



**IFGW - UNICAMP**

**F – 640**

## **Introdução à Ciência e Tecnologia de Vácuo**

**Prof. Sergio Gama**

Agosto/2002

# Capítulo I

## Introdução

Vácuo é um assunto que, desde que o homem adquiriu a faculdade de refletir sobre o mundo que o rodeia, tem fascinado os filósofos e cientistas. Desde o tempo de Aristóteles tem-se a noção de que o vácuo, significando um espaço vazio, é uma impossibilidade lógica. Esta idéia permaneceu aceita desde o tempo dos gregos até meados do século XVII, quando Evangelista Torricelli realizou sua famosa experiência de emborcar um tubo de vidro cheio de mercúrio em um recipiente também contendo mercúrio, e observou uma coluna de aproximadamente 76 cm sustentar-se. Esta experiência é um marco porque mostrou, pela primeira vez, que poderia haver um espaço "vazio" acima da coluna de mercúrio. Além disso, foi prova indiscutível de que o mar de ar que forma a nossa atmosfera exerce uma pressão, que poderia ser medida através da altura da coluna de mercúrio, o que foi magistralmente mostrado por Pascal e seu cunhado Perier ao levar um sistema de Torricelli ao pico de uma montanha, anotando a variação da altura da coluna.

A crença de que o vácuo era impossível ("a natureza tem horror ao vácuo") manteve-se, com aceitação geral, desde Aristóteles até Torricelli, por aproximadamente 1900 anos. A partir da verdadeira revolução científica e tecnológica iniciada por Torricelli, vimos aproximadamente 350 anos de desenvolvimentos muito marcantes nesta área, até chegarmos ao ponto em que a tecnologia de vácuo é imprescindível à ciência e tecnologia moderna. Abaixo, faremos um histórico dos principais desenvolvimentos da ciência e da tecnologia de vácuo, desde Torricelli até os dias atuais.

Em relação ao nosso curso, ele tem o objetivo de introduzir ao aluno os fundamentos da teoria e da prática de vácuo, entendido principalmente como tecnologia, usada para se atingir um fim, seja industrial (em processos) ou científico (experimentos). Neste contexto, não nos deteremos na análise detalhada dos conceitos e das deduções de fórmulas que usaremos no curso, mas vamos simplesmente apresentá-los através de explicações sucintas. No entanto, para os mais interessados, segue, no final deste capítulo, um conjunto de referências para consulta, onde se poderá encontrar os detalhes que serão omitidos do nosso texto. Além da parte teórica, o curso consiste também em um conjunto de experiências que visam ilustrar, de modo concreto, alguns dos principais conceitos da tecnologia de vácuo. Estes experimentos são descritos em uma apostila separada desta.

## Desenvolvimento histórico

Como colocado acima, os gregos colocaram a impossibilidade lógica da existência de vácuo, expressa no dito "a natureza tem horror ao vácuo". Esta noção foi aceita desde os tempos de Aristóteles até meados do século XVII, quando surgiram os primeiros experimentos mostrando que o ar tem peso e que também exerce uma pressão significativa. Torricelli foi o primeiro, em 1644, a mostrar e explicar o experimento da sustentação da coluna de mercúrio em um tubo de vidro emborcado em um recipiente já contendo mercúrio, como resultado do equilíbrio entre duas colunas, uma de ar e outra de mercúrio, e que o espaço livre acima do mercúrio no tubo não estava ocupado por nada – vácuo, portanto, e este vácuo impedia a transmissão de som, mas permitia a passagem de luz e da atração magnética. Imediatamente em seguida, Pascal e seu cunhado Perier mostraram, em 1648, que a pressão atmosférica varia com a altura. Este experimento mostrou, por sua vez, que a coluna de Torricelli podia ser usada como um medidor de vácuo, o que ocorreu durante muito tempo, tendo este método sobrevivido até nossos dias. A utilização do sistema Torricelliano também constitui a primeira bomba de vácuo, de um único movimento, e foi aperfeiçoada mais tarde, resultando na chamada bomba de Sprengel, a ser descrita abaixo.

Iniciando em 1640, Otto von Guericke na Alemanha realizou diversos experimentos sobre

vácuo, que o levou ao desenvolvimento da primeira bomba mecânica de vácuo. Seus primeiros experimentos usaram uma bomba d'água adaptada para esvaziar um barril de água. Dada a dificuldade desta empreitada, von Guericke modificou a bomba para a retirada de ar do barril, mas a impossibilidade de vedação levou-o a usar hemisférios de cobre selados com tiras de couro (molhadas com mistura de cera com terebentina). Com isso, von Guericke demonstrou a possibilidade de usar vácuo para exercer grandes forças, como espetacularmente demonstrado pelo seu famoso experimento dos hemisférios de Magdeburgo, em 1654, em que duas pares de cavalos não foram capazes de separar dois hemisférios de diâmetro de 119 cm. Com isso, von Guericke aperfeiçoou a bomba mecânica de vácuo, melhorando sua vedação, aperfeiçoando a válvula de saída (cujo esquema ainda é usado hoje, substituindo água por óleo) e diminuindo o espaço morto no corpo da bomba. Desenvolvimentos posteriores seguiram a trajetória de aperfeiçoar o esquema de von Guericke, que se estendeu até o final do século XIX, seguido de um retorno ao conceito torricelliano de bombas de "pistão" líquido de mercúrio, seguido do aparecimento das bombas mecânicas rotativas, e de adaptações de bombas de jato de vapor, turbo-mecânicas e finalmente bombas baseadas em ionização, combinação química, adsorção e adsorção criogênica.

O desenvolvimento das bombas de vácuo levou ao correspondente desenvolvimento de medidores de vácuo. O primeiro deles foi a própria coluna de mercúrio de Torricelli (desenvolvida por Boyle ao redor de 1660) capaz, com adaptação de verniers ou sistemas ópticos, de medir pressões com precisão de 0,001 mm de Hg. Em seguida, em 1874, H. G. McLeod introduziu o seu medidor, no qual se comprime um grande volume de gás a baixa pressão no pequeno volume de um capilar, e utilizando a lei de Boyle, pode determinar, com precisão, a pressão inicial do gás. Este tipo de medidor é absoluto, e embora difícil (complicado) para usar, constitui até hoje um padrão primário para medidas de pressão desde 1 até  $10^{-6}$  mm Hg. No final do século XIX (1897) surgiram os medidores baseados em viscosidade dos gases, cuja aceitação não foi muito grande. No início do século XX (Pirani, 1906) tivemos o desenvolvimento dos primeiros medidores de vácuo baseados na medida da condutividade térmica de gases, que, devido à facilidade de manuseio e à sua robustez e resistência mecânica, tiveram ampla aceitação até os dias de hoje. Quase que simultaneamente houve o desenvolvimento dos medidores de vácuo radiométricos por Knudsen em 1910, cuja aceitação, tal como aconteceu com os medidores à base de viscosidade, foi menor que a dos medidores de condutividade térmica. Também no início do século XX tivemos o aparecimento dos primeiros medidores de vácuo baseados em ionização do gás residual, levando-se ao desenvolvimento de medidores chamados de catodo quente (1916) ou catodo frio (1937). Os medidores de ionização de catodo quente sofreram diversos melhoramentos, chegando a um limite inferior de medida de aproximadamente  $10^{-8}$  mm Hg, quando foi demonstrado que esse limite advinha da geração de raios X moles que forneciam uma foto-corrente cujo valor correspondia a este limite de pressão. Bayard e Alpert (1950) modificaram o projeto do medidor de modo a minimizar esta foto-corrente, levando o limite do medidor a  $10^{-10}$  mm Hg, e permitindo, pela primeira vez, medidas de vácuo no intervalo de pressões que hoje denominamos de ultra-alto-vácuo. Hoje em dia, modificações deste tipo de medidor levam a medidas até o limite inferior de  $10^{-14}$  mm Hg (Lafferty, 1961), podendo-se estender este limite para  $10^{-18}$  mm Hg. Também o medidor de catodo frio sofreu diversas modificações, tendo seu limite inferior levado para  $10^{-12}$  mm Hg. Estes medidores são bastante robustos, e com os medidores de condutividade térmica, formam um par para medidas de vácuo desde pressões ambientes até  $10^{-7}$  mm Hg, de alta popularidade nos dias de hoje.

A par do desenvolvimento de bombas e de medidores de vácuo, tivemos o desenvolvimento muito importante dos assim denominados componentes de vácuo. O mais importante deles, inicialmente, certamente foram os elementos de vedação entre as diversas partes que compunham um sistema de vácuo. Como já colocado no caso da descrição dos experimentos de von Guericke relativos aos hemisférios de Magdeburgo, os primeiros elementos de vedação eram tiras de pano ou couro embebidas com um líquido, água ou óleos, ou misturas como ceras com terebentina. Para o caso de sistemas construídos com vidro, eram muito comuns juntas cônicas esmerilhadas ou desbastadas (lixadas) molhadas com óleo ou Hg, muitas vezes com uma certa quantidade de

mercúrio no interstício entre a parte externa e a interna da junção. Muitas vezes, a câmara de vácuo de vidro era totalmente selada, por fusão do tubo de conexão ao sistema de bombeamento, após se atingir a pressão final do sistema de bombeamento, sendo o vácuo ainda melhorado através do uso de substâncias absorvedoras encapsuladas na câmara, e ativadas após o selamento desta. Já no final do século XIX era muito bem apreciada a importância de se aquecer um sistema de vácuo para se poder atingir pressões baixas, advindo da dessorção da parte gasosa presa às paredes da câmara de vácuo. Esse procedimento é padrão hoje para se trabalhar na região denominada de ultra-alto-vácuo. Outro componente de vedação muito importante apareceu durante a II guerra mundial, aliado ao desenvolvimento da aviação, e corresponde aos anéis de borracha de tamanhos padronizados, o que permitiu uma flexibilidade muito grande na montagem de sistemas de vácuo. Esses anéis passaram a ser fabricados em diversos tipos de plásticos, incluindo silicone e um plástico denominado Viton, que permite um certo grau de aquecimento, permitindo um grau razoável de degaseificação de sistemas de vácuo. Evidentemente, para aplicações em ultra-alto-vácuo, todo o sistema é construído em metal, incluindo os anéis de vedação, os mais usuais fabricados de cobre de alta pureza. Um terceiro componente extremamente importante para a tecnologia de vácuo são os passantes, inicialmente construídos de um metal selado a algum tipo de vidro, e hoje contando com uma multitude de materiais metálicos e de vidros, além de passantes metal-cerâmicas. Tivemos também o desenvolvimento de armadilhas e das conexões de vácuo, que também sofreram um processo de padronização, encontrando-se hoje conexões específicas para todas as regiões de vácuo. Finalmente, tivemos o desenvolvimento das válvulas de vácuo, que inicialmente eram adaptadas de torneiras comuns, e que hoje são fabricadas especificamente para esta finalidade, e de acordo com o intervalo de pressões, podendo ser muito simples no caso de baixo vácuo ou muito complicadas, fabricadas todas em metal, no caso de aplicações de ultra-alto-vácuo.

Coloca-se abaixo a Tabela I mostrando, de modo não exaustivo, os principais marcos do desenvolvimento científico e tecnológico de vácuo.

Tabela I: Principais marcos do desenvolvimento histórico da ciência e tecnologia de vácuo

<b>Ano</b>	<b>Autor</b>	<b>Descoberta</b>
1643-44	Evangelista Torricelli	Experimento da coluna de mercúrio
1650	Blaise Pascal	Variação da altura da coluna de mercúrio com a altura
1654	Otto von Guericke	Bomba mecânica de pistão, hemisférios de Magdeburgo
1662	Robert Boyle, E. Mariotte	Lei da pressão e volume de gases ideais
1712	Thomas Newcomen	Bomba de água à base de vapor d'água
1775	A. L. Lavoisier	Ar atmosférico como mistura de nitrogênio e oxigênio
1783	Daniel Bernoulli	Teoria Cinética dos Gases
1802	J. A. Charles, J. Gay-Lussac	Lei do volume e temperatura dos gases ideais
1811	Amedeo Avogadro	Número de Avogadro
1846	Isambard Brunel	Trem de propulsão atmosférica (vácuo)
1852	W. R. Grove	Primeira observação de evaporação catódica (sputtering)
1855/62	Geissler & Töpler	Bomba de vácuo com coluna de mercúrio alternante
1865/73	Sprengel	Bomba de vácuo por gotejamento de mercúrio
1874	H. G. McLeod	Medidor de vácuo por compressão de gás
1879	T. A. Edison	Lâmpada incandescente de filamento de carbono



<b>Ano</b>	<b>Autor</b>	<b>Descoberta</b>
1879	W. Crookes	Início do estudo de descargas elétricas em gases rarefeitos
1880	Elster & Geitel	Observação de emissão termo-iônica
1881	J. van der Waals	Equação de estado de gases reais
1883	Wroblewski & Olszewski	Liquefação de oxigênio e nitrogênio
1892	James Dewar	Recipiente de paredes duplas com vácuo neste espaço (dewar)
1892	James Dewar	Sugestão de bomba de vácuo por adsorção em carvão crio-resfriado
1895	W. K. Röntgen	Descoberta dos Raios X
1902	A. Fleming	Invenção do diodo a vácuo
1904	Arthur Wehnelt	Catodo com óxido para emissão termo-iônica de elétrons
1905	Wofgang Gaede	Bomba de vácuo rotativa de mercúrio
1906	Marcelo Pirani	Medidor de vácuo por condutividade térmica
1907	Lee De Forest	Válvula triodo a vácuo
1909	W. D. Coolidge	Metalurgia do pó de tungstênio, lâmpada com filamento de W
1909	M. Knudsen	Descrição do movimento molecular dos gases
1913	W. Gaede	Sugestão de Bomba de vácuo por arraste molecular
1915	W. Gaede	Sugestão de Bomba de vácuo difusora (mercúrio)
1915	Irving Langmuir	Lâmpada incandescente com gás inerte
1916	Irving Langmuir	Bomba de vácuo por condensação (mercúrio)
1916	O. E. Buckley	Medidor de ionização de catodo quente
1917	W. W. Crawford	Primeira bomba de vácuo difusora realmente operacional
1923	F. Holweck	Bomba molecular (cilindro liso e carcaça tipo rosca variável)
1935	W. Gaede	Bomba mecânica com "gas balast" (lastro de gás)
1936	K. Hickman	Bomba difusora de óleo
1937	F. M. Penning	Medidor de ionização de catodo frio
1943	M. Siegbahn	Bomba molecular (disco liso e carcaça tipo rosca variável dupla)
1950	R. T. Bayard, D. Alpert	Medidor de ionização de catodo quente para ultra-alto vácuo
1952	P. della Porta	Desenvolvimento do primeiro anel aprisionador de liga de Ba (getter ring)
1953	H.J. Schwartz, R.G. Herb	Bomba de vácuo iônica
1956	W. Becker	Bomba turbomolecular (Arthur Pfeiffer GmbH)
1958	L. D. Hall	Bomba por evaporação catódica (diode sputter-ion pump)
1959	W.E. Gifford, H.O. McMahon	Máquina de refrigeração criogênica Gifford-McMahon (GM)
1962	P. della Porta	Bomba de aprisionador não evaporável (Nonevaporable Getter Pump)
1964	G. Kippling	Bomba criogênica de fluxo contínuo
1965	R. A. Douglas	Bomba de evaporação iônica tipo "Orbitron"
1966	W. E. Gifford	Bomba criogênica à base da máquina de refrigeração GM

## Conceitos Físicos Associados a Vácuo

Uma das grandes aplicações de vácuo corresponde à retirada de ar (ou outro gás) de uma câmara na qual se quer realizar um processo industrial ou científico. Isto é realizado acoplando-se a esta câmara uma ou mais bombas de vácuo, utilizando-se tubulações, válvulas e conexões. Para se conhecer o "grau de vácuo" é necessário agregar um ou mais medidores de vácuo. Este esquema é ilustrado pela Fig. 1.1 que mostra um sistema de alto vácuo, em que uma câmara é bombeada por uma bomba difusora, que por sua vez é bombeada por uma bomba mecânica.

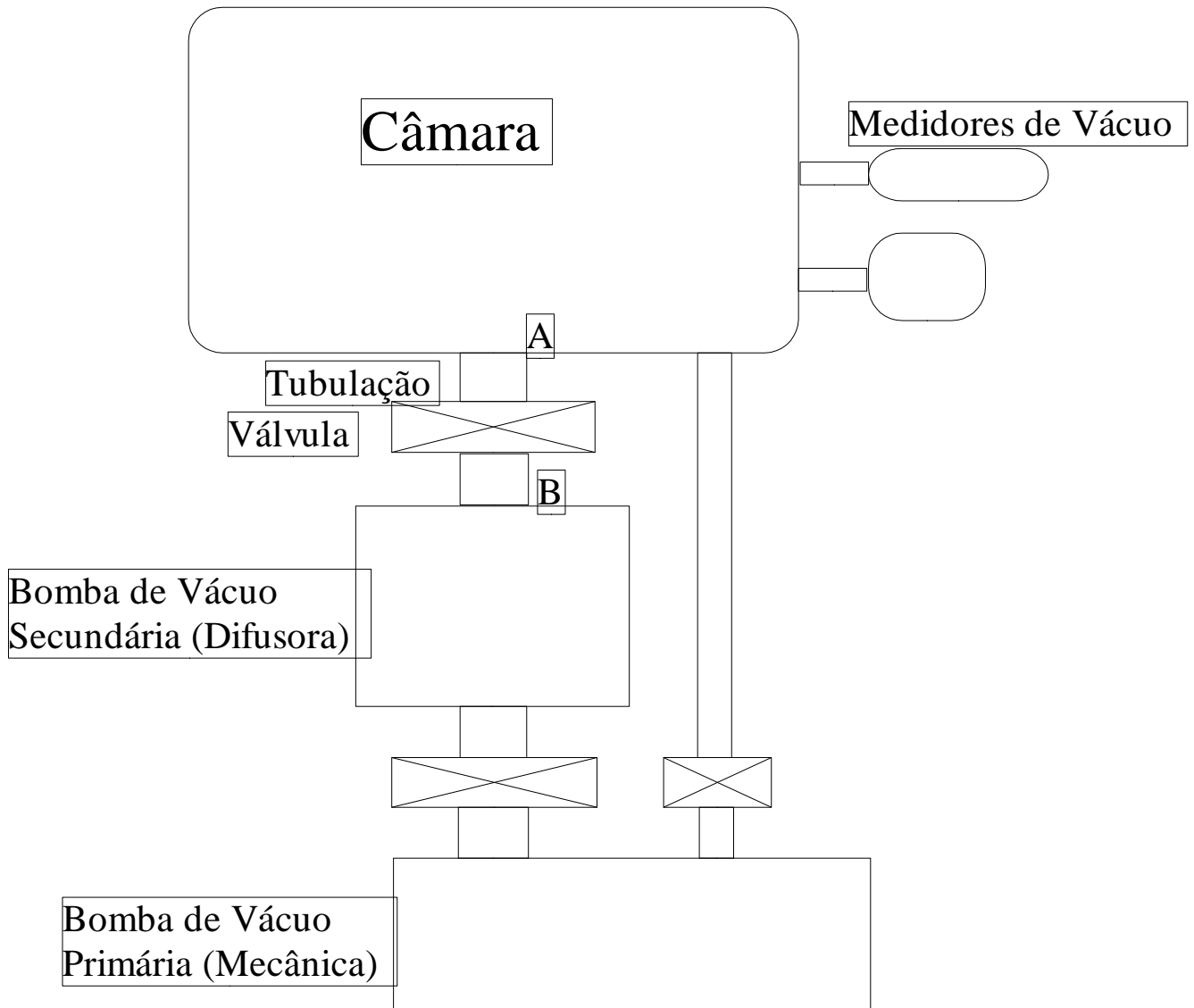


Fig. 1.1: Esquema de um sistema de alto vácuo com bomba difusora

Estes componentes são ligados entre si por tubulações e por válvulas, sendo que à câmara são acoplados dois medidores de vácuo. Note que as bombas estão ligadas em série, embora o esquema da figura permita o bombeamento inicial da câmara pela bomba mecânica independente da bomba difusora. Isto se deve ao fato de que a bomba difusora iniciar o seu bombeamento em uma pressão que é praticamente o limite final (a pressão mais baixa) da bomba mecânica, e por isso a pressão na câmara deve ser abaixada a este limite antes de ela ser bombeada pela difusora. Naturalmente, quando a bomba difusora é ligada à câmara, a mecânica é dela isolada, e ligada à saída da bomba difusora. Esta operação pode ser feita manual ou automaticamente.

Porque se monta um sistema de vácuo desta maneira ? Esta pergunta deve ser respondida pelas necessidades do processo que se quer realizar na câmara. Por exemplo, uma aplicação comercial poderia ser a evaporação de filmes protetores em lentes de óculos. Em uma aplicação

científica, o pesquisador pode querer evaporar termicamente algum material para depositar em um substrato apropriado, para poder estudar as propriedades físicas deste material em forma de filme fino. A escolha das bombas (tipo e capacidade de bombeamento) é ditada pela pressão mais baixa que se necessita para tal processo, pelo tamanho da câmara e pelo tempo necessário para atingir tal pressão. Estas especificações também determinam os tipos dos medidores de vácuo e o tamanho das tubulações que ligam as bombas e válvulas. Muitas vezes, apenas uma bomba e um medidor são suficientes para um sistema de vácuo, enquanto em outros casos há a necessidade de mais que duas bombas, algumas vezes trabalhando em paralelo. Veremos, a seguir, os principais conceitos relativos a estes sistemas de vácuo, e como as características do sistema determinam a especificação das bombas, tubulações e medidores.

### Alguns conceitos iniciais

Denominamos vácuo à região do espaço em que a pressão é menor que a pressão atmosférica. Como já colocado acima, o gás mais comumente tratado é o ar, cuja composição é dada na Tabela II. Na esmagadora maioria das vezes, a pressão de trabalho é suficientemente baixa e a temperatura suficientemente alta para considerarmos, com segurança, que o comportamento deste gás pode ser descrito pela equação de estado dos gases perfeitos, ou seja:

$$PV = nRT \quad (1)$$

Nesta equação P representa a pressão, V o volume do gás, n é a massa do gás medida em moles, T é a temperatura absoluta e R é a constante universal dos gases.

Tabela II: Composição do ar

<i>Componente</i>	<i>Volume (%)</i>	<i>Pressão Parcial (Torr)</i>
N <sub>2</sub>	78,08	5,95.10 <sup>2</sup>
O <sub>2</sub>	20,95	1,59.10 <sup>2</sup>
H <sub>2</sub> O	1,57	1,19.10 <sup>1</sup>
Ar	0,93	7,05
CO <sub>2</sub>	0,03	2,5.10 <sup>-1</sup>
Ne	1,8.10 <sup>-3</sup>	1,4.10 <sup>-2</sup>
He	5,24.10 <sup>-4</sup>	4.10 <sup>-3</sup>
Kr	1,1.10 <sup>-4</sup>	8,4.10 <sup>-4</sup>
CH <sub>4</sub>	2.10 <sup>-4</sup>	1,5.10 <sup>-3</sup>
H <sub>2</sub>	5,0.10 <sup>-5</sup>	3,8.10 <sup>-4</sup>
N <sub>2</sub> O	5,0.10 <sup>-5</sup>	3,8.10 <sup>-4</sup>
Xe	8,7.10 <sup>-6</sup>	6,6.10 <sup>-5</sup>
O <sub>3</sub>	7.10 <sup>-6</sup>	5,3.10 <sup>-5</sup>

Para esta fórmula poder ser aplicada consistentemente, é necessário usar um sistema consistente de unidades, que, obviamente, deve ser o Sistema Internacional (SI). Neste sistema, a unidade de pressão é N/m<sup>2</sup>, também denominada Pascal (Pa), o volume é expresso em m<sup>3</sup>, a temperatura em graus Kelvin (K), a massa em moles, e R tem o valor de 8,314 J/(K.mol).

