Danielson. The flavor issue-how to choose the right vacuum materials. RD Magazine, April 2003.
- [59] R Calder and G Lewin. Reduction of stainless-steel outgassing in ultra-high vacuum. British Journal of Applied Physics, 18(10):1459, 1967.
- [60] M. Stutzman and V. Over. Using monte carlo simulation to find the sticking coefficient of boron nitride nanotubes (bnnt) as a cryosorbent. Technical report, Jefferson Lab, 2016.