É preciso colocar, todavia, que o uso e o costume cristalizam algumas unidades de pressão usadas antes da adoção do SI. É o caso da praxis em vácuo. Nesta área, predomina ainda a pressão medida em mm de altura de coluna de mercúrio, ou mm Hg, que é denominado Torr, em

homenagem a Torricelli, e o volume medido em litros. Também muito usada é a unidade de pressão mbar, derivada de Bar, que corresponde a uma pressão de  $10^5$  Pa, de modo que  $1 \text{ mbar} \equiv 100 \text{ Pa}$ . O Torr é definido como a pressão exercida por uma coluna de mercúrio de altura 1 mm a  $0^\circ\text{C}$ , e é dado por:

$$1 \text{ Torr} \equiv 133,3224 \text{ Pa} \approx 1,33 \text{ mbar}$$

A equação de estado também pode ser escrita na forma:  $PV = NkT$ , em que  $N$  é o número de moléculas e  $k$  é denominada constante de Boltzmann, tendo o valor de  $1,38 \cdot 10^{-23} \text{ J/K}$ . Lembramos que a relação entre a constante universal dos gases e a constante de Boltzmann é

$R = kN_A$ , na qual  $N_A$  é o número de Avogadro, de valor  $6,02 \cdot 10^{23}$  moléculas/mol. A equação acima também pode ser escrita como  $P = n kT$  (2), na qual  $n = \frac{n}{V}$  é a densidade molecular, expressa em moléculas/ $\text{m}^3$ , ou, mais comumente, em moléculas/ $\text{cm}^3$ . Note que a inversa de  $n$  é o volume molar específico.

### Distribuição de Maxwell de velocidades de moléculas

Para um gás em equilíbrio térmico e uniformemente distribuído em um volume, Maxwell encontrou que a distribuição das velocidades das moléculas é dada por:

$$f_v = \frac{1}{n} \frac{d n_v}{dv} = \sqrt{\frac{(2m^3)}{(\pi(kT)^3)}} v^2 e^{-\left(\frac{mv^2}{2kT}\right)} \quad (3)$$

Nesta equação,  $f_v$  dá a fração de moléculas com velocidade absoluta  $v$  no intervalo entre  $v$  e  $v + dv$ , por unidade de velocidade,  $n$  é a densidade molecular e  $m$  a massa da molécula. A Fig. 1.2 mostra essa distribuição para duas temperaturas diferentes para  $\text{N}_2$ .

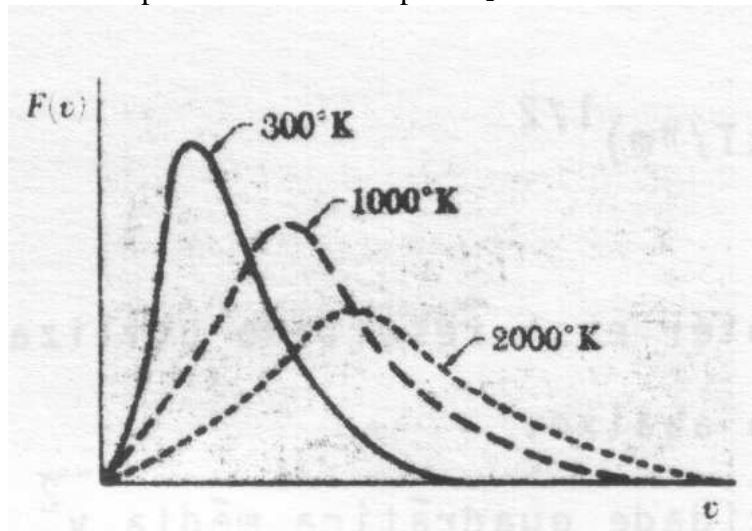


Fig. 1.2: Distribuição de Maxwell para  $\text{N}_2$  para três temperaturas

A partir desta distribuição, podemos encontrar os seguintes conceitos:

velocidade mais provável da distribuição:  $v_{\text{máx}} = \sqrt{\frac{2kT}{m}} \quad (4)$

velocidade média das moléculas:  $\bar{v} = \sqrt{\frac{8kT}{\pi m}} = 1,13 v_{\text{máx}}$  (5)

velocidade quadrática média:  $v_{\text{rms}} = \sqrt{\frac{3kT}{m}} = 1,22 v_{\text{máx}}$  (6)

Usando as idéias da teoria cinética dos gases, mostra-se que a pressão do gás pode ser escrita como:

$P = \frac{1}{3} n m v_{\text{rms}}^2$  (7), e utilizando a equação de estado, temos  $P = n k T$ , ou seja, obtemos que a

energia por molécula é  $E = \frac{m v_{\text{rms}}^2}{2} = \frac{3}{2} k T$  (8), que é a expressão do teorema de equipartição da energia.

Outro resultado importante que se obtém é o número de colisões por unidade de área por unidade de tempo das moléculas com as paredes do recipiente, também denominada frequência de colisões:

$$\nu = \frac{1}{4} n \bar{v} \quad (9).$$

Utilizando a expressão para a velocidade média, podemos colocar:

$$\nu = \frac{1}{4} n \sqrt{\frac{8kT}{\pi m}} = 3,513 \cdot 10^{22} \left[ \frac{P}{\sqrt{MT}} \right] \quad (10).$$

Nesta última expressão, P deve ser dada em Torr, T em Kelvin e M em gramas, obtendo-se  $\nu$  em colisões/(cm<sup>2</sup>.s).

Se um orifício de área A é cortado na parede do recipiente, de modo que suas bordas sejam finas, e supondo que do outro lado a pressão do gás é zero, podemos colocar que a taxa de saída de moléculas do recipiente é

$$q = \frac{dN}{dt} = \nu A = \frac{1}{4} n \bar{v} A \quad (11)$$

, que, novamente substituindo a expressão da velocidade média, resulta em

$$q = \frac{dN}{dt} = 3,64 \cdot 10^3 \sqrt{\frac{T}{M}} n A \quad (12),$$

o que nos fornece q em moléculas/s.

Podemos, assim, obter o volume de gás à pressão P que escapa do recipiente na unidade de tempo, dividindo o fluxo q pela densidade molecular n, obtendo:

$$\frac{dV}{dt} = \frac{q}{n} = \frac{1}{4} \bar{v} A = 3,64 \cdot 10^3 \sqrt{\frac{T}{M}} A \quad \text{cm}^3/\text{s} \quad (13),$$

que, para ar a 25°C pode ser escrito:

$$\frac{dV}{dt} = 11,671 A \quad \text{litros/s} \quad (14)$$

Usando a expressão de  $v$  (eq. 9) e a relação  $m = \frac{M}{N_A}$ , podemos colocar que a variação de massa correspondente a esse volume de moléculas que escapa do recipiente é:

$$\frac{dW}{dt} = \frac{1}{4} m n \bar{v} = \frac{1}{4} \frac{M}{N_A} n \bar{v} \quad (15)$$

Como  $n = \frac{P}{kT}$ , podemos colocar

$$\frac{dW}{dt} = \frac{1}{4} \frac{PM \bar{v}}{RT} = \frac{1}{4} P \sqrt{\frac{8M}{RT}} \quad (16),$$

que pode ser escrita como

$$\frac{dW}{dt} = 5,83 \cdot 10^{-2} P \sqrt{\frac{M}{T}} \text{ g/(s.cm}^2\text{)} \quad (17).$$

### Pressão e livre caminho médio

Durante seu movimento as moléculas de um gás sofrem colisões entre si e com as paredes do recipiente que as contém. Vamos considerar a situação dos choques das moléculas entre si. A distância percorrida por uma molécula entre colisões sucessivas é o seu livre caminho. Uma vez que a magnitude desta distância é função das velocidades das moléculas, usamos o conceito de livre caminho médio, que é definido como a distância média viajada por todas as moléculas entre colisões sucessivas umas com as outras, ou como a média das distâncias viajadas entre colisões sucessivas de uma mesma molécula, em um dado tempo.

Uma molécula com diâmetro  $\xi$  e velocidade  $v$  move-se uma distância  $vdt$  no intervalo de tempo  $dt$ . A molécula sofrerá uma colisão com outra molécula se o seu centro estiver em alguma distância menor que  $\xi$  do centro de outra molécula, ou seja, ela varrerá o cilindro de diâmetro  $2\xi$  e comprimento  $vdt$  antes de colidir com outra molécula. Este cilindro tem o volume:

$$\delta V = \frac{\pi}{4} (2\xi)^2 v dt \quad (18).$$

Como temos  $n$  moléculas/cm<sup>3</sup>, o volume associado com uma molécula é, na média,  $1/n$  cm<sup>3</sup>. Quando o volume  $\delta V$  é igual a  $1/n$ , ele deve conter, na média, outra molécula, e assim, certamente teremos uma colisão ocorrendo. Se  $\tau = \delta t$  é o tempo entre colisões, podemos colocar:

$$\frac{1}{n} = \pi \xi^2 v \tau \quad (19),$$

e o livre caminho médio pode ser escrito como:

$$\lambda = v \tau = \frac{1}{\pi n \xi^2} \quad (20).$$

Se se leva em conta a distribuição de Maxwell-Boltzmann para as velocidades, podemos escrever:

$$\lambda = \frac{1}{\sqrt{2} \pi n \xi^2} = \frac{kT}{\sqrt{2} \pi \xi^2 P} \quad (21).$$

Quando P é expresso em torr,  $\xi$  em cm e T em Kelvin, esta expressão se torna:

$$\lambda = 2,33 \cdot 10^{-20} \frac{T}{\xi^2 P} \quad (22).$$

Esta expressão mostra que o livre caminho médio é inversamente proporcional à pressão, ou seja, quando a pressão é alta o livre caminho médio é baixo, e vice-versa. Para ar a 20°C esta equação fica

$$\lambda = \frac{5 \cdot 10^{-3}}{P} \quad (22A),$$

com  $\lambda$  expresso em cm e P em torr.

### Fenômenos de transporte no regime viscoso:

#### Viscosidade de um gás

Um gás fluindo em um tubo relativamente fino experimenta uma resistência ao fluxo, de modo que a velocidade na direção perpendicular ao fluxo decresce uniformemente do eixo do tubo até a parede (distribuição parabólica de velocidades), onde atinge o valor zero. Analogamente, no caso de gás fluindo entre duas placas planas (Fig. 1.3), uma em repouso e outra puxada com velocidade  $u$  paralelamente ao seu plano, o gás que está em contacto com a placa estacionária tem velocidade zero, enquanto que o que está em contacto com a placa móvel tem a sua velocidade. Cada camada de gás paralela à direção do fluxo exerce uma força tangencial nas camadas adjacentes, tendendo a diminuir a velocidade da camada mais rápida e aumentar a velocidade da mais lenta. Esta propriedade do fluido é chamada de viscosidade. Pode-se afirmar que as forças viscosas são diretamente proporcionais ao gradiente de velocidade no fluido, perpendicularmente à direção do movimento.

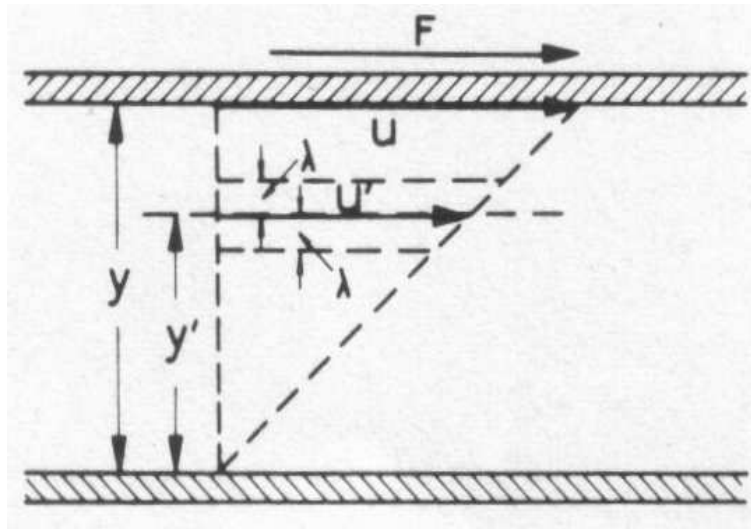


Fig. 1.3: Distribuição de velocidades devido à viscosidade entre duas placas com movimento relativo

Considere o gás entre as duas placas separadas pela distância  $y$ , como na Fig. 3, e a placa superior com velocidade  $u$  em relação à placa estacionária. A camada de gás em contacto com a

placa inferior ficará estacionário, enquanto a camada em contacto com a placa superior terá a sua velocidade,  $u$ . A uma altura  $y'$  a velocidade do gás  $u'$  será dada por  $u' = u \frac{y'}{y}$  (23). O coeficiente

de viscosidade  $\eta$  é definido como a força tangencial por unidade de área que provoca a taxa unitária de decréscimo da velocidade com a distância. Imaginando o gás dividido em camadas paralelas à superfície, cada uma com espessura  $\lambda$  (o livre caminho médio, ou seja, camadas em que as moléculas do gás não sofrem colisões), a força tangencial entre camadas adjacentes de área  $A$  é dada por  $F = \eta A \frac{u}{y}$  (24),  $\eta$  sendo o coeficiente de viscosidade.

De acordo com a teoria cinética, a força tangencial por unidade de área é dada pela taxa à qual momentum é transferido entre camadas adjacentes. Moléculas de uma distância  $\lambda$  acima movem-se para uma camada com velocidade  $u'$  com momentum

$$(mu')_+ = m (y' + \lambda) \frac{u}{y} \quad (25),$$

enquanto aquelas de uma distância  $\lambda$  abaixo movem-se para a camada com momentum

$$(mu')_- = m (y' - \lambda) \frac{u}{y} \quad (26).$$

O número de moléculas que cruzam uma área unitária por unidade de tempo em qualquer direção é  $\frac{1}{6} n \bar{v}$ , e portanto, a taxa média líquida de transferência de momentum através da área  $A$  é:

$$F = \frac{1}{6} A n \bar{v} \cdot [(mu')_+ - (mu')_-] = \frac{1}{3} A n m \lambda \frac{u}{y} \quad (27).$$

Comparando com a equação que define o coeficiente de viscosidade, obtemos:

$$\eta = \frac{1}{3} n m \bar{v} \lambda = \frac{1}{3} \rho \bar{v} \lambda \quad (28),$$

com  $\rho = n m$  sendo a densidade do gás. Esta equação é aproximada; levando em conta a distribuição de velocidades e a distribuição de livres caminhos, o resultado do cálculo dá:

$$\eta = 0,499 n m \bar{v} \lambda \quad (29).$$

Esta equação pode ser escrita como:

$$\eta = \frac{0,499 m \bar{v} \lambda}{\sqrt{2} \pi \xi^2} = \frac{0,988}{\pi \xi^2} \sqrt{\left( \frac{m k T}{\pi} \right)} \quad (30).$$

No sistema CGS a unidade de viscosidade é 1 poise = 1 g.cm<sup>-1</sup>.s<sup>-1</sup> = 1 dina. s.cm<sup>-2</sup>, enquanto que no sistema SI a unidade é 1 Pa.s = 1 kg.m<sup>-1</sup>.s<sup>-1</sup>, e não tem nome específico. Vale a relação 1 Pa.s = 10 poise. De acordo com a relação 30, a viscosidade de um gás aumenta com a temperatura, ao contrário do que acontece com os líquidos. As relações acima são válidas em um longo intervalo de pressão, mas deixam de ser obedecidas para pressões muito altas ou muito baixas. No primeiro caso, a distância média das moléculas torna-se tão pequena que as forças intermoleculares tornam-se importantes, e a transferência de momentum é diferente da descrita no argumento acima. Para pressões muito baixas, para as quais o livre caminho médio excede as dimensões do recipiente que contém o gás, praticamente não ocorrem colisões entre moléculas, e a transferência de momentum se dá apenas entre as moléculas e as paredes do recipiente.



Tabela III: Viscosidades de alguns gases

Gas	$\eta$ micropoises	$\xi$ cm	$\lambda^*$ cm
Helium	186.9	$2.20 \times 10^{-8}$	$1.32 \times 10^{-2}$
Neon	312.4	$2.55 \times 10^{-8}$	$9.82 \times 10^{-3}$
Argon	208.8	$3.69 \times 10^{-8}$	$4.67 \times 10^{-3}$
Krypton	224.9	$4.27 \times 10^{-8}$	$3.49 \times 10^{-3}$
Xenon	216.5	$4.87 \times 10^{-8}$	$2.68 \times 10^{-3}$
Hydrogen	84.7	$2.68 \times 10^{-8}$	$8.83 \times 10^{-3}$
Nitrogen	166.6	$3.78 \times 10^{-8}$	$4.45 \times 10^{-3}$
Oxygen	191.0	$3.65 \times 10^{-8}$	$4.77 \times 10^{-3}$
Air	171.2	$3.76 \times 10^{-8}$	$4.49 \times 10^{-3}$
Chlorine	124.0	$5.51 \times 10^{-8}$	$7.61 \times 10^{-3}$
Ammonia	88.9	$4.57 \times 10^{-8}$	$3.05 \times 10^{-3}$
Carbon monoxide	165.8	$3.79 \times 10^{-8}$	$4.42 \times 10^{-3}$
Carbon dioxide	137.6	$4.66 \times 10^{-8}$	$2.93 \times 10^{-3}$
Methane	103.2	$4.18 \times 10^{-8}$	$3.64 \times 10^{-3}$
Acetylene	93.5	$4.96 \times 10^{-8}$	$2.59 \times 10^{-3}$

\* $\lambda$  for 0°C and 1 Torr.

### Os regimes viscoso e molecular para gases

Como colocado acima quando da descrição de um típico sistema de vácuo consistindo de uma câmara bombeada por uma bomba difusora e por uma bomba mecânica, temos a situação em que a pressão do gás na câmara passa da ambiente – 760 torr, até o valor final, que, no caso de bomba difusora, deverá ser da ordem de  $10^{-6}$  torr. Ou seja, neste processo a pressão sofre uma variação de aproximadamente 9 ordens de grandeza, e o mesmo acontece com a densidade molecular. Essa variação de pressão se dá através do escoamento do gás pelas tubulações, válvulas e bombas, que, no caso da montagem acima, poderão atuar sózinhas (caso da bomba mecânica no início do bombeamento) ou em série, que é o que se verifica quando se aciona a bomba difusora. Temos, portanto, o escoamento do gás em altas pressões, e também em baixas pressões. Evidentemente, o comportamento do gás deverá ser diferente em limites tão díspares (760 torr versus  $10^{-6}$  torr). De fato, dizemos que o escoamento do gás quando em pressões altas é viscoso, ou seja, pode-se observar o fenômeno de dissipação interna. Por outro lado, em baixas pressões, o fenômeno da viscosidade não mais é definido como fizemos acima, e o escoamento seguirá equações diferentes das do regime viscoso. Este último caso chamamos de escoamento molecular, para diferenciar do regime viscoso. Em geral, usa-se o conceito de livre caminho médio para caracterizar estes regimes de escoamento. No caso viscoso, em que a pressão é alta, dizemos que o livre caminho médio é pequeno comparado com as dimensões da câmara e das tubulações em que o gás se move. No caso do regime molecular, dizemos que o livre caminho médio é maior que essas dimensões. Por extensão, quando o livre caminho médio for da ordem das dimensões da câmara e das tubulações, dizemos que estamos no regime intermediário. Estas observações terão um tratamento quantitativo nas seções futuras.

Aqui, queremos introduzir outro conceito para definir os regimes viscoso e molecular de um gás, usando para isso a comparação entre o número de choques intermoleculares e o número de choques das moléculas com as paredes do recipiente. Em um recipiente de volume  $V$ , utilizando o conceito de livre caminho médio (eq. 21), o número  $X$  de colisões intermoleculares por unidade de tempo é dado por

$$X = \frac{n V \bar{v}}{\lambda} = \sqrt{2} \pi \xi^2 n^2 \bar{v} V \quad (31)$$

Se o recipiente tem uma superfície interna A, o número de moléculas chocando-se com as paredes é

$$Y = A v = \frac{1}{4} n \bar{v} A \quad (32)$$

A razão entre o número de colisões intermoleculares e o de colisões moléculas-paredes é dada por:

$$\frac{X}{Y} = 4 \sqrt{2} \pi \xi^2 \frac{V}{A} \quad (33)$$

Esta razão será usada para delimitar os regimes viscoso e molecular, uma vez que é uma função de  $n$ , e assim da pressão, de  $\xi$ , ou seja, da natureza do gás, e das dimensões do recipiente  $V/A$ . Considere-se o modelo de um recipiente cilíndrico com diâmetro  $D$  e comprimento  $L$  grande comparado a  $D$ . A razão  $V/A$  será dada por:

$$\frac{V}{A} = \frac{\pi \left(\frac{D}{2}\right)^2 L}{\pi D L} = \frac{D}{4} \quad (34). \text{ Assim, } \frac{X}{Y} = \sqrt{2} \pi n \xi^2 D \quad (35). \text{ Para o ar, em unidades SI,}$$

podemos colocar  $\frac{X}{Y} = 6,28 \cdot 10^{-19} n D \quad (36)$ . A Tabela IV mostra o livre caminho médio, a

densidade molecular e a razão  $X/Y$  para o ar em um recipiente cilíndrico de raio  $R = 1$  m como função da pressão. Podemos ver que, na pressão atmosférica, o número de colisões moléculas-moléculas é 15 milhões de vezes maior que o número de colisões molécula-parede. A pressão deve cair a aproximadamente  $10^{-5}$  torr para que seu número se iguale,  $X/Y = 1$ .

Tabela IV: Razão  $X/Y$  como função de  $P$  para  $D = 1$  m

$P(\text{torr})$	$\lambda(m)$	$n \text{ (moléculas/m}^3\text{)}$	$X/Y$	<i>Regime</i>
760	$6,7 \cdot 10^{-8}$	$2,46 \cdot 10^{25}$	$1,5 \cdot 10^7$	Viscoso
10	$5,0 \cdot 10^{-6}$	$3,24 \cdot 10^{23}$	$2,0 \cdot 10^5$	
$10^{-1}$	$5,0 \cdot 10^{-4}$	$3,24 \cdot 10^{21}$	$2,0 \cdot 10^3$	
$10^{-3}$	$5,0 \cdot 10^{-2}$	$3,24 \cdot 10^{19}$	20	
$10^{-5}$	5	$3,24 \cdot 10^{17}$	$2,0 \cdot 10^{-1}$	Molecular
$10^{-7}$	500	$3,24 \cdot 10^{15}$	$2,0 \cdot 10^{-3}$	
$10^{-9}$	$5,0 \cdot 10^4$	$3,24 \cdot 10^{13}$	$2,0 \cdot 10^{-5}$	

Como já falado acima, o estado viscoso passa continuamente para o estado molecular, de modo que haverá um intervalo de pressões em que o livre caminho médio é comparável com as dimensões do recipiente, ou, equivalentemente, o número de colisões molécula-molécula será da mesma ordem que o número de colisões molécula-parede. Este regime será denominado regime intermediário. O tratamento quantitativo destes regimes será dado abaixo.

## Arraste molecular

No regime viscoso, todas as colisões foram supostas serem perfeitamente elásticas, de modo que uma molécula, ao atingir uma superfície, reflete-se dela como uma esfera elástica. A baixas pressões, todavia, esta imagem não é confirmada por resultados experimentais. Pelo contrário, os experimentos mostram que, ao se chocar com uma superfície, uma molécula adere a ela temporariamente, como se sofresse o fenômeno de condensação, permanecendo na superfície um dado tempo, e sendo re-emitida, ou re-evaporada, em uma direção independente da de incidência. Este fenômeno está intimamente ligado ao fenômeno de adsorção, que será tratado em maior detalhe mais à frente.

Supondo uma parede inicialmente limpa (livre de gás) colocada em presença de gás a uma determinada pressão, observa-se que as moléculas de gás condensam-se na superfície, permanecendo um certo tempo antes de re-evaporar. O número de moléculas chocando-se com a unidade de superfície na unidade de tempo é dado pela eq. 9, e o número de moléculas necessário

para cobrir a superfície formando uma monocamada é:  $\phi_m = \frac{1}{\xi^2}$  (37), ou seja, o tempo para formar esta monocamada é:

$$\tau_m = \frac{\phi_m}{\nu} = \frac{4}{n \xi^2 \bar{v}} = \left( \frac{\sqrt{2} \pi}{\xi^2 n} \right) \sqrt{\frac{M}{R T}} \quad (38)$$

e assim, para formar a monocamada, as moléculas têm que permanecer na superfície no mínimo este tempo. Para o nitrogênio a 20°C, a equação 38 pode ser escrita na forma  $\tau_m = \frac{1,72 \cdot 10^{-6}}{P}$  (39),

em que  $\tau_m$  é dado em segundos e P em torr. Assim, para  $P = 10^{-4}$  torr,  $\tau_m = 1,7 \cdot 10^{-2}$  s, tempo suficiente para transferir energia para a molécula. Se a superfície está em movimento ela pode transferir uma componente de velocidade para a molécula. Este é o princípio de funcionamento das bombas moleculares, a serem discutidas na secção sobre bombas de vácuo.

## Transpiração térmica

A taxa à qual moléculas deixam um recipiente através de uma abertura em uma parede fina é dada por  $q = \nu A = \frac{1}{4} n \bar{v} A$ , e a massa do gás saindo do recipiente é:

$$W = m q = \frac{1}{4} m n \bar{v} A = \frac{1}{4} \rho \bar{v} A = \rho \sqrt{\frac{R T}{2 \pi M}} A \quad (40).$$

Se temos duas câmaras A e B separadas por um plug poroso, e o gás nas câmaras está em diferentes temperaturas  $T_A$  e  $T_B$ , haverá um fluxo de gás entre as duas câmaras até se estabelecer uma situação estacionária em que a massa do gás deixando o recipiente A iguala à que entra vinda do recipiente B, ou seja, temos a condição:  $\rho_A \sqrt{T_A} = \rho_B \sqrt{T_B}$  (41). Este fenômeno é chamado de transpiração térmica. Como  $\rho$  é proporcional à pressão e inversamente proporcional à

temperatura (eq. 2), podemos escrever:  $\frac{P_A}{P_B} = \sqrt{\frac{T_A}{T_B}}$  (42). Esta expressão é importante para

sistemas de vácuo que utilizam baixas temperaturas em seus componentes, como armadilhas e bombas criogênicas. Assim, se a câmara A está na temperatura do ar líquido, 90 K, e a pressão é obtida por um medidor na temperatura ambiente (300 K), então o valor real de  $P_A$  é dado por

$$P_A = \sqrt{\frac{90}{300}} P_B = 0,55 P_B \quad (43). \text{ Se as duas câmaras estão ligadas por um tubo de grande}$$

diâmetro, ou a pressão é suficientemente alta para o livre caminho médio ser muito menor que o diâmetro do tubo, de modo que as colisões moléculas-moléculas sejam predominantes, a condição de equilíbrio é  $P_A = P_B$ , ao invés da condição dada pela equação 42.

### Condutividade térmica de gases rarefeitos

Tal como no caso da viscosidade, o processo de transferência de calor por gases no regime viscoso é diferente do caso do regime molecular. No primeiro caso a totalidade das moléculas é responsável pela transferência de calor, enquanto no segundo caso as moléculas individualmente carregam o calor de parede a parede.

Vamos tratar inicialmente do caso do regime viscoso. Podemos considerar camadas de fluido de espessura  $\lambda$ , o livre caminho médio, entre duas placas que estão às temperaturas  $T_1$  e  $T_2$ , e colocadas a uma distância  $y$ . A queda de temperatura entre as camadas, analogamente ao que

acontece no caso da viscosidade (eq. 27), pode ser escrita como  $2 (T_1 - T_2) \frac{\lambda}{y}$ . Se o calor específico a volume constante é  $c_v$ , o calor transferido por unidade de área é:

$$E = \frac{1}{6} n \bar{v} (2 \lambda) (T_1 - T_2) \frac{\lambda}{y} = \frac{1}{3} \rho \bar{v} c_v \lambda \frac{(T_1 - T_2)}{y} \quad (44).$$

Portanto, a condutividade térmica é dada por:  $k_c = \frac{1}{3} \rho \bar{v} \lambda c_v$  (45). Comparando esta última

equação com a equação 28 para  $\eta$ , podemos escrever  $k_c = \eta c_v$  (46). Tal como no caso da viscosidade, uma análise mais detalhada do mecanismo de transferência de calor modifica esta

expressão para  $k_c = \frac{1}{4} (9 \gamma - 5) \eta c_v$  (47), em que  $\gamma = \frac{c_p}{c_v}$ . Se  $c_v$  é expresso em cal/(g.K),  $k_c$

é dado em cal/(cm.s.K). Para gases monoatômicos (He, Ar, Hg,...)  $\gamma = 5/3$ , para gases diatômicos ( $O_2$ ,  $H_2$ ,  $N_2$ ,...)  $\gamma = 7/5$  e para gases triatômicos ( $CO_2$ ,...)  $\gamma = 4/3$ . A Tabela V dá a condutividade térmica para diferentes gases.

Tabela V: condutividade térmica para gases a 0°C (cal/(cm.s.K))

<i>Gás</i>	<i>k<sub>c</sub></i>	<i>Gás</i>	<i>k<sub>c</sub></i>
Hidrogênio	$4,19 \cdot 10^{-1}$	Hélio	$3,43 \cdot 10^{-4}$
Nitrogênio	$5,7 \cdot 10^{-5}$	Neônio	$1,09 \cdot 10^{-4}$
Oxigênio	$5,8 \cdot 10^{-5}$	Argônio	$3,9 \cdot 10^{-5}$
Ar	$5,8 \cdot 10^{-5}$	Criptônio	$2,1 \cdot 10^{-5}$
Monóxido de Carbono	$5,3 \cdot 10^{-5}$	Mercúrio	$1,2 \cdot 10^{-5}$
Dióxido de Carbono	$3,4 \cdot 10^{-5}$		

Como a viscosidade não é função da pressão, segue-se da eq. 47 que a condutividade térmica dos gases é independente da pressão. Isto é válido no regime viscoso (lembramos que se trata de condução térmica como para um sólido; isto muda quando levamos em conta o mecanismo de condução por convecção).

No caso do regime molecular, para o qual o livre caminho médio é da ordem de, ou maior que, as dimensões do recipiente, o gás não mais é caracterizado por uma viscosidade, e neste caso a eq. 47 não mais é válida, e a condutividade passa a ser uma função da pressão do gás. O processo de condução nesta condição é denominado condução molecular livre, e para poder exprimi-lo é necessário introduzir o conceito de coeficiente de acomodação. Este coeficiente é definido como a razão entre a energia que é efetivamente transferida entre moléculas atingindo uma superfície e a superfície, e a energia que teoricamente seria transferida se as moléculas atingissem o equilíbrio térmico com a parede, após atingi-la.

Quando moléculas originalmente à temperatura  $T_i$  atingem uma superfície quente à temperatura  $T_s > T_i$ , em geral a temperatura das moléculas não atinge  $T_s$  nas primeiras colisões, mas o fazem após várias colisões. Assim, as moléculas que re-evaporam da superfície têm uma energia média menor que  $T_s$ , que será designada por  $T_r$ . O coeficiente de acomodação é definido por

$$\alpha = \frac{T_r - T_i}{T_s - T_i} \quad (48).$$

Se as moléculas atingem o equilíbrio térmico com a superfície antes dela escapar,  $T_r = T_s$  e  $\alpha = 1$ . Por outro lado, se as moléculas são refletidas elasticamente sem qualquer mudança na sua energia,  $T_r = T_i$  e  $\alpha = 0$ . A Tabela VI dá alguns valores de  $\alpha$  para diversos gases e superfícies, levando em conta os graus de liberdade de rotação e translação.

Tabela VI: Alguns valores do coeficiente de acomodação

<i>Superfície</i>	<i>W</i>	<i>Pt</i>		<i>Ni</i>	<i>Fe</i>
<i>Gás</i>		<i>Ordinária</i>	<i>Preta</i>		
Hidrogênio	0,36	0,28	-	0,29	
	0,2	0,36	0,71	0,82	
Nitrogênio	0,57	0,89	-		
	0,87	0,81	-		
Ar	-	0,9	-		
Oxigênio	0,9	0,85	0,95	0,86	
Dióxido de Carbono	-		0,97		
Merúrio	0,95				
Hélio	0,02				
Neon	-			0,82	0,1
	-				0,4
Argônio	0,85	0,89		0,93	
	0,09				
Criptônio	-	0,69			

De acordo com a eq. 9 o número de moléculas com velocidade entre  $v$  e  $v + dv$  que atingem uma área unitária na unidade de tempo é  $d\nu = \frac{1}{4} \frac{dn}{dv} v dv = \frac{1}{4} v dn$  (49). Como cada molécula

tem energia cinética  $\frac{1}{2} mv^2$ , a energia transferida é  $dE = \frac{1}{8} m v^3 dn$  (50), e assim,

$$E = \frac{1}{8} \int_{v=0}^{v=\infty} v^3 dn \quad (51), \text{ que, resolvida usando a distribuição de Maxwell-Boltzman, resulta em}$$

$$E = \frac{1}{8} m \frac{4}{3} \bar{v} \bar{v}^2 = \frac{1}{6} n m \bar{v} \bar{v}^2 \quad (52). \text{ Esta é a energia transferida por todas as moléculas que}$$

atingem a superfície na unidade de tempo. Uma vez que o seu número é  $\nu = \frac{1}{4} n \bar{v}$  (9), temos

$$\text{que a energia média transferida por molécula é } E_m = \frac{E}{\nu} = \frac{\frac{4}{6} n m \bar{v} \bar{v}^2}{\frac{1}{4} n \bar{v}} = \frac{2}{3} m \bar{v}^2 = 2 k T \quad (53),$$

ao invéz de  $E_m = \frac{3}{2} k T$ , que é a energia média das moléculas em um volume. Para gases monoatômicos a baixas pressões, a transferência de energia da placa quente para a fria será (utilizando as eq. 9 e 53)

$$E_0 = \frac{E}{\nu} = \frac{1}{4} n \bar{v}_i 2 k (T_r - T_i) \quad (54),$$

e, utilizando as eq. 2 e 48, temos:

$$E_0 = \frac{1}{2} \left( \frac{P \bar{v}_i}{T_i} \right) (T_r - T_i) = \frac{\alpha}{2} \frac{P \bar{v}_i}{T_i} (T_s - T_i) \quad (55),$$

em que  $\alpha$  é o coeficiente de acomodação,  $P$  é a pressão do gás,  $v_i$  é a velocidade média na temperatura  $T_i$  e  $T_s$  é a temperatura da superfície quente. Assim, a taxa de transferência de energia em baixas pressões é proporcional à pressão e à diferença de temperatura entre as superfícies.

Para gases diatômicos e poliatômicos, as moléculas atingindo a superfície quente aumentam não apenas a energia translacional, mas também a rotacional e a vibracional. A quantidade de energia vibracional possuída pelas moléculas, comparada com a energia translacional, é medida pelo valor de  $\gamma$ . Um cálculo detalhado leva à seguinte expressão para a energia transferida:

$$E_0 = \frac{\alpha}{8} \left[ \frac{\gamma + 1}{\gamma - 1} \right] \frac{P \bar{v}_i}{T_i} (T_s - T_i) \quad (56),$$

que, no caso de  $\gamma = 5/3$  (caso dos gases monoatômicos), transforma-se na eq. 55. Explicitando  $\bar{v}_i$  em função da temperatura  $T_i$  e  $M$ , a massa molecular, a eq. 56 fica:

$$E_0 = \frac{\alpha}{2} \frac{\gamma + 1}{\gamma - 1} \sqrt{\frac{R}{2 \pi M 273}} \sqrt{\frac{273}{T_i}} (T_s - T_i) P = \Lambda_0 \alpha \sqrt{\frac{273}{T_i}} (T_s - T_i) P \quad (57).$$

Nesta expressão  $\Lambda_0$  é chamada condutividade molecular livre a 0°C, e é dada por:

$$\Lambda_0 = \frac{\gamma + 1}{2 (\gamma - 1)} \sqrt{\frac{R}{2 \pi M 273}} = \frac{110}{\sqrt{M}} \frac{\gamma + 1}{\gamma - 1} \quad (58),$$

sendo que nesta última equação  $\Lambda_0$  é expressa em ergs/(s.cm<sup>2</sup>.°C.µbar). Podemos ter também

$$\Lambda_0 = \frac{1,47 \cdot 10^{-2}}{\sqrt{M}} \frac{\gamma + 1}{\gamma - 1} \quad (59),$$

com  $\Lambda_0$  expressa em W/(cm<sup>2</sup>.°C.torr). Para ar, para o qual  $\gamma = 7/5$  e  $M = 28,98$  g,  $\Lambda_0 = 1,64 \cdot 10^{-2}$  W/(cm<sup>2</sup>.°C.torr).

Assim, a condução térmica por unidade de área de uma superfície à temperatura  $T_s = 100^\circ\text{C}$  para uma superfície a  $T_i = 20^\circ\text{C}$  por ar à pressão de  $10^{-2}$  torr e com  $\alpha = 0,8$  será dada por  $E_0 \approx 10^{-2}$  W/cm<sup>2</sup>. A Tabela VII dá valores de  $\gamma$  e  $\Lambda_0$  para vários gases.

Tabela VII: valores da condutividade térmica livre  $\Lambda_0$  (W/(cm<sup>2</sup>.K.Torr))

<i>Gás</i>	<i>M(g)</i>	<i>γ</i>	<i>Λ<sub>0</sub></i>
Hidrogênio	2,02	1,41	6,07.10 <sup>-2</sup>
Hélio	4,00	1,67	2,93.10 <sup>-2</sup>
Vapor d'água	18,02	1,30	2,65.10 <sup>-2</sup>
Neônio	20,18	1,67	1,31.10 <sup>-2</sup>
Nitrogênio	28,02	1,40	1,66.10 <sup>-2</sup>
Oxigênio	32,00	1,40	1,56.10 <sup>-2</sup>
Argônio	39,94	1,67	9,29.10 <sup>-2</sup>
Dióxido de carbono	44,01	1,30	1,69.10 <sup>-2</sup>
Merúrio	200,60	1,67	4,15.10 <sup>-3</sup>

A condutividade térmica a baixas pressões é usada para medir a pressão, dando origem aos medidores de vácuo por condutividade térmica. Estes medidores serão discutidos na secção sobre medidores de vácuo.

## **Bibliografia:**

- 1) Saul Dushman (J. M. Lafferty, ed.), "Scientific Foundations of Vacuum Technique", 2<sup>a</sup> ed., John Wiley & Sons, Inc., 1962 (originalmente publicado em 1949)
- 2) A. H. Beck, "Handbook of Vacuum Physics", vol. I – "Gases and Vacua", Pergamon Press, 1964
- 3) Gerhard Lewin, "Fundamentals of Vacuum Science and Technology", McGraw-Hill Book Co., 1965
- 4) N. T. M. Dennis & T. A. Heppel, "Vacuum System Design", Chapman and Hall Ltd., 1968
- 5) Rolland R. LaPelle, "Practical Vacuum Systems", McGraw-Hill Book Co. 1972
- 6) A. Roth, "Vacuum Technology", North-Holland Publ. Co., 1982
- 7) eds. Theodore E. Madey & William C. Brown, "History of Vacuum Science and Technology", American Vacuum Soc. and American Institute of Physics, 1984
- 8) Max Wutz, Hermann Adam, Wilhelm Walcher, "Theory and Practice of Vacuum Technology", Friedr. Vieweg & Sohn, 1989 (traduzido do alemão por W. Steckelmacher)
- 9) A. Chambers, R. K. Fitch, B. S. Halliday, "Basic Vacuum Technology", IOP Publ., 1989
- 10) P. A. Redhead, J. P. Hobson, E. V. Kornelsen, "The Physical Basis of Ultrahigh Vacuum", American Vacuum Soc. Classics, American Institute of Physics, 1993 (originalmente publicado 1963)
- 11) Walter H. Kohl, "Handbook of Materials and Techniques for Vacuum Devices", American Vacuum Soc. Classics, American Institute of Physics, 1995 (originalmente publicado 1967)
- 12) Dorothy M. Hoffman, Bawa Singh, John H. Thomas III, (eds.) "Handbook of Vacuum Science and Technology", Academic Press, 1998
- 13) J. M. Lafferty (ed.), "Foundations of Vacuum Science and Technology", John Wiley & Sons, Inc., 1998



## Capítulo II

### Escoamento de Gases

#### Algumas definições

Como já descrito em relação à Fig. 1.1, para a obtenção de alto ou ultra-alto-vácuo temos que partir da pressão atmosférica até chegar à pressão final desejada, e para isso o gás retirado da câmara formará um fluxo que se movimentará em pressões que vão da atmosférica até a pressão final. Ou seja, o fluxo do gás se dará em diferentes regimes, definidos pelo valor da pressão, que é sinônimo de densidade molecular, ou livre caminho médio. Para se poder descrever o comportamento de um sistema de vácuo como esse, é essencial, portanto, descrever o fluxo de gás nos diferentes regimes, e, para isso, precisamos escrever as equações de movimento do fluido nestes regimes. É o que faremos a seguir.

Considere a Fig. 2.1, que ilustra um trecho de uma tubulação na qual, na secção transversal definida pela linha tracejada, temos um valor  $P$  para a pressão e um fluxo de gás denominado  $Q$ .

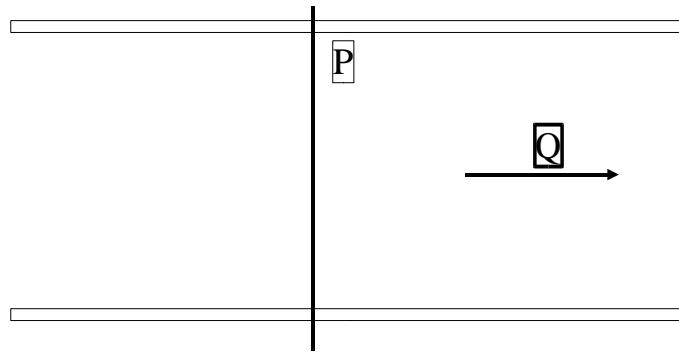


Fig. 2-1: Esquema de tubo com secção com pressão  $P$  e fluxo  $Q$

Nesta secção transversal escoam um volume de gás  $\Delta V$  no intervalo de tempo  $\Delta t$ . Chamaremos de velocidade de bombeamento à relação

$$S = \frac{\Delta V}{\Delta t} \quad (1) \text{ calculada na secção transversal considerada. Ao produto } Q = PS \quad (2) \text{ daremos o}$$

nome de vazão de massa do gás. Podemos escrever, portanto,  $Q = P \frac{\Delta V}{\Delta t} \quad (3)$ . Em geral,  $S$  é

medido em litro/s e  $Q$  em torr.litro/s.  $Q$  pode ser relacionado diretamente ao número de moléculas que atravessam a secção do tubo no intervalo de tempo unitário. Para explicitar esta relação, vamos derivar a equação de estado em relação ao tempo:

$$\frac{d}{dt} (PV) = \frac{d}{dt} (N K T) \rightarrow P \frac{dV}{dt} + V \frac{dP}{dt} = k T \frac{dN}{dt} \quad (4).$$

Se o escoamento for em regime estacionário, isto é,  $P$  independente do tempo, teremos  $dP/dt = 0$ , e então:

$$P \frac{dV}{dt} = Q = k T \frac{dN}{dt} \quad (5). \text{ Nesta equação o termo } dN/dt \text{ é denominado corrente molecular.}$$

Se em um tubo temos um fluxo de massa de gás, temos também uma diferença de pressão entre pontos deste tubo, com o fluxo se dando da pressão maior para a menor. Considerando duas

secções transversais A e B, para as quais as pressões são  $P_A$  e  $P_B$ , respectivamente, e o fluxo de massa é  $Q$ , definimos a condutância entre A e B como a razão do fluxo de massa pela diferença de pressão, ou seja:

$$C_{AB} = \frac{Q}{P_A - P_B} \quad (6). \text{ A condutância é medida em litro/s. É possível fazer uma analogia entre o}$$

que acontece em um sistema hidráulico (que é o que temos) e o que acontece em um circuito elétrico. Tubos e outros elementos correspondem aos fios, que apresentam uma certa condutância elétrica, o que é análogo à condutância hidráulica, a diferença de pressão fica análoga à diferença de potencial, o fluxo de massa é análogo à corrente elétrica e as bombas fazem o papel de forças eletromotrizes. Análogamente ao caso elétrico, chamamos de impedância (ou resistência) ao inverso da condutância:

$$Z_{AB} = \frac{1}{C_{AB}} = \frac{P_A - P_B}{Q} \quad (7). \text{ A impedância é medida em s/litro.}$$

Fisicamente o conceito de impedância está associado à dificuldade (resistência) oferecida pelo tubo à passagem do gás. Quanto menor o diâmetro do tubo e maior o seu comprimento, maior será essa resistência. Pelo contrário, quanto maior o diâmetro e menor o comprimento, menor a resistência. Vemos que esse raciocínio baseia-se exclusivamente nas propriedades geométricas do tubo, mas veremos abaixo que outras variáveis são importantes para determinar a condutância de um elemento, e que essas variáveis dependem da natureza do gás e da pressão em que o seu movimento se dá. É importante notar que a vazão em massa  $Q$  tem o mesmo valor em qualquer secção de uma tubulação (ou de tubos em série). Isto expressa a lei de conservação da vazão em massa, que é equivalente à lei de conservação de massa. É preciso frizar também que, no caso de tubulação em série, enquanto  $Q$  é constante,  $S$  e  $P$  variam continuamente ao longo do comprimento da tubulação.

### Condutâncias em série e em paralelo

Considere dois tubos ligados em série, como na Fig. 2.2, tendo condutâncias  $C_1$  e  $C_2$ . Considere as pressões nos pontos 1, 2 e 3 como  $P_1$ ,  $P_2$  e  $P_3$ , respectivamente. Podemos escrever:

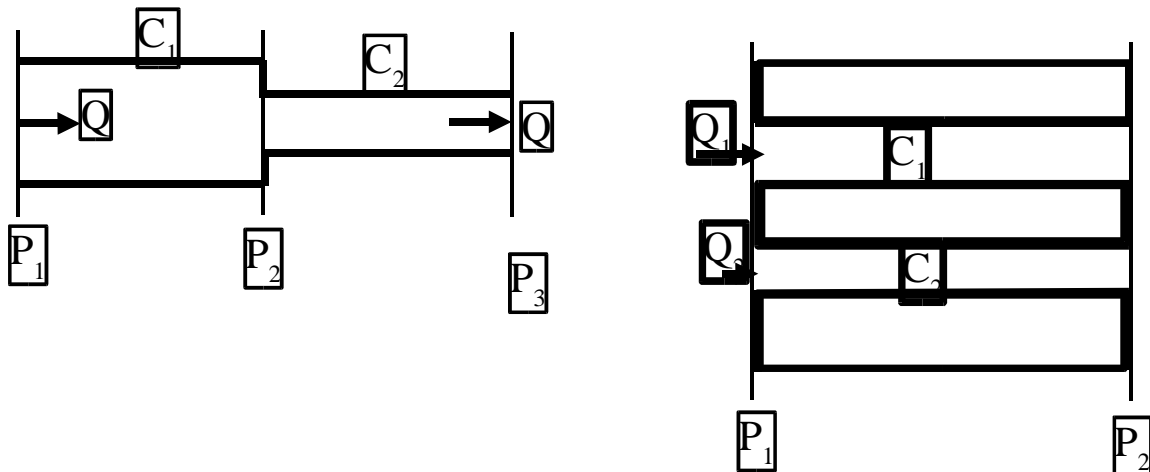


Fig. 2.2: tubos em série e em paralelo

$$P_1 - P_2 = \frac{Q}{C_1}; \quad P_2 - P_3 = \frac{Q}{C_2} \quad . \text{ Somando estas equações, obtemos } P_1 - P_3 = \frac{Q}{\frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2}} ,$$

ou seja, a condutância equivalente é:  $\frac{1}{C_{eq}} = \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2}$ . Esta equação se generaliza para n tubos

como:  $\frac{1}{C_{eq}} = \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2} + \dots + \frac{1}{C_n}$  (8).

Considere agora dois tubos em paralelo, como na Fig. 2.2, tendo condutâncias  $C_1$  e  $C_2$ .

Podemos escrever  $C_1 = \frac{Q_1}{P_1 - P_2}$ ;  $C_2 = \frac{Q_2}{P_1 - P_2}$ . Somando estas equações, obtemos

$$C_1 + C_2 = \frac{Q_1 + Q_2}{P_1 - P_2}. \text{ Colocando a condutância equivalente como } C_{eq} = \frac{Q_{total}}{P_1 - P_2}, \text{ vemos que}$$

$C_{eq} = C_1 + C_2$ , que pode ser generalizada para n tubos em paralelo como:

$$C_{eq} = C_1 + C_2 + \dots + C_n \quad (9).$$

### Variação da velocidade de bombeamento ao longo de uma tubulação

Quando temos um sistema de vácuo como o ilustrado na Fig. 1.1, vemos que a bomba difusora está ligada à câmara através de um tubo e de uma válvula. Uma das perguntas cruciais que se faz em relação aos sistemas de vácuo é o tempo que se levará para atingir a pressão de trabalho desejada. Para responder isso, precisamos conhecer as características da bomba de vácuo, em particular, a sua capacidade de bombeamento, que é medida pela velocidade de bombeamento. Normalmente, esta característica é fornecida pelo fabricante. No entanto, esta especificação diz respeito tão somente à velocidade de bombeamento na boca da bomba, ou seja, sem a adição de tubos e válvulas. É mais ou menos intuitivo que a velocidade de bombeamento na boca da câmara será diferente (menor) que a velocidade de bombeamento na boca da bomba, pois tanto o tubo quanto a válvula são impedâncias para o escoamento do gás. Qual é esta influência, e como podemos determiná-la? A influência de tubos e válvulas (e outros elementos do circuito hidráulico) será medida pela sua condutância. Evidentemente, quanto maior a condutância, menor a influência do elemento na velocidade de bombeamento; pelo contrário, quanto menor a condutância (maior resistência) maior será a sua influência. Para poder determinar quantitativamente estas influências, vamos lançar mão do seguinte raciocínio:

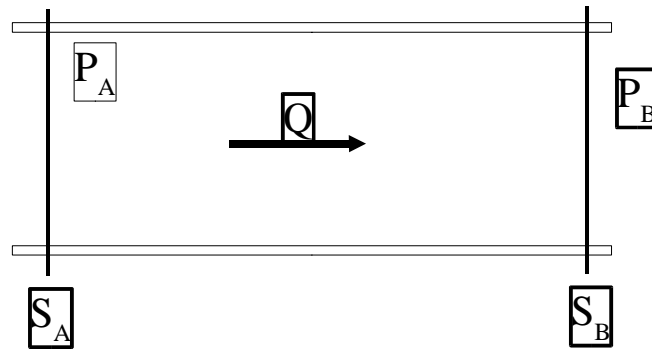


Fig. 2.3: vazão de massa entre dois pontos de um tubo

Na secção A da Fig. 2.3 a velocidade de bombeamento é  $S_A = \frac{Q}{P_A} \rightarrow \frac{1}{S_A} = \frac{P_A}{Q}$  (10), e na

secção B podemos colocar  $S_B = \frac{Q}{P_B} \rightarrow \frac{1}{S_B} = \frac{P_B}{Q}$  (11). Subtraindo a eq. 11 da eq. 10, obtemos:

$$\frac{1}{S_A} - \frac{1}{S_B} = \frac{P_A - P_B}{Q} = \frac{1}{C_{AB}} \quad (12). \text{ Esta equação pode ser re-escrita na forma:}$$

$$S_A = \frac{S_B \cdot C_{AB}}{S_B + C_{AB}} \quad \dots(13).$$

Referindo-se à Fig. 1.1, se A e B representam a boca da câmara e da bomba, respectivamente, vemos que  $S_A < S_B$ , pois a fração do lado direito da eq. 13 é menor que 1. Podemos ver o comportamento, fazendo, em primeiro lugar a hipótese de que a condutância  $C_{AB}$ , que no caso da Fig. 1.1 é a combinação série das condutâncias dos tubos e da válvula, é muito maior que a velocidade de bombeamento da bomba  $S_B$ . Neste caso, temos que  $S_B + C_{AB} \approx C_{AB}$ , e portanto  $S_A \approx S_B$ . Ou seja, como antecipado, se a condutância é alta, sua interferência é muito pequena, e a velocidade de bombeamento na boca da câmara é praticamente idêntica à velocidade de bombeamento da bomba, ou seja, temos uma situação equivalente a ligar a bomba diretamente na câmara. Em segundo lugar, vejamos o outro extremo, em que a condutância é pequena comparada com a velocidade de bombeamento. Neste caso,  $S_B + C_{AB} \approx S_B$ , e portanto  $S_A \approx C_{AB}$ . Ou seja, neste caso a velocidade de bombeamento na câmara é independente da velocidade de bombeamento da bomba, e é determinada exclusivamente pela condutância dos elementos que ligam a câmara à bomba.

Portanto, a expressão 13 é importante para se poder calcular a importância das condutâncias frente às velocidades de bombeamento das bombas de vácuo. Estas comparações são importantíssimas para se projetar sistemas de vácuo, onde é necessário fazer a especificação de bombas e das tubulações de modo a se atingir as pressões de trabalho em tempos razoáveis e também com custos razoáveis. Obviamente, temos a necessidade de saber calcular as condutâncias a partir das especificações dos tubos, para poder fazer os cálculos acima. É o que veremos a seguir.

## Regimes de Escoamento

Já tratamos no capítulo 1 da caracterização dos regimes viscoso, molecular e intermediário (veja eqs. 33 a 36, Cap. 1), utilizando a razão entre o número de choques intermoleculares e o número de choques moléculas-paredes. Vamos tratar agora do mesmo assunto, mas utilizando outros parâmetros para distinguir os três estados.

O escoamento viscoso, como o próprio nome indica, é aquele em que o efeito da viscosidade se faz presente. Isto ocorre quando o número de choques inter-moleculares é muito maior que o número de choques molécula-parede, ou, equivalentemente, quando o livre caminho médio é pequeno comparado com as dimensões do recipiente em que o gás está. A experiência diz que o escoamento viscoso, quando se dá em baixas velocidades, pode ser descrito pelos conceitos da hidrodinâmica, como o de linhas de corrente e tubos de corrente, regime que é denominado lamelar, pois pode-se seguir a trajetória das "partículas" que definem o fluido. No entanto, em altas velocidades, o escoamento não mais pode ser descrito desta maneira, pois aparecem fortes perturbações no fluxo na forma de vórtices, que impede a descrição do movimento do fluido pelos conceitos acima referidos. Neste caso o escoamento é chamado turbulento, e a sua descrição é feita através de parâmetros adimensionais, que descrevem o movimento como um todo. Um desses parâmetros é chamado número de Reynolds  $Re$ , dado por

$$Re = \frac{\rho D v}{\eta} \quad \dots(14). \text{ Nesta expressão, } \rho \text{ é a densidade do fluido, } D \text{ o diâmetro da tubulação, ou}$$

uma dimensão típica do recipiente em que o escoamento se dá,  $v$  é a velocidade do fluido e  $\eta$  é a sua viscosidade. A experiência diz que escoamentos com  $Re > 2100$  são totalmente turbulentos, enquanto que escoamentos com  $Re < 1100$  são totalmente lamelares. Para  $Re$ 's intermediários, o escoamento é parcialmente turbulento. É claro que estes limites dependem do estado da superfície

do tubo, mas descrevem bem a maior parte dos casos práticos. Esta expressão do número de Reynolds pode ser colocada em termos de vazão de massa e de pressão, utilizando os seguintes

argumentos: definimos  $Q = P \cdot S = P \frac{\Delta V}{\Delta t} = P v \frac{\pi D^2}{4}$  (15). Nesta equação,  $v$  é a velocidade do

fluido. Como  $\rho = \frac{m}{V} = \frac{M}{R T}$   $\rightarrow Re = \frac{M P}{R T} \frac{4 Q}{\pi D^2 P} \frac{D}{\eta} = \frac{4 M}{\pi R T \eta} \frac{Q}{D}$  (16), que nos permite

obter o número de Reynolds utilizando os parâmetros que definem o gás ( $M$  e  $\eta$ ), a vazão de massa e a tubulação ( $D$ ). Para o ar a 20°C,  $\eta = 1,829 \cdot 10^{-4}$  poise,  $R = 62,364$  torr.litro/K e  $M = 28,98$  g, de modo que a eq. 16 torna-se:

$$Re = 11,04 \frac{Q}{D} \quad (17) \text{ (Q expresso em Torr.litro/s e D em cm), o que é uma maneira prática de se}$$

determinar o número de Reynolds, e portanto, o regime de escoamento viscoso, para o ar, que é o fluido mais importante para a tecnologia de vácuo. Utilizando os limites  $Re > 2100$  e  $Re < 1100$  para a definição de escoamentos turbulentos e lamelares, podemos re-escrever estes limites como:  $Q > 200 D$  para escoamentos turbulentos e  $Q < 100 D$  para escoamentos lamelares.

O escoamento molecular, como já discutido antes, é aquele caracterizado por livre caminho médio do gás maior que as dimensões das tubulações ou recipientes em que o gás está. Para se ter um critério similar ao do número de Reynolds, que permite determinar se um escoamento viscoso é turbulento ou não, introduz-se o parâmetro adimensional chamado número de Knudsen, definido

como sendo  $N_K = \frac{D}{\lambda}$  (18). A experiência indica que, para

$N_K > 110$	Escoamento viscoso
$1 < N_K < 110$	Escoamento intermediário
$N_K < 1$	Escoamento molecular

Utilizando a eq. 22A do capítulo anterior, que diz que  $\lambda \cdot P = 5 \cdot 10^{-3}$  para ar a 20°C, as condições acima para o número de Knudsen tornam-se:

$D \cdot \bar{P} > 5 \cdot 10^{-1}$	Escoamento viscoso
$5 \cdot 10^{-3} < D \cdot \bar{P} < 5 \cdot 10^{-1}$	Escoamento intermediário
$D \cdot \bar{P} < 5 \cdot 10^{-3}$	Escoamento molecular

Nestas expressões  $D$  é expresso em cm e  $\bar{P}$ , expresso em torr, é a pressão média na tubulação.

## Condutâncias

Vamos agora apresentar as condutâncias de dois elementos importantes para sistemas de vácuo, que são os tubos e orifícios. Para facilidade de compreensão, vamos apresentar primeiro as fórmulas das condutâncias destes elementos para o regime molecular, em seguida para o regime viscoso, e finalmente a formulação de Knudsen para o regime intermediário.

## Condutância de orifício no regime molecular de escoamento

Consideremos dois recipientes com pressões  $P_1 > P_2$  interligados por um orifício de paredes finas de área  $A$ , como ilustrado na Fig. 2.4.

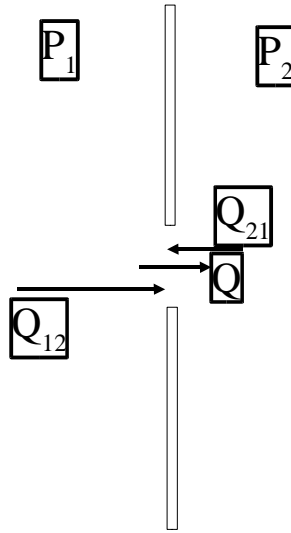


Fig. 2.4: Fluxo através de um orifício

Estabelece-se um escoamento do recipiente 1 para o recipiente 2 porque existe uma diferença de pressão  $P_1 - P_2$  entre os dois lados do orifício, e, se  $P_1$  e  $P_2$  são constantes, a diferença de pressão também o é, e o escoamento é estacionário. Para calcular o escoamento, vamos levar em consideração que o fluxo de moléculas do lado 1 para o 2 é dado por (ver eq. 11, Cap. 1)

$$Q_{12} = k T \nu_1 A = \frac{1}{4} k T \mathbf{n}_1 \bar{\nu} A, \quad \text{enquanto o fluxo reverso é dado por}$$

$$Q_{21} = k T \nu_2 A = \frac{1}{4} k T \mathbf{n}_2 \bar{\nu} A. \quad \text{O fluxo líquido } Q \text{ é dado pela diferença destes dois fluxos, ou}$$

$$\text{seja, } Q = Q_{12} - Q_{21} = \frac{1}{4} k T \bar{\nu} A (\mathbf{n}_1 - \mathbf{n}_2) \quad (19). \text{ Utilizando a equação de estado dos gases ideais,}$$

$$\text{temos que } \mathbf{n}_1 = \frac{P_1}{kT}, \quad \mathbf{n}_2 = \frac{P_2}{kT}, \quad \text{e portanto, } Q = \frac{1}{4} \bar{\nu} A (P_1 - P_2) \quad (20). \text{ Ou seja, a condutância}$$

$$\text{do orifício será dada por } C = \frac{Q}{P_1 - P_2} = \frac{1}{4} \bar{\nu} A \quad (21). \text{ Utilizando a expressão da velocidade}$$

$$\text{média (eq. 5, Cap. 1), essa condutância pode ser escrita: } C = \frac{Q}{P_1 - P_2} = \sqrt{\frac{k T}{2 \pi m}} A \quad (22).$$

$$\text{Substituindo os valores numéricos para o ar, obtemos } C = 3,64 \sqrt{\frac{T}{M}} A \quad (23), \text{ com } T \text{ em Kelvin,}$$

$$M \text{ em gramas e } A \text{ em cm}^2 \text{ e } C \text{ em litro/s. Para o ar a } 20^\circ\text{C}, \text{ temos a fórmula prática } C = 11,8 A \quad (24), \text{ com } A \text{ em cm}^2 \text{ e } C \text{ em litros/s.}$$

## Condutância de tubo no regime molecular

Vamos considerar inicialmente tubos longos. A condutância é obtida de considerações sobre a transferência de momentum do gás para as paredes do tubo e de forças que atuam no gás devido a

diferenças de pressão (ver Roth), seguindo argumentos de Knudsen. O resultado para a condutância de tubo de secção cilíndrica com diâmetro  $D$  e comprimento  $L$  grande comparado com  $D$  é dada por:

$$C_m = \frac{8}{3\sqrt{\pi}} \sqrt{\frac{2kT}{m}} \frac{D^3}{L} \quad (25), \text{ com } m \text{ a massa da molécula. Para o ar podemos colocar esta}$$

expressão como  $C_m = 3,81 \sqrt{\frac{T}{M}} \frac{D^3}{L} \quad (26),$  com  $T$  em Kelvin,  $M$  em gramas,  $D$  e  $L$  em cm e  $C_m$

em litros/s. Para  $T = 20^\circ\text{C}$ , esta expressão torna-se  $C_m = 12,1 \frac{D^3}{L} \quad (27),$  que é uma fórmula prática para o cálculo de condutâncias de tubos cilíndricos longos no regime molecular.

No caso de tubos curtos é necessário introduzir uma correção para dar conta do efeito do orifício na ligação do tubo com a câmara (Roth), e a expressão para a condutância de tubos curtos fica

$$C_{m,\text{curto}} = \frac{C_m}{\left(1 + \frac{4}{3} \frac{D}{L}\right)} \quad (28). \text{ Se o tubo é longo, ou seja, se } D \ll L, \text{ a expressão no denominador}$$

aproxima-se da unidade e  $C \approx C_m$ . Ou seja, a eq. 28 dá a expressão geral para a condutância de tubos de secção circular no regime molecular. A Fig. 2.5 mostra gráficos da condutância de tubos para o ar a  $20^\circ\text{C}$ , calculados pela eq. 28, com os diâmetros dos tubos dados em cm como parâmetros das curvas.

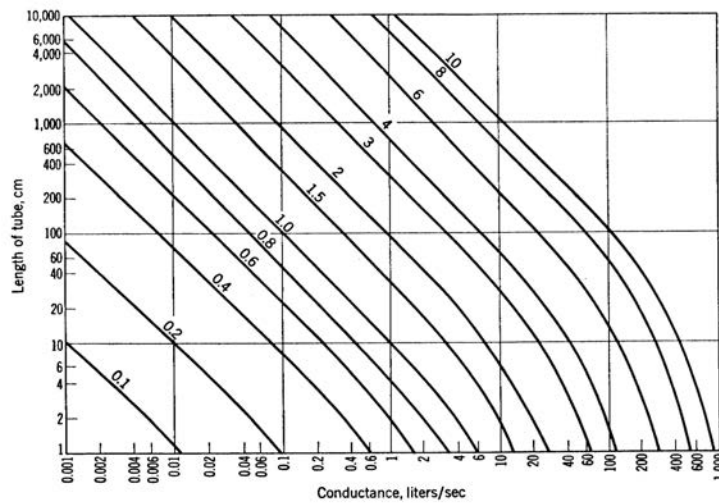


Fig. 2.5. Condutância de tubos de secção circular no regime molecular.

### Condutância de orifício no regime viscoso

Vamos examinar a situação de termos dois recipientes a pressões  $P_1 > P_2$  ligados por um orifício de paredes finas de área  $A$ , e com os valores de pressão tais que o livre caminho médio é muito menor que as dimensões dos recipientes, ou seja, o escoamento será no regime viscoso. Nesta situação, a vazão de massa é dada por (Lewin):

$$Q = \sqrt{\frac{2\gamma RT}{M(\gamma-1)}} \sqrt{r} \sqrt{1 - r^{\frac{\gamma-1}{\gamma}}} P_1 A \quad (29), \text{ com } r = \frac{P_2}{P_1}, \quad \gamma = \frac{c_p}{c_v}. \text{ Como } C = \frac{Q}{P_1 - P_2}, \text{ a}$$

condutância o orifício fica:  $C = \frac{9,31}{1-r} r^{\frac{1}{\gamma}} \sqrt{\frac{2 \gamma T}{M (\gamma - 1)} \left(1 - r^{\frac{\gamma-1}{\gamma}}\right)} A$  (30), onde se colocou  $R = 62,36 \text{ torr.litro/K}$ . Para o ar a  $20^\circ\text{C}$ ,  $\gamma = 1,44$  e  $M = 29 \text{ g}$ , e a eq. 30 pode ser escrita como

$$C = \frac{76,6}{1-r} r^{0,712} \sqrt{(1 - r^{0,286})} A \quad (31). \text{ Esta equação é válida para } r \geq 0,52. \text{ Para } r \leq 0,52, \text{ vale a}$$

expressão  $C \approx 20 \frac{A}{1-r}$  (32), e no caso especial em que  $r \leq 0,1$  esta expressão se reduz a

$C \approx 20 A$  (33). É preciso notar que a condutância do orifício é função das pressões em ambos os lados, e somente fica independente das pressões no limite  $r \leq 0,1$ .

### Condutância de um tubo de secção circular no regime viscoso

A condutância de um tubo de secção circular no regime viscoso será dada pela equação de Poiseuille, que é válida para escoamento lamelar e fluidos incompressíveis. Para o caso de gases, esta aproximação será suficiente desde que seja obedecida a condição  $Q < \frac{10^{-3}}{12} \pi D^2 P v_s$ , em que  $v_s$  é a velocidade do som em cm/s,  $D$  é o diâmetro em cm e  $P$  é a pressão em torr. A condutância de um tubo longo será dada por  $C_v = \frac{\pi}{128} \frac{D^4}{\eta L} \bar{P}$  (33). Nesta equação  $D$  é o diâmetro,  $L$  o comprimento do tubo,  $\bar{P}$  é a pressão média do gás no tubo e  $\eta$  é a viscosidade do gás. Uma forma prática desta equação é:

$$C_v = 3,27 \cdot 10^{-2} \frac{D^4}{\eta L} \bar{P} \quad (34), \text{ para a qual } C \text{ é em litro/s, } D \text{ e } L \text{ em cm, } \bar{P} \text{ em torr e } \eta \text{ em poise.}$$

Para o caso de um tubo curto, a expressão da condutância deve ser corrigida, ficando

$$C_v = 3,27 \cdot 10^{-2} \frac{D^4}{\eta L} \left( \frac{1}{1 + 7,31 \cdot 10^4 \frac{M Q}{\eta T L}} \right) \bar{P} \quad (35).$$

O tubo será considerado longo quando  $7,31 \cdot 10^{-4} \frac{M Q}{\eta T L} \ll 1$ , caso em que as equações 34 e 35 são aproximadamente iguais. A Tabela 2.I dá a viscosidade de diversos gases a  $20^\circ\text{C}$ , e faz a comparação com a viscosidade do nitrogênio.



Tabela 2.I: Viscosidade de alguns gases a 20°C

<i>Gás</i>	$\eta (\mu poise)$	$C_{gas}/C_N$
N <sub>2</sub>	175	1
O <sub>2</sub>	203	0,86
Ar	182	0,96
H <sub>2</sub>	88	2
He	196	0,89
Argônio	222	0,79
CO <sub>2</sub>	147	1,2
H <sub>2</sub> O	94	1,9
Hg	235	0,75

### Condutância de tubos longos no regime intermediário

Knudsen colocou a seguinte relação entre a condutância no regime intermediário e as condutâncias nos regimes viscoso e molecular:

$C_K = C_v + Z C_m$  (36), para a qual  $C_v$  e  $C_m$  são dadas pelas equações 34 e 25, respectivamente, e o

parâmetro  $Z$  é dado por  $Z = \frac{1 + 1,25 \frac{D}{\bar{\lambda}}}{1 + 1,55 \frac{D}{\bar{\lambda}}}$  (37), com  $\bar{\lambda}$  o livre caminho médio correspondente à

pressão média. A equação 36 vale em todos os regimes de escoamento. No regime viscoso,  $\frac{D}{\bar{\lambda}} \gg 1$ , e o valor de  $Z$  é  $\approx 0,8$ . No regime molecular,  $\frac{D}{\bar{\lambda}} \ll 1$ , e o valor de  $Z$  é  $\approx 1$ . Ou seja,

$0,8 \leq Z \leq 1$ . A equação 36 pode ser escrita na forma  $C_K = C_m \left( \frac{C_v}{C_m} + Z \right)$ . Utilizando as

equações 25 e 34 para o parênteses, obtemos  $C_K = C_m \left( 0,074 \frac{D}{\bar{\lambda}} + Z \right)$  (38), de onde se conclui

que no regime molecular  $C_K \approx C_m$ . Re-escrevendo a equação 36 na forma  $C_K = C_v \left( 1 + Z \frac{C_m}{C_v} \right)$

podemos concluir, por um procedimento análogo ao usado para a equação 38, que no regime viscoso  $C_K \approx C_v$ .

As expressões acima colocadas permitem-nos calcular a condutância de orifícios e tubos de secção circular em todos os regimes de escoamento, com fórmulas práticas para o caso do ar. No entanto, outras geometrias de tubos, e também outros elementos de vácuo podem ser calculados. Estes cálculos, mais complexos, estão fora do escopo desta apostila. O leitor interessado poderá consultar os livros de Roth e de Wutz para estes outros cálculos de condutâncias.

## Capítulo III

### Fenômenos de Superfície

#### Adsorção, Dessorção, Permeação e Evaporação

Quando consideramos uma câmara a ser evacuada, podemos dizer que temos o ar nela contido em duas fases distintas, a primeira, solta, a parte do gás que ocupa o volume da câmara, que designaremos de fase gasosa, e a segunda, presa, a parte que está vinculada, de alguma maneira, à superfície interna da câmara. Esta segunda parte do gás chamamos de fase adsorvida nas paredes, e tem sua origem no fenômeno de adsorção. Quando bombeamos a câmara, a parte volumétrica é retirada facilmente, enquanto a que está vinculada à superfície é mais difícil de ser retirada, o que se dá através do fenômeno que denominamos de dessorção.

Toda superfície de um sólido ou líquido apresenta forças de atração normal à superfície, e portanto, moléculas de gases atingindo essa superfície nela ficam por um certo tempo, e este processo é chamado de adsorção. Este gás é dessorvido sob certas condições de temperatura e pressão, e constitui, na região de alto vácuo, a principal fonte de gás do sistema de vácuo. Neste regime de alto vácuo, as moléculas vinculadas à superfície excedem as soltas no volume em ordens de magnitude. Embora esse alto número de moléculas possa se tornar um problema para se atingir uma baixa pressão, o mecanismo de adsorção, por sua vez, pode ser usado para remover moléculas do volume, constituindo o princípio das bombas de vácuo por sorção.

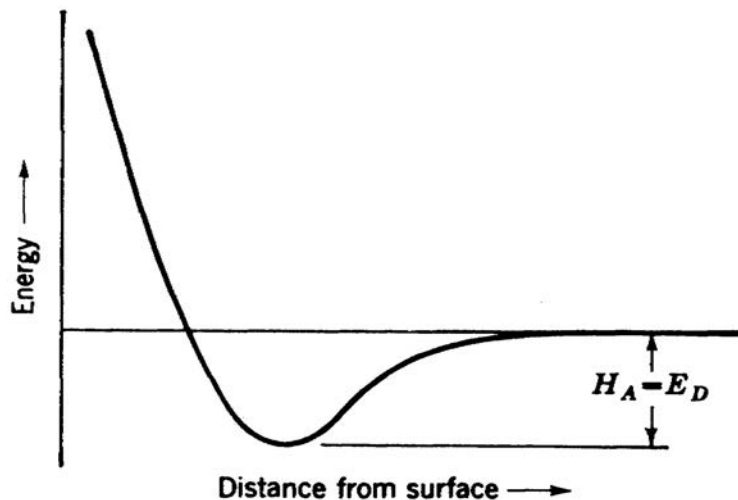


Fig. 3.1: diagrama de energia potencial de uma molécula na adsorção não ativada (Lewin, pg. 36, Fig. 3-10)

A Fig. 3.1 mostra esquematicamente a energia potencial de uma molécula como função da distância à parede para a adsorção não ativada. A molécula será atraída e assumirá uma distância média da superfície correspondente ao mínimo da energia potencial. O valor do mínimo de energia é denominado calor (ou energia) de adsorção,  $H_A$ , e este tipo de adsorção é chamado não ativada porque a molécula não precisa vencer nenhuma barreira de potencial para se aproximar da superfície e assumir sua posição de equilíbrio. A energia  $H_A$  é igual à energia de dessorção,  $E_D$ , e ambas estão ilustradas na Fig. 3.1. Dependendo do tipo de força de atração ou de ligação, há uma distinção entre adsorção física e adsorção química, também denominada quimisorção. A adsorção física envolve forças intermoleculares do tipo van der Waals ou outras de origem dipolar, que são similares às

responsáveis pela liquefação de gases.  $H_A$  tem valor similar ao do calor latente de liquefação, embora maior que ele, e é usado para descrever a formação de uma monocamada. Se a adsorção prossegue além da monocamada, formando múltiplas camadas,  $H_A$  vai mudando com o número de camadas de modo que, para muitas camadas, torna-se igual ao calor latente de liquefação do gás, e o gás na superfície, que inicialmente pode ser descrito como um líquido bi-dimensional, passa a ter características de líquido tri-dimensional. Se o gás é suficientemente densamente empacotado na superfície, seu comportamento assemelha-se ao de um sólido bi-dimensional, e quando forma múltiplas camadas, passa a ter o comportamento de um sólido. Em qualquer dos casos, o fenômeno da formação de múltiplas camadas é denominado de condensação, e tem papel importante na tecnologia de vácuo relativamente às bombas de sorção.

Na fase adsorvida, as moléculas podem ser em número suficiente para recobrir toda a superfície disponível, que corresponde ao número de saturação na formação de uma monocamada, designado  $N'_{\text{mono}}$  (moléculas/cm<sup>2</sup>). Se a superfície está parcialmente recoberta com um número  $N'$ ,

expressamos isso pela fração de ocupação  $\Theta = \frac{N'}{N'_{\text{mono}}}$  (1). A fração de superfície não recoberta

por moléculas é dada por  $1 - \Theta$ . Por exemplo, se uma superfície é recoberta com moléculas de  $N_2$ , cujo diâmetro dinâmico é  $\xi = 3,7 \text{ \AA}$ , o número de moléculas formando uma monocamada por unidade de área é

$$N'_{\text{mono}} = \frac{1}{\frac{\pi \xi^2}{4}} \approx 1,07 \cdot 10^{-15} \text{ moléculas/cm}^2.$$

Na adsorção tanto a energia livre de Helmholtz quanto a entropia diminuem, pois a adsorção ocorre espontaneamente e o gás perde um grau de liberdade no processo. Isto significa que a energia interna também diminui, indicando que a adsorção é exotérmica. As energias envolvidas na adsorção física são, em geral, pequenas, da ordem de no máximo 20 kcal/mol. Para energias maiores que esta, já entramos no campo da adsorção química. Tipicamente, os gases nobres apresentam o fenômeno de adsorção física.

No caso de adsorção química, o processo é similar à formação de um composto químico com transferência de elétrons. Depois da formação de uma monocamada fortemente ligada cobrindo praticamente toda a superfície, podemos ter quimisorção apenas em singularidades da superfície, mas podemos ter também a formação de uma nova camada por adsorção física em cima da primeira camada formada. O calor de quimisorção é, em geral, alto, podendo atingir valores da ordem de 200 kcal/mol, como acontece com a quimisorção de  $O_2$  em Ti, com  $E_D = 236 \text{ kcal/mol}$ . Normalmente na quimisorção existe uma barreira de energia, implicando adsorção ativada, como ilustrado esquematicamente pela Fig. 3.2.

No caso da Fig. 3.2, a molécula é primeiramente adsorvida, e, ao absorver energia (em geral térmica) suficiente para vencer a barreira, ela passa ao novo mínimo de energia, com posição de equilíbrio mais próxima da superfície, sem se dissociar. A energia de dessorção é  $E_D = E_A + H_C$ , com  $E_A$  a energia de ativação (barreira de energia) e  $H_C$  o calor de quimisorção. Evidentemente, a quimisorção é exotérmica também.

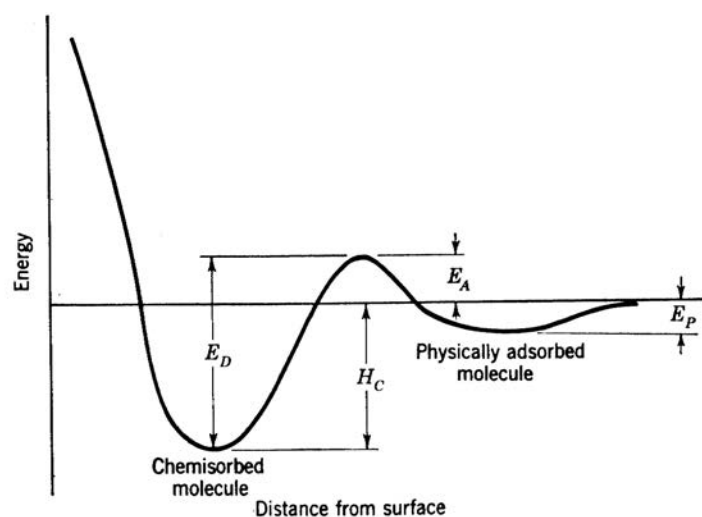


Fig. 3.2: diagrama de energia potencial de uma molécula na adsorção ativada (Lewin, pg. 37, Fig. 3-11a)

Podemos ter o caso das moléculas se dissociarem ao sofrerem a quimisorção. Isto é ilustrado pelos esquemas de energia potencial das Figs. 3.3 e 3.4.

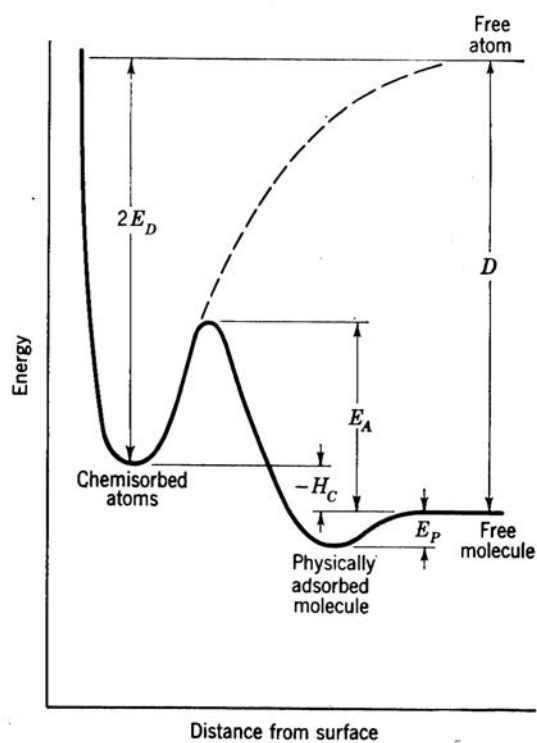


Fig. 3.3: diagrama de energia potencial de uma molécula na adsorção ativada com dissociação (Lewin, pg. 38, Fig. 3-11b)

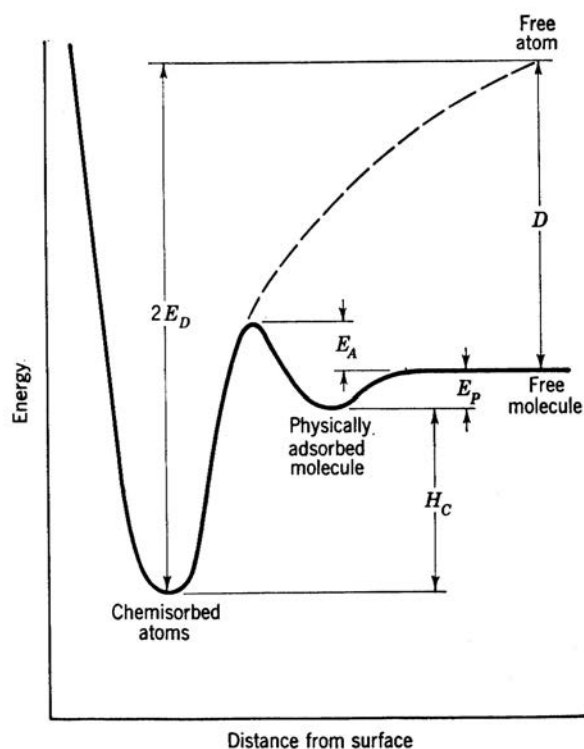


Fig. 3.4: diagrama de energia potencial de uma molécula na adsorção ativada com dissociação (Lewin, pg. 38, Fig. 3-11c)

Nestas figuras  $D$  é a energia de dissociação e  $E_D$  é a energia de ativação para a dessorção de um átomo. Se  $2E_D < D$  a sorção é endotérmica, caso ilustrado na Fig. 3.3; se  $2E_D > D$  a sorção é exotérmica, caso ilustrado na Fig. 3.4. Como exemplo, citamos o caso da adsorção de hidrogênio em tungstênio, para a qual ocorre a dissociação em átomos de hidrogênio. O calor de adsorção  $H_C$  da molécula de hidrogênio é 46 kcal/mol, e a energia de dessorção,  $D$ , vale 105 kcal/mol, resultando (Fig. 3.4) em  $2E_D = D + H_C = 151$  kcal/mol. No caso de um filamento de W aquecido em alta temperatura, a dessorção é de átomos de hidrogênio.

Os átomos (ou moléculas) adsorvidos na superfície possuem uma certa mobilidade, e podem migrar pela superfície como um gás (ou um líquido) bi-dimensional, pois a energia para ativação para a migração é, em geral, pequena. Quando dois átomos adsorvidos colidem, eles podem recombinar e dessorver como uma molécula, dando origem ao que se denomina de dessorção de segunda ordem (a primeira ordem sendo a dessorção de átomos individuais). Por exemplo, no caso de hidrogênio em W, abaixo de 1000 K predomina a dessorção de segunda ordem. Se a dessorção atômica ou molecular predomina depende de vários fatores, como a temperatura e a pressão do sistema.

É usual separar-se os fenômenos de adsorção física da adsorção química utilizando-se o valor da energia de dessorção como critério. Assim, para  $E_D \leq 20$  kcal/mol, dizemos que o processo é adsorção física; para  $E_D \geq 20$  kcal/mol, dizemos tratar-se de quimisorção. A Tabela 3.1 dá alguns exemplos de  $E_D$  para diversos pares de gás-superfície.

## Cinética de adsorção e dessorção

Após a adsorção uma molécula permanece na superfície um tempo médio que depende da energia de dessorção e da temperatura da superfície. Esse tempo médio, denominado  $t_r$ , é dado pela

expressão de Frenkel:  $t_r = \tau_0 e^{\frac{E_D}{R T}}$  (2). Nesta expressão,  $\tau_0$  é o período de oscilação da molécula na superfície, e tem valor típico ao redor de  $10^{-13}$  s. Como o valor de  $t_r$  depende exponencialmente de  $E_D$  e da temperatura  $T$ , teremos uma vasta gama de valores de  $t_r$ . Por exemplo, para Xe adsorvido em W a 20°C,  $t_r \approx 10^{-7}$  s, enquanto para N<sub>2</sub> adsorvido em Fe, também a 20°C,  $t_r \approx 10^7$  séculos !

Vamos ver agora a cinética de adsorção. A taxa segundo a qual um gás adsorve em uma dada superfície é dada por  $\frac{dN'_{ad}}{dt} = s \nu$  (3).  $N'_{ad}$  é o número de moléculas por unidade de área,  $\nu$  é a

densidade de impactos moleculares definida pela eq. 9 do Cap. 1, e  $s$  é a probabilidade de adesão de uma molécula aderir à parede quando do choque com ela. É também denominado coeficiente de adesão, sendo definido como a razão entre o número de moléculas que adsorvem por unidade de área e de tempo, e o número de moléculas que incidem na superfície por unidade de área e de tempo. Tem seus valores, portanto, entre 0 e 1. Explicitando  $\nu$  (eq. 10, Cap. 1) na eq. 2, obtemos

$$\frac{dN'_{ad}}{dt} = \frac{3,5 \cdot 10^{22}}{\sqrt{M T}} s P \quad (4).$$

Nesta equação,  $N'_{ad}$  é dada em moléculas/(cm<sup>2</sup> s),  $M$  é a massa

molecular do gás em g,  $T$  a temperatura em K e  $P$  a pressão em torr.

Consideremos uma superfície inicialmente "limpa", ou seja, sem moléculas adsorvidas, que é subitamente colocada em um ambiente à pressão  $P$ . Para  $P$  constante, a taxa  $dN'_{ad}/dt$  tem o seu valor máximo quando se inicia o processo de adsorção (quando a superfície é exposta ao gás), e diminui continuamente tendendo a um valor constante. Note que pela eq. 3 isto só é possível se  $s$ , a probabilidade de adesão, variar com  $N$ , o que efetivamente acontece. Pois à medida que mais moléculas adsorvem na superfície, menos lugares estarão disponíveis para novas adsorções, diminuindo, portanto,  $s$ . Quando o número de moléculas na superfície fica próximo do número necessário para formar uma monocamada,  $s$  tende a zero. Langmuir expressou estas considerações fazendo a hipótese que a probabilidade de adesão é diretamente proporcional à área livre, ou seja

$$s = s_0 (1 - \Theta) \quad (5),$$

com  $\Theta$  dado pela eq. 1.

Tabela 3.I: alguns valores de energia de dessorção para pares de gás-superfície.

<i>Tipo</i>	<i>Gás</i>	<i>Superfície</i>	<i>H(kcal/mol)</i>		<i>Gás</i>	<i>Superfície</i>	<i>H (kcal/mol)</i>
Adsorção Física	Xe	W	8,5		Ar	C	1,8
	Kr	W	4,5		Xe	Mo	8,0
	Ar	W	1,9		Xe	Ta	5,3
Adsorção química	Rb	W	60,0		O <sub>2</sub>	Ni	115,0
	Cs	W	64,0		H <sub>2</sub>	Fe	32,0
	B	W	140,0		N <sub>2</sub>	Fe	40,0
	Ni	Mo	48,0		H <sub>2</sub>	Ir	26,0
	Ag	Mo	35,0		H <sub>2</sub>	Co	24,0
	H <sub>2</sub>	W	46,0		H <sub>2</sub>	Pt	27,0
	O <sub>2</sub>	W	194,0			Pt	67,0
	CO	W	100,0		H <sub>2</sub>	Pd	27,0
	N <sub>2</sub>	W	85,0		H <sub>2</sub>	Ni	30,0

<i>Tipo</i>	<i>Gás</i>	<i>Superfície</i>	<i>H(kcal/mol)</i>		<i>Gás</i>	<i>Superfície</i>	<i>H (kcal/mol)</i>
	CO <sub>2</sub>	W	122,0		H <sub>2</sub>	Rh	26,0
	H <sub>2</sub>	Mo	40,0		CO	Ni	35,0
	H <sub>2</sub>	Ta	46,0		H <sub>2</sub>	Cu	8 (?)
	O <sub>2</sub>	Fe	136,0				

Vamos considerar agora a taxa de dessorção, que é dada pela razão entre o número de moléculas adsorvidas na superfície e o tempo médio de residência, ou seja

$$\frac{dN'_{des}}{dt} = \frac{N'_{ad}}{t_r} = \frac{N'_{ad}}{\tau_0} e^{-\frac{E_D}{RT}} \quad (6). \text{ Se a superfície está com } N'_0 \text{ moléculas, e se quer saber o tempo}$$

para a saída destas moléculas da superfície, basta integrar a eq. 6, obtendo-se  $N'(t) = N'_0 e^{-\frac{t}{t_r}}$  (7), que é similar ao decaimento radiativo. De acordo com esta equação, o tempo requerido para

dessorver uma monocamada de uma fração  $f = \frac{N'(t)}{N'_0}$  é dado por  $t = t_r \cdot \ln\left(\frac{1}{f}\right)$  (8).

$$\text{Multiplicando ambos os lados da eq. 6 por } kT, \text{ teremos } q_d = kT \frac{dN'_{des}}{dt} = kT \frac{N'_{ad}}{\tau_0} e^{-\frac{E_D}{RT}}$$

(9), que é uma vazão de massa por unidade de área. Usando  $k = 1,03 \cdot 10^{-22}$  torr.litro/K, essa equação

pode ser escrita como:  $q_d = 1,03 \cdot 10^{-22} \frac{TN'_{ad}}{\tau_0} e^{-\frac{E_D}{RT}}$  torr.litro/(cm<sup>2</sup> s).  $q_d$  é chamada de taxa de

degaseificação devido à dessorção. Mais adiante, veremos que uma superfície pode degaseificar não só por dessorção, mas também por processos de difusão e de evaporação.

## Equilíbrio entre as fases gasosa e adsorvida

Consideremos uma superfície em presença de um determinado gás, que irá formar uma camada adsorvida na superfície. Por outro lado, para qualquer temperatura da superfície  $T_p > 0$  K haverá dessorção de moléculas da superfície recoberta (dada por  $\Theta$ ) na taxa dada pela eq. 4 para a superfície recoberta. Ao mesmo tempo, a superfície livre  $1 - \Theta$  é continuamente bombardeada por moléculas à temperatura  $T$ , que pode ser diferente de  $T_p$ , ocorrendo adsorção delas, nesta superfície disponível, na taxa dada pela eq. 3. Obviamente, uma situação estacionária deverá se estabelecer, em que o número de moléculas aderindo à superfície disponível é igual ao número de moléculas deixando a superfície recoberta por dessorção. Portanto, nesse equilíbrio dinâmico deveremos ter ambas as taxas iguais, ou seja:

$$\Theta \left[ \frac{dN'}{dt} \right]_{des} = (1 - \Theta) \left[ \frac{dN'}{dt} \right]_{ads} \quad (10). \text{ Esta igualdade define um valor de equilíbrio dinâmico para}$$

o número de moléculas na superfície, que é uma constante para uma dada pressão e uma dada temperatura. Esse número é obtido explicitando ambos os lados da eq. 6 utilizando as eq. 3 e 4, ou seja:

$$N'_{eq} \cdot \Theta = \left( \frac{3,51 \cdot 10^{22} \tau_0 s}{\sqrt{MT}} e^{\frac{E_D}{RT_p}} \right) (1 - \Theta) P \quad (11). N'_{eq} \text{ é o valor do número de moléculas por}$$

unidade de área em equilíbrio dinâmico na superfície, e vemos que, quanto maior T, menor o seu valor. Inversamente, quanto maiores P e E<sub>D</sub>, maior o seu valor. Esta equação pode ser re-escrita na

forma  $\Theta = \frac{N'}{N'_{mono}} = \frac{P C_L}{1 + C_L P} \quad (12)$ , para a qual  $C_L = \frac{N_A s_0 \tau_r e^{\frac{E_D}{RT_p}}}{N'_{mono} \sqrt{2 \pi R T M}} \quad (13)$ . A eq. 12 é

chamada isoterma de Langmuir, e as curvas de N'<sub>eq</sub> em função de P tendo valores de T como parâmetros são chamadas isotermas de adsorção, e tem a forma geral mostrada na Fig. 3.5.

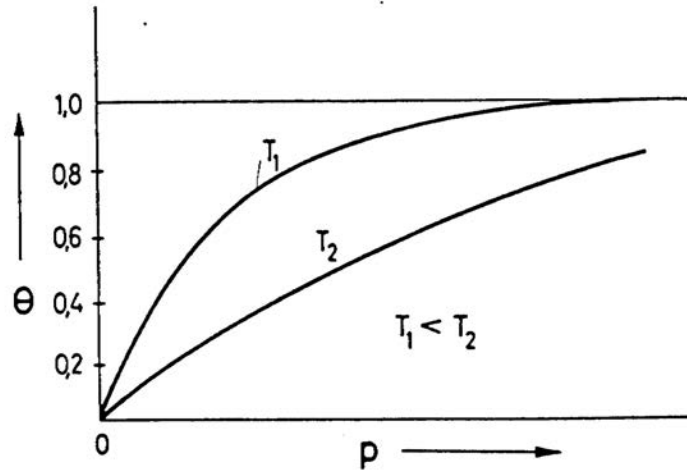


Fig. 3.5: Isotermas de adsorção (Fig. 33 Wutz, pg 65)

### Tempo para formação de monocamada

Camadas de adsorção são muito importantes em estudos de superfícies. Em geral, é necessário ter-se uma idéia do tempo para a formação de uma monocamada, e para isso lançamos mão do conceito de tempo de formação de uma monocamada, definido como o tempo requerido para a formação de uma monocamada supondo-se que todos os átomos ou moléculas que impingem a superfície aderem a ela e aí permanecem. Ou seja, nestas condições  $s = 1$ . Temos, portanto,

$$\frac{dN'_{ad}}{dt} \cdot t_{mono} = N'_{mono} \quad (14). \text{ Explicitando os diferentes termos, obtemos}$$

$$t_{mono} = \frac{N'_{mono} 4 k T \sqrt{\pi m}}{p \sqrt{8 k T}} = \frac{N'_{mono}}{p N_A} \sqrt{2 \pi M R T} \quad (15). \text{ Ou seja, o tempo para a formação de}$$

uma monocamada é diretamente proporcional à área disponível e inversamente proporcional à pressão, e é proporcional à raiz quadrada da temperatura da superfície.

### Evaporação

Além de gases (ar, na maioria das vezes), uma câmara de vácuo pode conter também outros gases que denominamos vapores. Este termo refere-se a um gás real que está abaixo de sua temperatura crítica.



Quando temos uma substância líquida ou sólida, algumas das moléculas próximo à sua superfície possuem energia cinética suficiente para escapar para a atmosfera circundante, passando a formar um gás de moléculas ou átomos da substância. Aumentando a temperatura facilita-se sobremaneira este processo. Considere um líquido contido em um cilindro Z com pistão K, como mostrado na fig. 3.6.

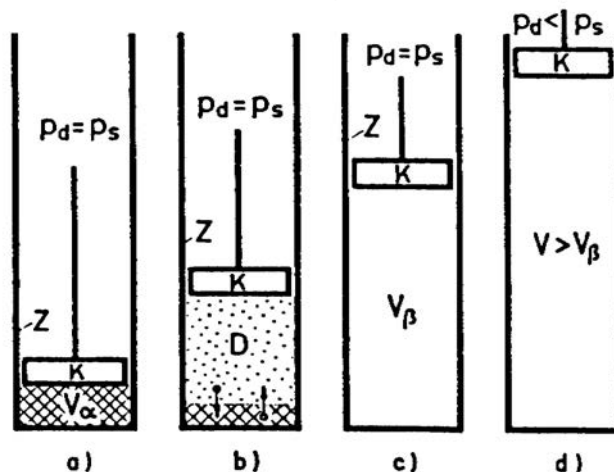


Fig. 3.6: Pressão de vapor de líquidos; a) volume preenchido com líquido; b) líquido em equilíbrio com vapor saturado; c) volume preenchido com vapor saturado; d) vapor não saturado ou super-aquecido. (Fig. 2.11 Wutz pg 38)

Se o pistão K é levantado uma certa altura, criando vácuo em cima do líquido, o volume acima do líquido será preenchido com moléculas que evaporam da superfície do líquido e passam para a fase vapor (Fig. 3.6.b). Isto acontece porque sempre se tem no líquido moléculas com velocidades grandes o suficiente para que sua energia cinética supere a energia necessária para a molécula deixar o líquido, ou seja, o calor latente de evaporação. Essas moléculas evaporadas exercem uma pressão no cilindro que é chamada pressão de vapor  $p_v$ . Qualquer molécula que se choca com a superfície do líquido aderirá a ele, ou seja, condensará (em termos de probabilidade de adesão, dizemos que  $s = 1$ ). Ambos os processos ocorrem simultaneamente, ou seja, temos sempre evaporação e condensação. Eventualmente, um equilíbrio dinâmico se estabelecerá, de modo que o número de moléculas que evaporam iguale o número de moléculas que condensam, e isto define uma densidade molecular constante, e portanto, uma pressão de vapor constante (pressão de vapor saturado). O pistão K pode ser levantado a uma altura tal que todo o líquido evapore, mas o gás ainda tem a pressão de vapor  $p_v$  (Fig. 3.6.c). Nesta situação toda a substância está na forma de vapor saturado. Se o pistão K é levantado para um altura superior a essa, o comportamento do gás passará a seguir a equação dos gases reais, ou, com boa aproximação, a equação de estado dos gases perfeitos. Neste caso, o gás terá uma pressão menor que a pressão de vapor  $p_v$  esperada para a temperatura em que se encontra, e será denominado vapor não saturado ou super-aquecido. O mesmo processo acontece com os sólidos, com a diferença que nos referimos a calor latente de sublimação ao invés de calor latente de evaporação.

Sistemas de vácuo podem conter vapores saturados e não saturados, e estes vapores mudam de estado de acordo com as condições de pressão, volume e temperatura do sistema de vácuo. Podemos dizer então:

- qualquer superfície líquida dentro do sistema de vácuo é uma fonte de vapor, e, tanto quanto qualquer líquido permaneça no sistema, a menor pressão que se consegue atingir é a pressão de vapor deste líquido para a temperatura do sistema. Por exemplo, a temperatura ambiente a

presença de água limita a pressão a  $\approx 17$  torr, enquanto que o mercúrio limita a pressão a  $\approx 10^{-3}$  torr. Isto também é verdade para sólidos, e por isso os materiais de construção de câmaras de vácuo e seus componentes devem ter pressões de vapor consistentes com a mínima pressão desejada no sistema de vácuo.

- se o vapor existente em um sistema de vácuo é comprimido como resultado de bombeamento ou medida de vácuo ou outras operações feitas no sistema, a sua pressão aumentará apenas até atingir o valor da pressão de vapor correspondente à temperatura do sistema. A partir daí, ele condensará, e isto poderá ser prejudicial a bombas de vácuo, ou levar a medidas incorretas de pressão do sistema (ver medidor tipo MacLeod abaixo).
- o abaixamento da temperatura do sistema, ou de uma parte dentro dele, reduzirá substancialmente a pressão de vapor dos gases presentes no sistema. Este fato é usado para a construção de armadilhas de nitrogênio líquido, anteparos refrigerados e bombas criogênicas (a serem discutidos a seguir).

A pressão de vapor de uma substância é dada pela equação de Clausius-Clapeyron:

$$p_v = C e^{\frac{-L_v}{RT}} \quad (16).$$

Nesta equação  $L_v$  é o calor latente de vaporização e  $C$  é uma constante. Esta

equação pode também ser escrita  $\ln p_v = A - \frac{B}{T}$  (17), com as constantes  $A$  e  $B$  aproximadamente independentes da temperatura. Curvas de pressão de vapor de diversas substâncias são dadas segundo esta expressão, colocando-se os dados em gráficos log-log, como ilustrado no final deste capítulo.

Sabendo-se o valor de  $p_v$  para um determinado sólido ou líquido a uma dada temperatura, podemos determinar qual a sua taxa de evaporação, supondo a existência do equilíbrio dinâmico acima discutido. Neste caso, podemos escrever  $\left[ \frac{dN'}{dt} \right]_{\text{evap}} = \left[ \frac{dN'}{dt} \right]_{\text{ads}}$ , o que nos dá

$$\left[ \frac{dN'}{dt} \right]_{\text{evap}} = \frac{3,51 \cdot 10^{22} s p_v}{\sqrt{MT}} \quad (18),$$

na qual  $dN'/dt$  é expresso em moléculas/(cm<sup>2</sup> s). A única

diferença entre esta equação e a equação 4 é que na eq. 18 trabalhamos com a pressão de vapor da substância. Para os metais em equilíbrio com o seu vapor  $s = 1$ . A taxa de degaseificação devida à evaporação  $q_e$  é obtida da eq. 18 multiplicando-a por  $kT$ , resultando em

$$q_e = kT \left[ \frac{dN'}{dt} \right]_{\text{evap}} = 3,6 \sqrt{MT} s p_v \quad (20).$$

## Degaseificação por difusão e permeação

É possível que o processo de produção de diversos elementos de uma câmara ou sistema de vácuo faça com que gases sejam oclusos nestes elementos. Estes gases podem estar diluídos homogeneamente no material, ou podem estar concentrados em poros (materiais fundidos ou injetados) ou em furos capilares (chapas laminadas). Em qualquer caso, por difusão os gases podem chegar à superfície e entrar no sistema de vácuo, dando origem a um fluxo de massa que deve ser levado em conta. Como a difusão é um processo termicamente ativado, o processo de retirada destes gases é facilitado elevando-se a temperatura, mas em geral é necessário empregar temperaturas mais altas que no caso de degaseificação por dessorção, o que pode ocasionar problemas com o sistema

de vácuo. É sempre preferível trabalhar-se com materiais que não contenham gases oclusos, para evitar os problemas decorrentes da degaseificação por difusão.

Outra fonte de gás para o interior de um sistema de vácuo vem do fenômeno de permeação, pelo qual o gás difunde-se do exterior para o interior da câmara através das paredes do sistema de vácuo. Isto é diferente do que acontece quando temos um vazamento, que corresponde a se ter um poro, interstício, trinca ou risco pelo qual o gás pode passar do exterior para o interior. Os dados de permeação são retirados de estudos de difusão de gases em materiais. No caso de metais, por exemplo, aços carbono ou aços inoxidáveis, a permeação de ar é perfeitamente desprezível mesmo em altas temperaturas. Por isso, a fabricação de recipientes de vácuo com estes materiais é recomendável. Em geral, o único gás a apresentar possibilidade de permeação é o hidrogênio, por causa do pequeno tamanho de seu átomo.

Temos alguns casos específicos a notar. O primeiro destes é o par hidrogênio-paládio, pois este metal apresenta alta permeação para este gás, tanto que é usado para a obtenção de hidrogênio de altíssima pureza. No caso de hidrogênio-ferro, a permeabilidade é significativamente menor, e, dada a muito pequena concentração de hidrogênio na atmosfera, a permeação de hidrogênio pode ser desprezada em sistemas de vácuo construídos com aços (a não ser para trabalho em altas temperaturas). O segundo caso específico é o de oxigênio-prata, pois este metal também apresenta alta permeabilidade para este gás. Isto pode ser explorado para se fazer a admissão de oxigênio em sistemas de vácuo.

No caso de vidros e cerâmicas, o par mais importante é o de sílica-He, que apresenta alta permeabilidade, bem maior que a permeabilidade para o hidrogênio. No caso de materiais plásticos podemos ter grandes permeabilidades para o ar, dependendo da natureza do plástico e de seu processo de fabricação. Evidentemente, a permeabilidade para o He também é alta.

No que segue, vamos designar a vazão de massa do gás proveniente dos mecanismos de difusão e permeação por  $q_D$ .

### **Degaseificação de substâncias**

Como vimos acima, em um sistema de vácuo podemos ter degaseificação pelos mecanismos de dessorção (eq. 9), por evaporação (eq. 20) e por difusão-permeação. Todos estes processos são termicamente ativados. Podemos, portanto, colocar que a taxa de degaseificação total  $q_t$  é a soma das taxas correspondentes a todos estes mecanismos, ou seja:  $q_t = q_d + q_e + q_D$  (21). Nesta equação  $q_d$  é a vazão de massa originária de dessorção e  $q_e$  a originária de evaporação.

### **Alguns gráficos e tabelas**

Colocamos a seguir gráficos de pressão de vapor para diversas substâncias, bem como alguns diagramas de permeação, e algumas tabelas de degaseificação total para algumas substâncias comumente usadas em sistemas de vácuo.

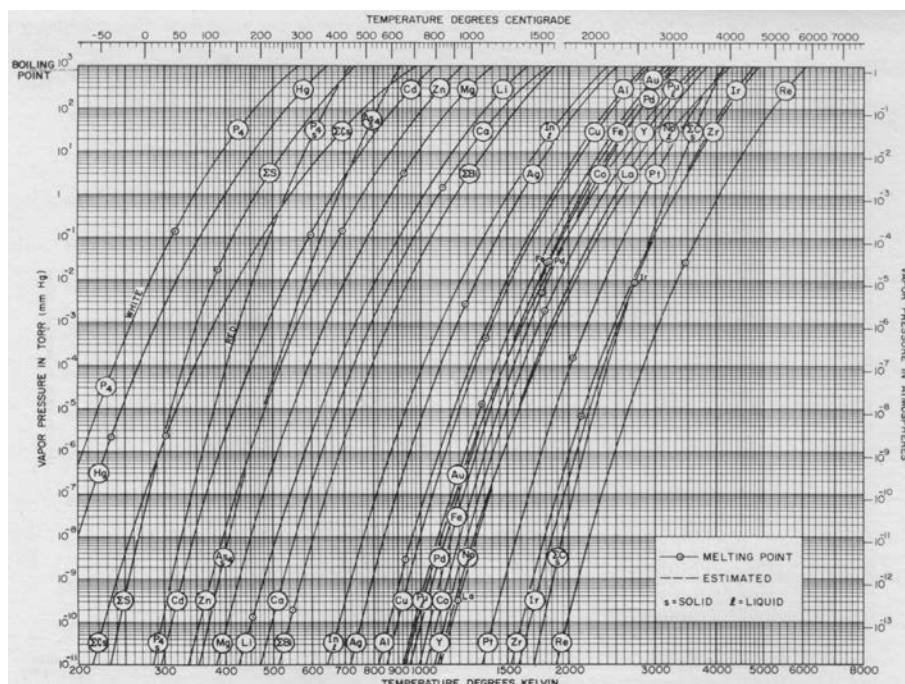


Fig. 3.7: Pressão de vapor de elementos (Fig. 4.1, pg. 157 Roth)

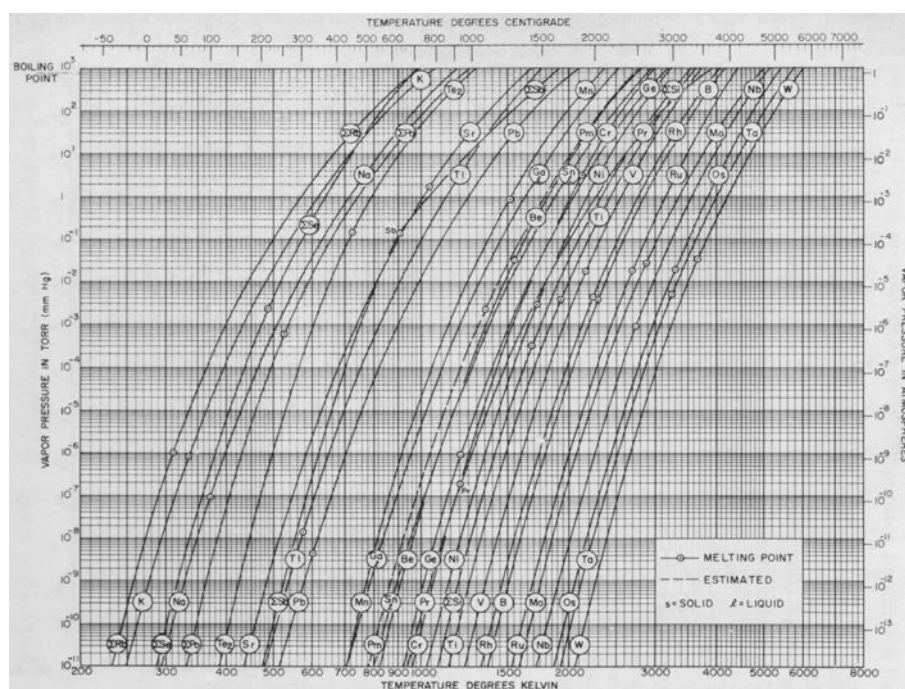


Fig. 3.8: Pressão de vapor de elementos (Fig. 4.2, pg. 158 Roth)

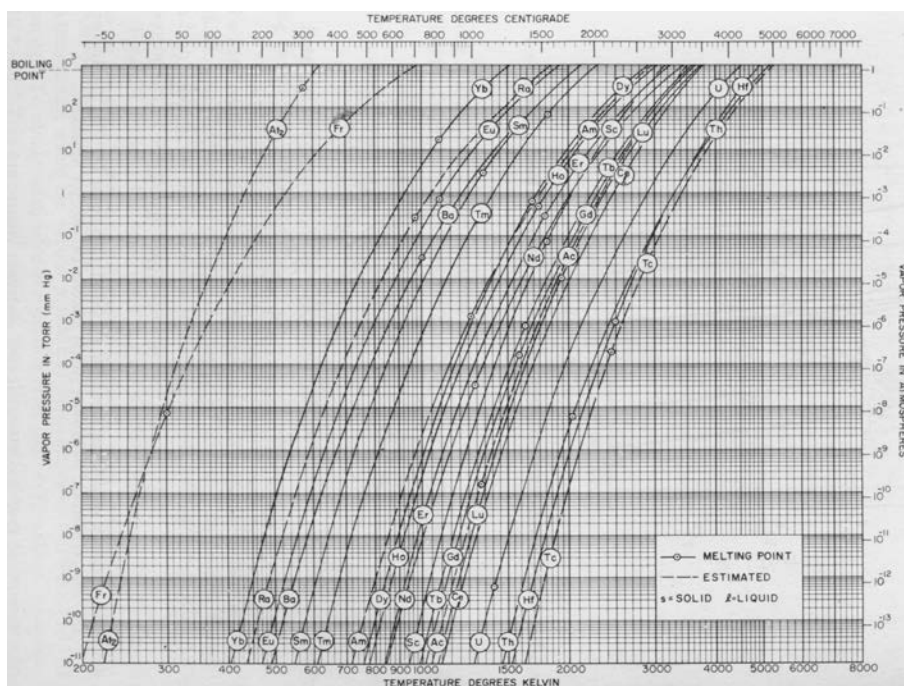


Fig. 3.9: Pressão de vapor de elementos (Fig. 4.3, pg. 159 Roth)

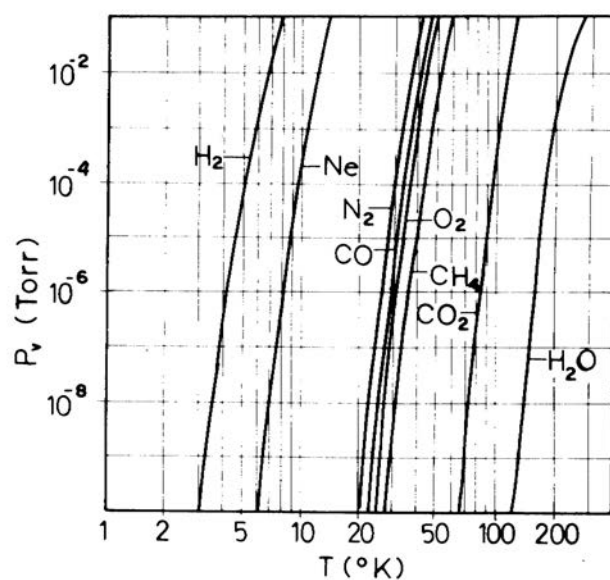


Fig. 3.10: Pressão de vapor de alguns gases (Fig. 4.4, pg. 160 Roth)

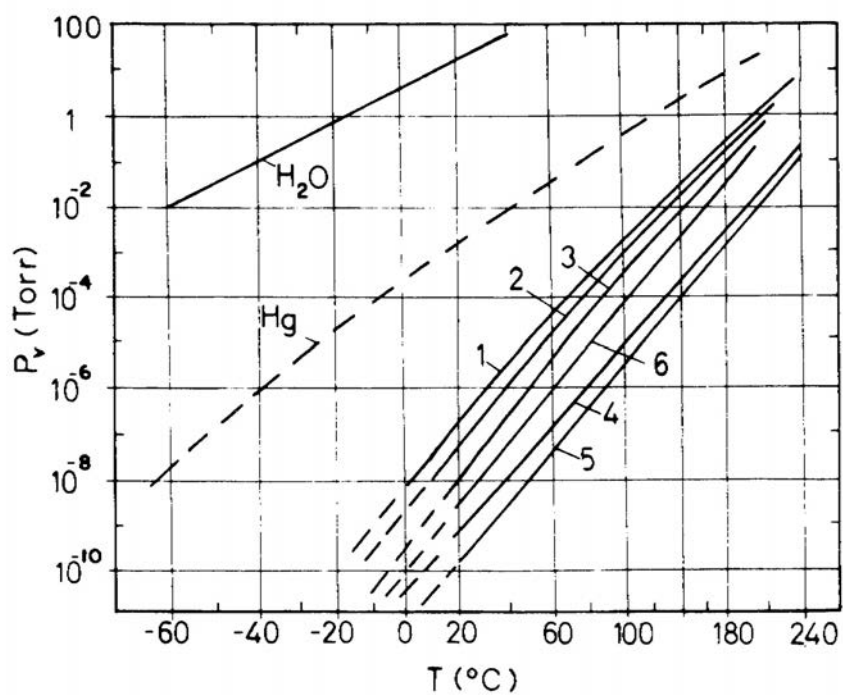


Fig. 3.11: Pressão de vapor de alguns óleos para bomba difusora: 1 – Octoil; 2 – Silicone DC-703; 3 – Silicone DC-704; 4 – Santovac 5, Convalex 10; 5 – Silicone DC-705; 6 – Apieson 6. (Fig. 4.5, pg. 160 Roth)

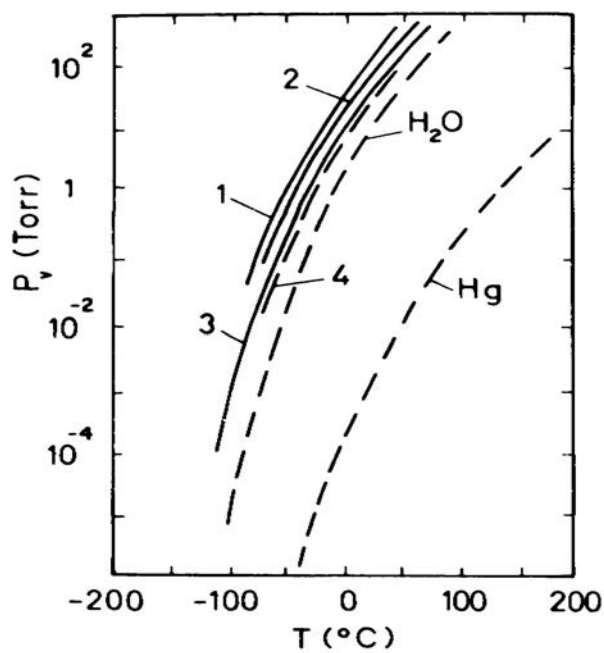


Fig. 3.12: Pressão de vapor de alguns solventes (Fig. 4.6, pg. 161 Roth)

Tabela 3.2: Taxas de degaseificação para diversos materiais por unidade de área  $j_1$  após tempo de bombeamento de 1 hora (Tab. 16.17, pg. 643 Wutz)

a) <i>Metals</i> . $j_1$ in $10^{-9}$ mbar $\ell$ s $^{-1}$ cm $^{-2}$ Range of values from fig. 16.14: $j_1 = 3 \dots 30 \cdot 10^{-9}$ mbar $\ell$ s $^{-1}$ cm $^{-2}$	
aluminium ①	6.3
aluminium, various treatments	4.1 ... 6.6
duraluminium	170
gold, wire ①	15.8
copper ①	40
copper ②	3.5
copper OFHC	18.8
copper OFHC ②	1.9
brass	400
molybdenum	5.2
titanium	4 ... 11.3
zinc	200

Various steels $j_1$ in $10^{-9}$ mbar $\ell$ s $^{-1}$ cm $^{-2}$	
mild steel	540
mild steel, slightly rusty	600
steel, descaled	307
steel, chromium plated ①	7.1
steel, chromium plated ②	9.1
steel, nickel plated ①	4.2
steel, nickel plated	2.8
steel, nickel plated ①	8.3
stainless steel	90 ... 175
stainless steel ①	13.5
stainless steel, sanded surface	8.3
stainless steel ②	1.7
stainless steel, electro-polished	4.3

b) <i>other materials</i> . $j_1$ in $10^{-8}$ mbar $\ell$ s $^{-1}$ cm $^{-2}$			
sealing Materials	values from		fig. 16.14
	Else	graph	$j_1$ from curve
Kel-F	4	—	—
neoprene	3000 ... 300	5.13	480, 210
perbunan	350	8, 9, 10	440, 300, 270
silicone	1800	20	430
silicone rubber	— —	6, 14	650, 330
vespel	90	—	—
viton ①	114	23, 27, 28	620, 380, 350
viton, degassed	0.4		
<i>Other materials</i>			
araldite, casting	120	—	—
araldite, different types	150 ... 800	12, 25, 19	150, 120, 140
plexiglass	70 ... 300	15	110
polyethylene	23	34	12
polystyrene	56	29, 30, 31	30, 27, 20
PTFE	30	—	—
pyrex glass ①	0.74	d	0.62
pyrex glass, exposed to air for one month	0.12	—	—
pyrophyllite	20	a	21
steatite	9	b	8.8

① after manufacture; ② mechanically polished

Fig. 3.13: Permeação de vários gases em metais (Fig. 13.3, pg. 507 Wutz)



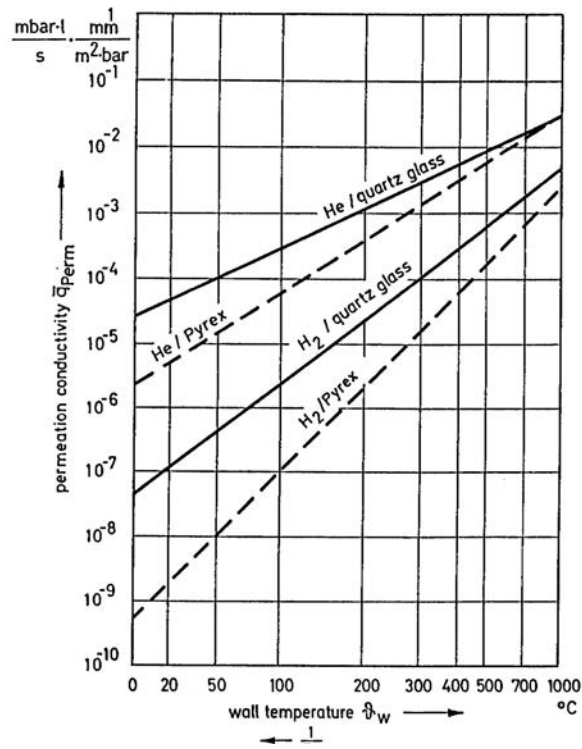


Fig. 3.14: Permeação de vários gases em vidros (Fig. 13.4, pg. 508 Wutz)

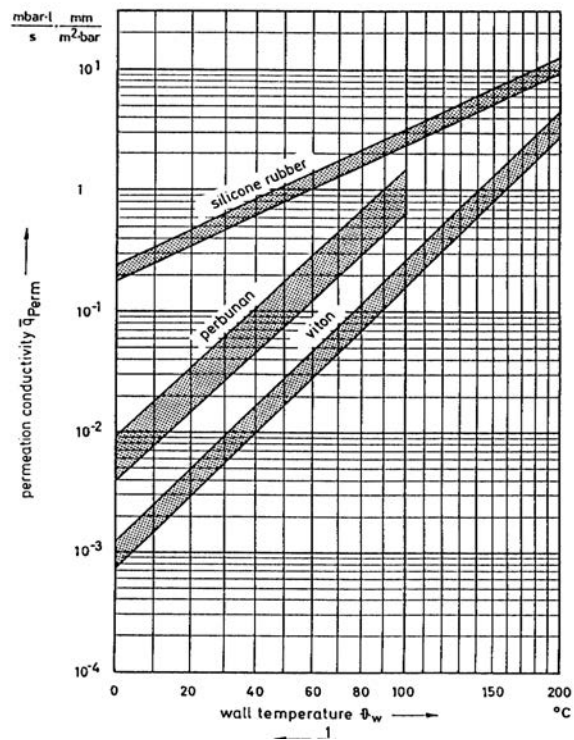


Fig. 3.15: Permeação de vários gases em elastômeros (Fig. 13.5, pg. 509 Wutz)

## Capítulo IV

### Cálculo de Sistemas de Vácuo

#### Fontes de gás em sistemas de vácuo

Um sistema de vácuo é um conjunto de componentes usados para obter, para medir e para manter o vácuo em uma câmara ou dispositivo. Qualquer sistema de vácuo consiste de uma ou mais bombas de vácuo, de medidores de vácuo e de tubos conectando-os. O sistema também deverá conter válvulas, armadilhas e/ou anteparos, selos diversos, passantes elétricos e mecânicos, e outros elementos. A Fig. 4 mostra um sistema típico para alto vácuo, como já esquematizado na Fig. 1.1, mas mostrando seus componentes em maior detalhe.

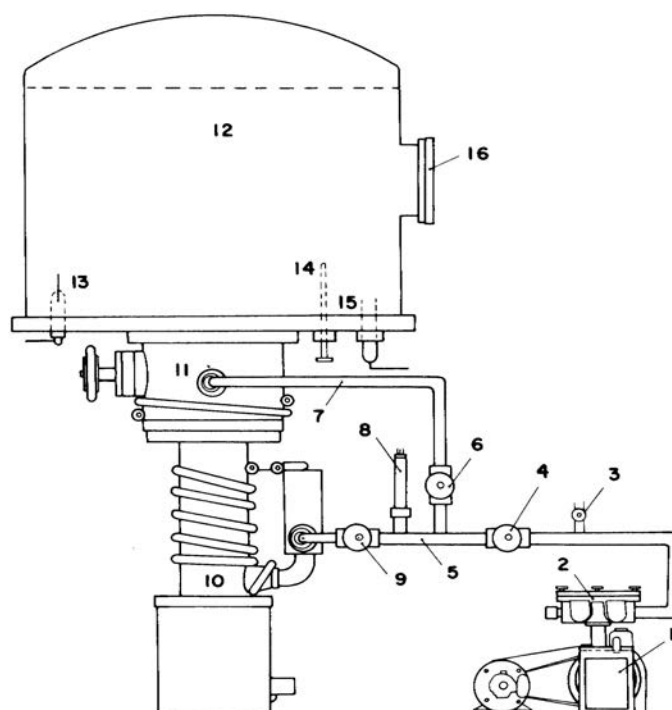


Fig. 4.1: esquema de sistema de alto vácuo. 1 – bomba rotativa (primária); 2 – armadilha para umidade; 3 – válvula para entrada de ar ("quebrar o vácuo"); 4 – válvula (para isolamento da bomba primária); 5 – linha para vácuo de apoio à difusora; 6 – válvula para vácuo primário; 7 – linha de vácuo primário; 8 – medidor de vácuo tipo Pirani; 9 – válvula para isolar a bomba difusora; 10 – bomba difusora; 11 – válvula para isolar a bomba difusora da câmara de vácuo; 12 – câmara de vácuo; 13 – passante elétrico; 14 – eixo selado; 15 – medidor de vácuo tipo Penning; 16 – janela óptica. (Fig. 3.35, pg. 124 Roth)

Para poder descrever o comportamento de um sistema de vácuo, é necessário considerar todas as possíveis fontes de gás que, a qualquer momento, poderão estar em equilíbrio com a ação das bombas de vácuo. As fontes de gás são:

- as moléculas de gás da atmosfera inicial dentro do sistema, ou seja, a fase gasosa no volume do sistema ( $Q$ )
- o gás que penetra no sistema como resultado de vazamentos ( $Q_L$ ).

- o gás proveniente de dessorção das paredes, ou seja, a fase adsorvida ( $Q_d$ ).
- os gases ou vapores originários da pressão de vapor dos diferentes materiais dentro do sistema ( $Q_{ev}$ ).
- o gás que penetra no sistema por permeação através das paredes, janelas e selos ( $Q_D$ ).

Com exceção da primeira, as demais fontes de gás são função da construção do sistema. O tópico de vazamentos é especialmente importante, e será tratado no final deste capítulo. Para a discussão a seguir, vamos considerar que a totalidade das vazões de massa  $Q_T$  destas fontes é constante para o intervalo de tempo que considerarmos, ou seja:  $Q_T = Q_L + Q_d + Q_{ev} + Q_D = \text{cte}$  (1).

### Bombeamento no regime viscoso

Vamos supor que a velocidade de bombeamento  $S_b$  das bombas (ou bomba) é constante no intervalo de pressões de interesse. Como estamos tratando do regime viscoso, a menor pressão a ser atingida deverá estar ao redor de  $10^{-2}$  torr, o que usualmente pode ser conseguido utilizando-se uma bomba mecânica. De acordo com a eq. 13 do Cap. 2, a velocidade de bombeamento  $S$  obtida na boca da câmara através da condutância  $C$  ligando-a à bomba é dada por  $S = \frac{S_b \cdot C}{S_b + C}$  (2). Se a pressão é suficientemente alta para termos fluxo viscoso, a condutância do tubo ligando a bomba à câmara é dada

pela eq. 33 do Cap. 2, ou seja:  $C = \frac{\pi}{128} \frac{D^4}{\eta L} \bar{P} = E \cdot \bar{P} = E \frac{(P + P_b)}{2}$  (3), com  $E = \frac{\pi}{128} \frac{D^4}{\eta L}$ ,  $P$  a pressão na câmara e  $P_b$  a pressão na entrada da bomba. Substituindo a eq. 3 na eq. 2, obtemos

$$S = \frac{S_b E \left( \frac{P + P_b}{2} \right)}{S_b + E \left( \frac{P + P_b}{2} \right)} \quad (4), \quad \text{da qual obtemos a vazão de massa}$$

$$Q = PS = \frac{P S_b E \left( \frac{P + P_b}{2} \right)}{S_b + E \left( \frac{P + P_b}{2} \right)} = -V \frac{dP}{dt} \quad (5). \text{ Nesta equação } V \text{ é o volume da câmara, e estamos}$$

desprezando  $Q_T$  por ser desprezível frente a  $Q$ . Como  $P_b$  também é uma função de  $P$ , escrevemos

$$Q = P_b S_b = -V \frac{dP}{dt} \quad (6), \text{ uma vez que a vazão de massa é a mesma em todas as partes do sistema}$$

de vácuo (sistema em série). Ou seja,  $P_b = \frac{-V}{S_b} \frac{dP}{dt}$  (7), e levando esta expressão à eq. 5,

$$\text{obtemos} \quad -\left( \frac{V}{S_b} \right)^2 \left( \frac{dP}{dt} \right)^2 + \frac{2V}{E} \left( \frac{dP}{dt} \right) + P^2 = 0 \quad (8). \text{ Colocando } A = \frac{2V}{E}, \text{ e } B = \left( \frac{V}{S_b} \right)^2 \text{ e}$$

resolvendo a equação 8, obtemos  $\frac{dP}{dt} = \frac{-A \pm \sqrt{(A^2 + 4 B P^2)}}{-2 B}$  (9). Uma vez que a pressão

decrece com o tempo, apenas a solução com  $\frac{dP}{dt} < 0$  é real, temos

$$2 B \frac{dP}{A - \sqrt{(A^2 + 4 B P^2)}} = dt \quad (10), \text{ ou seja, } -2B \frac{A + \sqrt{(A^2 + 4 B P^2)}}{-4 B P^2} dP = dt \quad (11).$$

Integrando esta equação, obtemos

$$t = \frac{A}{2P} + \sqrt{B} \left[ \frac{\sqrt{\left(\frac{A^2}{4B} + P^2\right)}}{P} - \ln \left[ P + \sqrt{\frac{A^2}{4B} + P^2} \right] \right] + K \quad (12),$$

com  $K$  = constante de integração. Usando a condição de contorno que para  $t = 0$   $P = P_i$  (a pressão

inicial), obtemos  $K = \sqrt{B} \left[ \ln \left[ P_i + \sqrt{\frac{A^2}{4B} + P_i^2} \right] - \frac{\sqrt{\left(\frac{A^2}{4B} + P_i^2\right)}}{P_i} \right] - \frac{A}{2P_i}$  (13). Como

$$\frac{A^2}{4B} = \frac{\left(\frac{2V}{E}\right)^2}{\left(\frac{2V}{S_b}\right)^2} = \left(\frac{S_b}{E}\right)^2 \quad (14), \quad \text{temos}$$

$$\frac{t}{V} = \frac{1}{E} \left[ \frac{1}{P} - \frac{1}{P_i} \right] + \frac{1}{S_b} \left[ \frac{\sqrt{\left(\frac{S_b}{E}\right)^2 + P^2}}{P} - \frac{\sqrt{\left(\frac{S_b}{E}\right)^2 + P_i^2}}{P_i} \right] + \frac{1}{S_b} \left[ \ln \left( \frac{P_i + \sqrt{\left(\frac{S_b}{E}\right)^2 + P_i^2}}{P + \sqrt{\left(\frac{S_b}{E}\right)^2 + P^2}} \right) \right] \quad (14).$$

Esta equação é colocada, na Fig. 4.2, em forma de gráfico, parametrizada pelo parâmetro

$$\frac{D^4}{L} = \frac{128}{\pi} \eta E \quad (15) \text{ e considerando } P_i = 760 \text{ torr e } P = 7,6 \cdot 10^{-2} \text{ torr, que é o intervalo de pressões}$$

para o qual se pode considerar o escoamento do gás como viscoso.

Se um volume  $V = 100$  l é evacuado por uma bomba com velocidade de bombeamento de  $S_b$  = 2 l/s através de um tubo de diâmetro  $D = 2$  cm e comprimento  $L = 200$  cm, então  $\frac{D^4}{L} = 8 \cdot 10^{-2}$

cm<sup>3</sup>. Na curva rotulada  $8 \cdot 10^{-2}$  na Fig. 4.2 obtemos, para  $S_b = 2$  l/s,  $\frac{t}{V} = 6$  s/l. Assim, o tempo requerido para o volume de 100 l é  $t = 600$  s. Se a câmara é ligada diretamente à bomba, sem a intermediação do tubo, a linha  $\frac{D^4}{L} \rightarrow \infty$  fornece  $\frac{t}{V} = 4,5$  s, ou seja, para o volume de 100 l, o tempo agora é 450 s. É interessante notar que quando a bomba é ligada diretamente à câmara,  $L = 0$

e  $E \rightarrow \infty$ , e a eq. 14 reduz-se a  $t = \left(\frac{V}{S_b}\right) \ln \left(\frac{P_i}{P}\right)$  (16), que é a mesma equação que descreve o tempo de bombeamento no escoamento molecular, para o qual a condutância não é função da pressão.

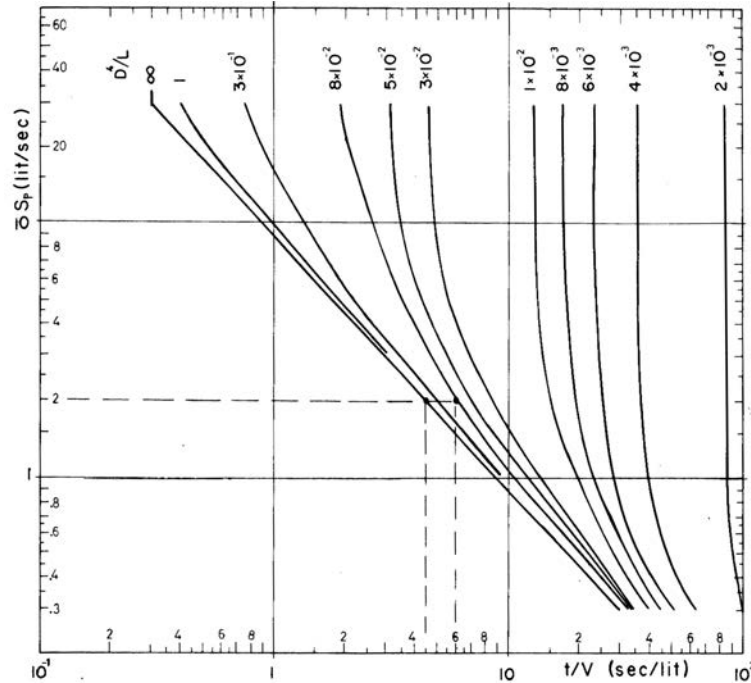


Fig. 4.2: Tempo requerido para abaixar a pressão de 760 torr até  $7,6 \cdot 10^{-2}$  torr em um volume  $V$  (l) conectado por tubo de diâmetro  $D$  (cm) e comprimento  $L$  (cm) a uma bomba de velocidade de bombeamento  $S_p$  (l/s). (Fig. 3.36, pg. 127 Roth)

### Bombeamento no regime molecular

Neste regime o bombeamento é limitado pelo equilíbrio entre a vazão de massa residual  $Q_T$  (eq. 1) e a velocidade de bombeamento da bomba empregada tanto na própria bomba quanto na câmara que está sendo evacuada. Chamamos de carga de gás a soma de  $Q_T$  com o gás que vem do processo em si sendo realizado dentro da câmara de vácuo (secagem a vácuo, degaseificação, etc). No que se segue, vamos considerar apenas  $Q_T$  como definido pela equação 1. Aqui, é necessário levar em conta uma outra contribuição para a carga de gás, a que vem da bomba propriamente, e que é constituída de vazamentos no corpo da bomba e retro-difusão do fluido de bombeamento da bomba (se ele existe) ou retro-difusão dos gases bombeados pela bomba, o que pode acontecer em pressões muito baixas. Vamos designar este retro-fluxo de  $Q_0$ . Se a velocidade de bombeamento teórica (nominal) é  $S_t$ , a vazão de massa será

$$Q = S_t P_b - Q_0 = S_t P_b \left(1 - \frac{Q_0}{S_t P_b}\right) \quad (17), \text{ para a qual } P_b \text{ é a pressão na boca da bomba. A menor}$$

pressão  $P_0$  que a bomba atingirá será quando a vazão de massa  $Q = 0$ , ou seja,  $Q_0 = S_t P_0$  (18). A velocidade real de bombeamento da bomba  $S_b$  será dada por

$$S_b = \frac{Q}{P_b} = S_t \left( 1 - \frac{Q_0}{S_t P_b} \right) = S_t \left( 1 - \frac{P_0}{P_b} \right) \quad (19). \text{ Na câmara de vácuo, a velocidade de}$$

bombeamento é  $S = \frac{S_b \cdot C}{S_b + C}$  (20), e a carga de gás é  $Q_T$  dada pela eq. 1. Portanto, a vazão de

massa na câmara é  $Q = S P = P \frac{S_b C}{S_b + C} = -V \left( \frac{dP}{dt} \right) + Q_T$  (21). Ou seja, podemos escrever

$$Q = -V \left( \frac{dP}{dt} \right) + Q_T = S_t (P_T - P_0) \quad (22), \text{ e como } S_b P_b = S P = \left( \frac{S_b C}{S_b + C} \right) P \quad (23), \text{ temos que}$$

$$-\frac{dt}{V} = \frac{\left( 1 + \frac{S_b}{C} \right)}{S_t} \frac{dP}{\left( P - \left( 1 + \frac{S_b}{C} \right) P_0 - \left( 1 + \frac{S_b}{C} \right) \frac{Q_T}{S_t} \right)} \quad (24). \text{ Desta equação podemos obter o}$$

tempo requerido para abaixar a pressão do seu valor inicial  $P_i$  ao valor  $P$ , que é dado por

$$t = \frac{V}{S_t} \left( 1 + \frac{S_b}{C} \right) \ln \left( \frac{P_i - \left( 1 + \frac{S_b}{C} \right) P_0 - \left( 1 + \frac{S_b}{C} \right) \frac{Q_T}{S_t}}{P - \left( 1 + \frac{S_b}{C} \right) P_0 - \left( 1 + \frac{S_b}{C} \right) \frac{Q_T}{S_t}} \right) \quad (25). \text{ A pressão alcançada após o}$$

tempo  $t$  é dada por

$$P = \left[ P_i - \left( 1 + \frac{S_b}{C} \right) P_0 - \left( 1 + \frac{S_b}{C} \right) \frac{Q_T}{S_t} \right] \exp \left( \frac{-\left( \frac{S_t}{V} \right) t}{\left( 1 + \frac{S_b}{C} \right)} \right) + \left( 1 + \frac{S_b}{C} \right) P_0 + \left( 1 + \frac{S_b}{C} \right) \frac{Q_T}{S_t} \quad (26).$$

Se a condutância  $C$  é muito grande, isto é, se  $\frac{S_b}{C} \ll 1$ , e se a pressão mais baixa atingível na

bomba (pressão final) devido à carga de gás é  $P_{u,b} = \frac{Q_T}{S_t}$  as equações 25 e 26 podem ser re-escritas como

$$t = \frac{V}{S_t} \ln \left( \frac{P_i - P_0 - P_{u,b}}{P - P_0 - P_{u,b}} \right) \quad (27) \text{ e } P = (P_i - P_0 - P_{u,b}) e^{\left( -\frac{S_t}{V} t \right)} + P_0 + P_{u,b} \quad (28).$$

Quando uma condutância  $C$  liga a bomba à câmara, a pressão final na câmara  $P_u$  devido à carga de gás é dada por

$$P_u = \frac{Q_T}{S} = Q_T \frac{(S_b + C)}{S_b C} = \frac{\left(1 + \frac{S_b}{C}\right)}{\left(1 - \frac{P_0}{P_b}\right)} P_{u,b} \quad (29).$$

Levando esta última equação na equação 25,

obtemos

$$t = \frac{V}{S_t} \left(1 + \frac{S_t}{C}\right) \ln \left[ \frac{P_i - \left(1 + \frac{S_b}{C}\right) P_0 - \left(1 - \frac{P_0}{P_b}\right) P_u}{P - \left(1 + \frac{S_b}{C}\right) P_0 - \left(1 - \frac{P_0}{P_b}\right) P_u} \right] \quad (30),$$

que, para um sistema para o qual a

pressão mais baixa da bomba  $P_0$  é muito menor que  $P_u$  (e  $P_b$ ), torna-se

$$t = \frac{V}{S_t} \left(1 + \frac{S_t}{C}\right) \ln \left[ \frac{P_i - P_u}{P - P_u} \right] \quad (31).$$

Integrando a equação 21 considerando  $S_b$  constante e independente de  $P$ , obtemos

$$t = \frac{V}{S_b} \left(1 + \frac{S_b}{C}\right) \ln \left[ \frac{P_i - P_u}{P - P_u} \right] \quad (32),$$

que é idêntica à eq. 31, a menos que na eq. 31 consideramos

a velocidade teórica de bombeamento  $S_t$ , e na eq. 32 consideramos a velocidade efetiva de bombeamento  $S_b$ . Explicitando a pressão  $P$ , obtemos

$$P = (P_i - P_u) e^{\left( \frac{-\frac{S_b}{V} t}{1 + \frac{S_b}{C}} \right)} + P_u \quad (33).$$

Esta equação mostra que após um longo tempo de bombeamento a pressão tende à pressão final  $P_u$  determinada pela carga de gás (eq. 29). Ou seja, a eq. 33 descreve tanto o bombeamento transiente dado por  $P = P_i e^{-\frac{S_b}{V} t}$  (34) quanto o estado

estacionário final dado por  $P = P_u = \frac{Q_T}{S}$  (35). Esta última relação diz que teremos uma pressão

final constante se  $Q_T$  é constante, provocado por um vazamento, por exemplo, ou uma pressão final decrescente no tempo se  $Q_T$  é variável, como quando não temos vazamento e a carga do gás é devida à dessorção ou permeação. A fig. 4.3 ilustra ambos os casos.

A Fig. 4.3 ilustra também o significado das diferentes constantes de tempo que caracterizam o sistema de vácuo. Estas constantes de tempo dão o tempo para reduzir a pressão de uma dada

fração. O tempo requerido para reduzir a pressão a  $e^{-1} = 0,367$  do valor original é  $\tau = \frac{V}{S}$  (36), e

será chamada de constante de tempo do sistema. O tempo para reduzir a pressão à metade do valor inicial, a meia-vida, é dado por  $\tau_{1/2} = 0,693 \frac{V}{S} = 0,693 \tau$  (37), e o tempo para reduzir a pressão a

0,1 do valor inicial (reduzir de uma década) é dado por  $\tau_{1/10} = 2,3 \frac{V}{S} = 2,3 \tau$  (38). Note que

todos estes tempos são diretamente proporcionais ao volume sendo bombeado e são inversamente proporcionais à velocidade de bombeamento, o que é intuitivo.

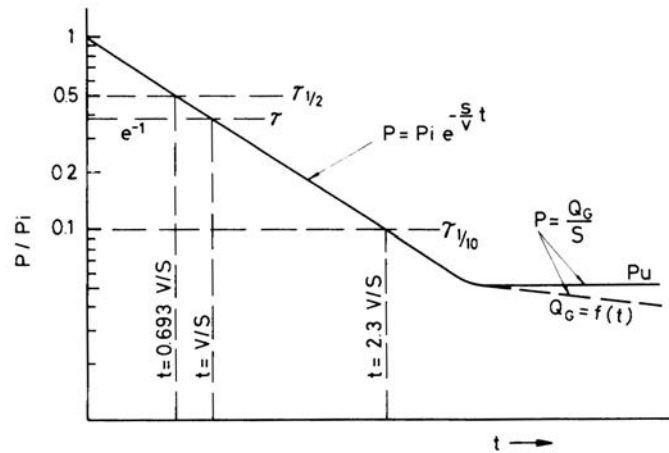


Fig. 4.3: Variação da pressão no regime transiente e no regime estacionário (fig. 3.37, pg. 130 Roth)

### Estado estacionário com carga de gás distribuída

A pressão final de estado estacionário em um sistema de vácuo é dada pela eq. 35. No caso de uma câmara, a pressão é uniforme. No entanto, se temos um tubo comprido, de modo que a carga de gás é distribuída ao longo do tubo, o estado estacionário é caracterizado por um gradiente de pressão ao longo do tubo.

Consideremos a Fig. 4.4a, onde se mostra que a bomba está evacuando um tubo longo fechado

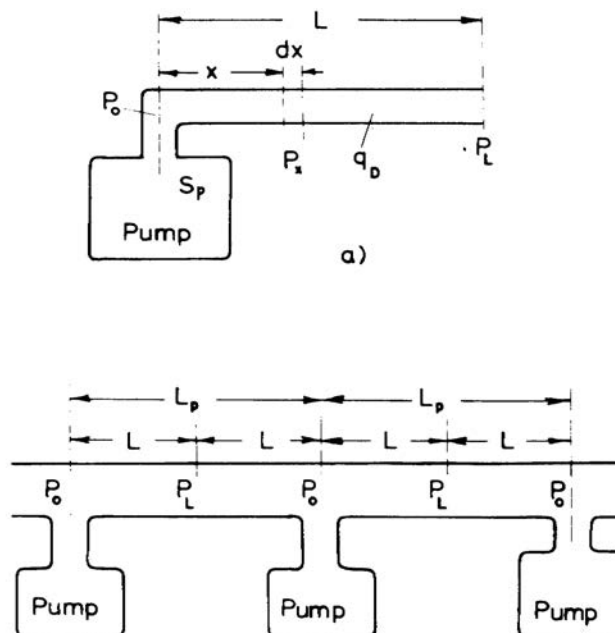


Fig. 4.4: Carga de gás distribuída a) em sistema fechado em um lado; b) sistema aberto longo (Fig. 3.38 pg. 132 Roth)

em uma extremidade, de condutância  $C$  e comprimento  $L$ . Vamos designar a taxa de degaseificação



por unidade de área por  $q_d$ . A carga de gás devida a um trecho elementar de comprimento  $dx$  é dada por  $-dQ = q_d B dx$  (39). Nesta equação  $B$  designa a medida do perímetro do tubo, e o sinal negativo indica fluxo na direção  $-x$ . A vazão de massa no elemento  $dx$  é  $Q = C \left( \frac{L}{dx} \right) dP$  (40).

Diferenciando esta expressão, obtemos  $dQ = C L \frac{d^2 P}{dx^2} dx$  (41). Da igualdade das eq. 39 e 41,

obtemos  $\frac{d^2 P}{dx^2} = -\frac{q_d B}{C L}$  (42). Integrando, obtemos  $\frac{dP}{dx} = -\frac{q_d B}{C L} x + K_1$  (43), com  $K_1$

constante de integração. Podemos usar a condição de contorno que, na extremidade do tubo  $x = L$

$\frac{dP}{dx} = 0 \rightarrow K_1 = \frac{q_d B}{C}$  (44). Assim, a equação 43 fica

$\frac{dP}{dx} = -\frac{q_d B}{C L} x + \frac{q_d B}{C} = \frac{q_d B}{C} \left( 1 + \frac{x}{L} \right)$  (45). Integrando novamente, obtemos

$P(x) = -\frac{q_d B}{2 C L} x^2 + \frac{q_d B}{C} x + K_2$  (46). Outra condição de contorno é que, na boca da bomba, a

pressão é  $P_0 = \frac{q_d B L}{S_b} = K_2$  (47). Ou seja, a equação 46 pode ser re-escrita

$P(x) = q_d B \left( \frac{L}{S_b} + \frac{x}{C} - \frac{x^2}{2 C L} \right)$  (48). Esta equação mostra que a distribuição de pressão ao

longo do tubo é parabólica, sendo máxima na extremidade fechada, com o valor dado por

$P_L = q_d B L \left( \frac{1}{S_b} + \frac{1}{2 C} \right)$  (49). A queda de pressão é entre uma posição  $x$  e a bomba é dada por

$P(x) - P_0 = q_d B \left( \frac{x}{C} - \frac{x^2}{2 C L} \right)$  (50) enquanto a queda de pressão para todo o tubo é dada por

$P(L) - P_0 = \frac{q_d B L}{2 C}$  (51), que mostra que esta queda de pressão é independente da velocidade de

bombeamento, ou seja, mesmo utilizando uma bomba muito grande, a pressão não cairá abaixo dos valores dados pelas equações 50 e 51. Por esta razão, o bombeamento de tubos longos, por exemplo, para aceleradores de partículas, deve ser feito colocando-se um certo número de bombas ao longo do comprimento do tubo. O número de bombas, o seu tipo e a queda de pressão são interligados pelas equações 47 a 51. Se o tipo de bomba é conhecido (escolhido), o espaçamento  $L_p$

entre bombas adjacentes (Fig. 4.5b) pode ser determinado da eq. 47 como sendo  $L_p = \frac{P_0 S_b}{q_d B}$  (52),

e, usando  $L = \frac{L_p}{2}$  (53), obtém-se da eq. 51 a queda de pressão.

Se a queda de pressão  $P_L - P_0$  é dada, a distância entre as bombas  $L_p = 2 L$  pode ser obtida da eq. 51 colocando-se nesta a condutância  $C$ . O valor de  $L_p$  determina então, pela eq. 47, o tipo de bomba ( $P_0, S_b$ ) a ser usada.

## Capítulo V

### Detecção de Vazamentos

#### Introdução

Em décadas recentes as exigências relativas à estanqueidade de câmaras, sistemas de vácuo e plantas de vácuo aumentaram consideravelmente. O teste de vazamento, como é usualmente denominado o teste de estanqueidade, não é somente aplicável a sistemas de vácuo, mas também a uma ampla gama de produtos industriais, como vasos de pressão para gases e líquidos, refrigeradores e freezers, e produtos especiais como relês, termostatos e componentes eletrônicos. Pacotes, canecas metálicas, caixas e materiais plásticos de todos os tipos exigem cada vez mais testes de estanqueidade a fim de poderem ser transportados pelos diversos meios disponíveis na nossa sociedade (correios, via aérea, trens, etc.) sem oferecer perigo devido a vazamentos de substâncias venenosas, radioativas ou quimicamente reativas, e também protegendo o meio ambiente. Usualmente, não só é necessário determinar-se a estanqueidade de um sistema, mas, no caso de comprovação de vazamento, também é necessário determinar-se a sua magnitude, se é de múltipla origem e sua localização precisa, de modo a se poder retirá-lo.

Idealmente, uma câmara de vácuo deveria manter para sempre a pressão final atingida durante o bombeamento após ser isolada da bomba de vácuo. No entanto, a experiência mostra que toda câmara real apresenta um aumento de pressão após ser isolada do sistema de bombas. O aumento de pressão observado provém do gás que se origina das paredes por dessorção ou por permeação, ou então de vazamentos propriamente ditos. Por vazamentos entendemos a entrada de ar na câmara através de um pequeno orifício na parede, de uma pequena fenda ou trinca em alguma junta soldada ou de um risco radial na superfície de uma flange ou em um canal de anel de vedação. Podemos ter também conjuntos de poros, denominados porosidade, originária de processos de manufatura ou de oxidação na soldagem dos materiais da câmara. Estes caminhos de penetração do gás externo na câmara podem ser pequenos, quando o fluxo de gás é pequeno, ou vice-versa. Para poder-se dizer se um vazamento é grande ou pequeno, se ele pode ser tolerado ou não em um sistema de vácuo, é necessário ter uma maneira quantitativa de se dizer se ele é pequeno ou grande. Para isso, usamos o conceito de taxa de vazamento, definida como sendo a quantidade de gás entrando na unidade de tempo no sistema ou câmara de vácuo. Uma maneira muito conveniente de medir a quantidade de gás é a mesma da vazão de massa, exprimindo o fluxo de massa do gás em unidades como torr.l/s ou torr.cm<sup>3</sup>/s. Indiretamente, a taxa de vazamento também pode ser expressa pelo aumento de pressão no sistema em um determinado intervalo de tempo por unidade de volume do sistema. Algumas vezes se usa também o tempo necessário para uma determinada quantidade de gás entrar no sistema pelo vazamento. A tabela 5.1 compara algumas das especificações usuais.

O fato de uma câmara possuir vazamentos não a torna, necessariamente, imprestável para ser usada como câmara de vácuo. A decisão de usá-la ou não vai depender da pressão de trabalho e do processo a ser realizado nesta câmara. Se a pressão final de trabalho é relativamente alta, como ocorre para trabalho em baixo vácuo, e o vazamento é pequeno, de modo que não impeça atingir-se a pressão de trabalho em tempo razoável, e o processo a ser realizado não é afetado pela presença de ar e umidade que continuamente estão a adentrar a câmara, então o vazamento é tolerável, e não há necessidade de se dispendir tempo e esforço em localizá-lo e depois saná-lo. No entanto, se o vazamento impede atingir-se a pressão de trabalho, ou se faz com que o tempo para atingi-la fique

muito grande, e se o processo a se realizar na câmara é afetado pela contínua entrada de gás e umidade, então é imperativo localizar-se e sanar-se o vazamento.

Tabela 5.1 : especificações sobre taxas de vazamento (tab. 7.25, pg 439, Roth.)

Leak rate specifications.

Leak rate* Torr·l/sec	Pressure rise in 1 litre volume	Time for 1 micron pressure rise/litre	Time for 1 cm <sup>3</sup> STP gas inflow	Equivalent opening
$10^{-3}$	1 $\mu$ /sec	1 sec	12.7 min	Rectangular slit with 1 cm width, 0.1 mm height and 1 cm depth
$10^{-4}$	6 $\mu$ /min	10 sec	2.1 hr	Rectangular slit with 1 cm width, 30 $\mu$ height and 1 cm depth
$10^{-5}$	36 $\mu$ /hr	1.66 min	21 hr	Capillary 1 cm long and 7 $\mu$ dia
$10^{-6}$	3.6 $\mu$ /hr	16.6 min	8.7 days	Capillary 1 cm long $\mu$ 4 dia
$10^{-7}$	8.6 $\mu$ /day (24hr)	2.77 hr	87 days	Capillary 1 cm long 1.8 $\mu$ dia
$10^{-8}$	0.86 $\mu$ /day	27.7 hr	2.4 yr	Capillary 1 cm long 0.8 $\mu$ dia
$10^{-9}$	31 $\mu$ /yr	11.6 days	24 yr	Capillary 1 cm long 0.4 $\mu$ dia
$10^{-10}$	3 $\mu$ /yr	116 days	240 yr	Capillary 1 cm long 0.2 $\mu$ dia

\*Conversion factors to other units, see table 3.3.

Em geral, havendo suspeita de vazamento, é necessário determinar-se se ele realmente existe. Em geral, a colocação em gráfico do valor da pressão em função do tempo pode ajudar nesta identificação (Fig. 5.1).

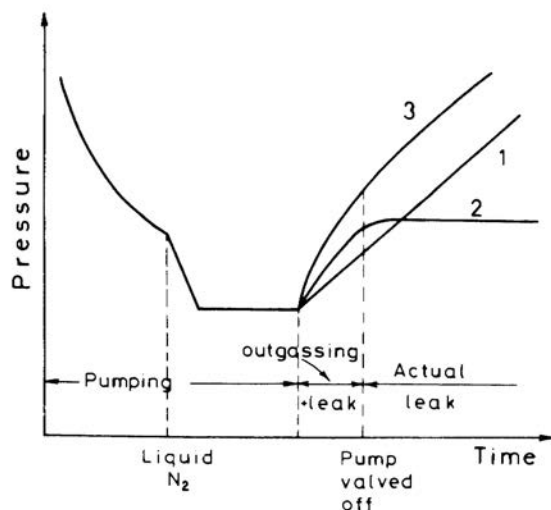


Fig. 5.1: Curvas pressão versus tempo (fig. 7.69, pg. 441, Roth)

Inicialmente o sistema é evacuado a uma pressão mínima estável (eventualmente utilizando-se uma armadilha de nitrogênio líquido, se for o caso, para minimizar o efeito de vapores presentes no sistema). Quando a pressão se estabiliza, a bomba (ou sistema de bombeamento) é isolada(o) da câmara, e os valores de pressão em função do tempo são graficados por um tempo suficientemente

longo. Se o aumento de pressão é provocado apenas por vazamento, a pressão aumentará linearmente, como mostrado pela curva 1 da Fig. 5.1. Se for originário de dessorção, teremos uma curva que mostra saturação, como a curva 2 da Fig. 5.1. Se ambos os mecanismos estiverem presentes, a curva resultante será a composição das duas anteriores, como a curva 3 da Fig. 5.1. Este critério para a determinação da existência de vazamentos é algo subjetivo, e não permite distinguir um vazamento real de um assim denominado vazamento virtual, que corresponde a se ter dentro do sistema de vácuo uma fonte de gás proveniente de pequenos reservatórios ou pequenas cavidades isolados da câmara principal por impedâncias relativamente grandes, tais como pequenos canais porosos, ou aberturas de pequeno diâmetro (por exemplo, roscas de parafusos). Estas pequenas cavidades demandam tempo muito maior para serem evacuadas que a câmara grande, e podem dar origem a aumentos de pressão, durante os testes de vazamentos, idênticos aos observados para vazamentos verdadeiros. Evitar a presença de vazamentos virtuais é função de um bom projeto para a câmara de vácuo.

### Medidas de taxas de vazamentos

Em geral, a medida da taxa de vazamento diz respeito ao vazamento total de uma câmara, embora muitas vezes seja necessário especificar a taxa de vazamento de um vazamento individual em particular. No que se segue, frente aos métodos de medida, vamos trabalhar com vazamentos totais. Em geral, também, na tecnologia de vácuo usa-se um gás de teste para a determinação de vazamentos, que deve estar em contacto com toda a superfície a ser testada, enquanto o elemento sensor para este gás é colocado no outro lado da superfície. As medidas de vazamento são classificadas em estáticas e dinâmicas.

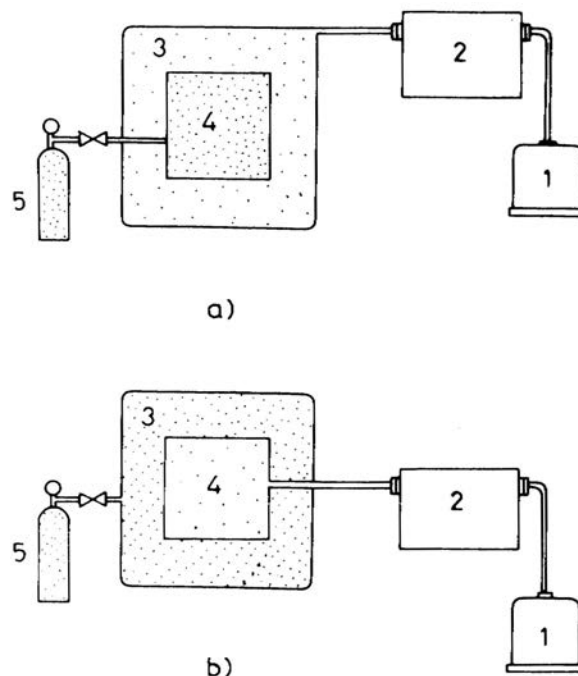


Fig. 5.2: Método dinâmico de medida de vazamentos. a) sistema pressurizado; b) envoltório pressurizado. 1 – bomba; 2 – detector de vazamento; 3 – envelope; 4 – sistema sob teste; 5 – recipiente do gás de teste. (fig. 7.70, pg. 446 Roth)

No caso estático, a câmara ou dispositivo sendo testado é pressurizado com o gás de teste e colocado dentro de uma câmara de teste que inicialmente não contém o gás de teste, e a

concentração deste gás dentro da câmara de teste é então monitorada em função do tempo. Este método é denominado teste de acumulação. A medida é interpretada utilizando-se a expressão

$$Q = V \frac{dP}{dt} \quad (1), \text{ em que } Q \text{ é a taxa de vazamento, } V \text{ o volume da câmara de teste, } P \text{ a pressão do}$$

gás de teste no volume da câmara de teste e  $t$  é o tempo de acumulação.

No caso dinâmico, o sistema ou câmara sendo testado é bombeado continuamente. O gás de teste fluindo na bomba passa através de uma secção com detector sensível ao gás, onde sua concentração é continuamente medida. O teste pode ser feito pressurizando continuamente o sistema ou câmara (Fig. 5.2a) e o colocando em outra câmara ou envelope que é ligado ao sensor do gás. Ou pode ser feito bombeando-se continuamente a câmara ou sistema, ao qual o sensor do gás é ligado, e colocando o gás de teste no envelope (Fig. 5.2b), ou mesmo deixando a câmara na atmosfera, e aspergindo o gás de teste na superfície da câmara.

Quando o gás de teste adentra um sistema sendo testado através de vazamentos com taxa  $Q$ , a taxa de aumento da pressão é  $\frac{dP}{dt} = \frac{Q}{V}$  (2), com  $V$  = volume do sistema. Se simultaneamente a

câmara está sendo bombeada, o balanço resulta em  $V \frac{dP}{dt} = Q - P S$  (3), com  $S$  a velocidade de

bombeamento e  $P$  a pressão do sistema. Integrando esta equação, e para o caso em que a pressão inicial do gás de teste é zero, temos  $P = \frac{Q}{S} \left( 1 - e^{-\frac{S}{V}t} \right)$  (4) ou, exprimindo em termos de tempo,

$$t = -\frac{V}{S} \ln \left( 1 - \frac{P S}{Q} \right) \quad (5). \text{ Para longos tempos de bombeamento, o termo exponencial na eq. 4}$$

reduz-se a zero, e a pressão final é dada por  $P = \frac{Q}{S}$  (6), determinada pela taxa de vazamento e

pela velocidade de bombeamento da bomba sendo utilizada. O tempo requerido para atingir o equilíbrio (eq. 5) é mostrado na Fig. 5.3 para três exemplos.

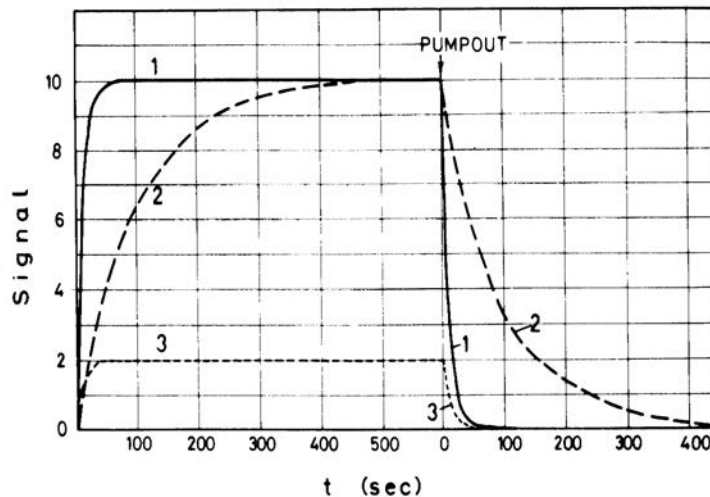


Fig. 5.3: Tempos de resposta de um sistema (fig. 7.71, pg. 448 Roth)

No caso da curva 1, temos  $V = 10 \text{ l}$ ,  $S = 1 \text{ l/s}$  e  $V/S = 10 \text{ s}$ , e o detector requer  $10 \text{ s}$  para atingir  $1 - e^{-1} = 0,63$  do sinal mais baixo para a pressão, sendo que a pressão final de equilíbrio é atingida

após aproximadamente 1 min de bombeamento. No caso da curva 2, temos  $V = 100 \text{ l}$ ,  $S = 1 \text{ l/s}$  e  $V/S = 100 \text{ s}$ , no intervalo de tempo de 10 s a pressão atinge apenas  $1 - e^{-0,1} = 0,095$  ( $\approx 10\%$ ) do valor final, que só é atingido após aproximadamente 10 min. Aumentando a velocidade de bombeamento como no caso da curva 3 ( $V = 100 \text{ l}$ ,  $S = 5 \text{ l/s}$ ,  $V/S = 20 \text{ s}$ ) o tempo a atingir o sinal último é o mesmo que no caso 1, mas o valor deste sinal (a pressão final) é abaixado para 20% do seu valor alcançado no caso 1.

Quando removendo o gás de teste do sistema (limpeza, bombeamento, ou desligamento da fonte do gás), o processo é expresso por  $\frac{dP}{dt} = \frac{PS}{V}$  (7), e assim  $t = \frac{V}{S} \ln \left( \frac{P_t}{P_0} \right)$  (8) e

$$\frac{P_t}{P_0} = e^{-\frac{S}{V}t} \quad (9), \text{ com } P_t \text{ e } P_0 \text{ sendo as pressões no tempo } t \text{ e no tempo zero. A equação 9 é}$$

graficada do lado direito da Fig. 5.3 para os três casos considerados. Vê-se que nos casos 1 e 3 a limpeza é feita rapidamente, enquanto no caso 2 o tempo para isso é considerável.

O tempo de resposta e o tempo de limpeza são determinados pela constante de tempo do sistema  $\tau = \frac{V}{S}$  (10, eq. 36, cap 4), e assim a resposta do detector e o tempo de limpeza podem ser

expressos como valores válidos para qualquer sistema (ver Fig. 4.3). O tempo de resposta é usualmente entendido como o tempo necessário para alcançar  $1 - e^{-1} = 0,63$  do sinal de equilíbrio, enquanto o tempo de limpeza é o tempo necessário para reduzir, pelo bombeamento, o sinal a  $e^{-1} = 0,37$  do seu valor inicial.

Para aumentar a sensibilidade do teste frequentemente sugere-se que o detector de vazamentos seja colocado entre a bomba difusora e a bomba mecânica primária, ou seja, do lado de alta pressão ao invés do lado de baixa pressão do sistema de vácuo (Fig. 5.4).

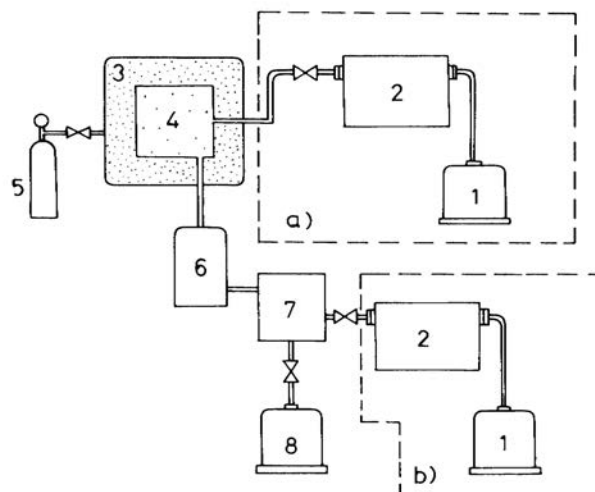


Fig. 5.4: Localizações alternativas para o detector de vazamento: a) lado de alto vácuo; b) lado de baixo vácuo. 1 – bomba do detector de vazamento; 2 – detector de vazamento; 3 – envelope; 4 – sistema em teste; 5 – recipiente do gás de teste; 6 – bomba difusora; 7 – tanque de lastro; 8 – bomba mecânica. (fig. 7.72 Roth, pg. 450.)

O ganho em sensibilidade depende do fator que limita a sensibilidade final do teste. Em sistemas limpos, a sensibilidade final pode ser limitada pela sensibilidade à pressão parcial do detector. Neste caso, a amplificação em pressão obtida no lado de baixo vácuo (alta pressão) resultará em um ganho de sensibilidade. Em um sistema contaminado, ou na situação de procurar um pequeno vazamento na

presença de vazamentos maiores, a sensibilidade é geralmente limitada pela resolução do detector para distinguir a pressão parcial do gás de teste diante da pressão total (pressão de fundo, ou background). Neste caso, a colocação do detector no lado de baixo vácuo resulta na amplificação simultânea do sinal do gás de teste e da pressão de fundo, e, a menos que bombas seletivas sejam empregadas, não se obtém nenhum ganho de sensibilidade.

Se o detector de vazamentos é ligado na linha de alta pressão (baixo vácuo) da bomba difusora, a bomba mecânica primária retira gás do sistema em um processo de batelada, o que provoca flutuações na pressão que o detector mede, aumentando o ruído do detector. Este efeito pode ser minimizado colocando-se o detector entre duas bombas difusoras, ou utilizando um volume de lastro, ou ainda usando uma válvula (Fig. 5.4).

Deteção de vazamentos em vácuos relativamente baixos (por exemplo, 0,2 torr) pode ser feito usando um método em que o sistema sob teste é ligado na saída da bomba difusora, entre esta e a bomba mecânica primária, enquanto que o detector de vazamentos é ligado na entrada da bomba difusora (lado de alto vácuo da bomba). O gás de teste é detectado por retro-difusão através da bomba difusora.

## Localização de vazamentos

Tem-se duas técnicas para a localização de vazamentos: o uso de ponta de prova marcadora e o uso de ponta de prova detectora (Fig. 5.5).

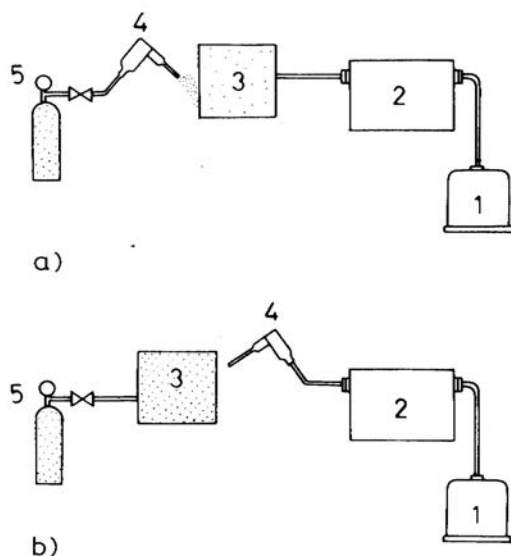


Fig. 5.5: Técnicas de localização de vazamentos: a) ponta de prova marcadora; b) ponta de prova cheiradora. 1 – bomba; 2 – detector de vazamento; 3 – sistema em teste; 4 – ponta de prova; 5 – recipiente do gás de teste. (fig. 7.73 Roth, pg 451)

No caso do uso de ponta de prova marcadora, um fino fluxo do gás de teste é dirigido à área suspeita de ter um vazamento, e o gás que penetra neste vazamento é bombeado pelo sistema detector. No caso da técnica da ponta de prova detectora (também chamada cheiradora) o sistema em teste é preenchido com o gás de teste e a ponta de prova detectora, ligada ao detector, é passada pelas áreas suspeitas, de modo a receber o gás de troca quando passa por um vazamento que deixa o gás de teste escapar do sistema.

A técnica da ponta de prova marcadora é mais sensível do que a da ponta de prova detectora, embora esta deva ser usada quando: a) o sistema tiver que ser testado pressurizado; b) o

gás de teste pode ser facilmente absorvido pelas superfícies dos vazamentos; c) o detector tem um sensor que pode ser operado em pressão atmosférica. A técnica da ponta marcadora deve ser usada quando: a) o sensor do detector tem que ser evacuado para ser usado; b) a detecção de vazamentos é feita no modo dinâmico.

## Métodos sensíveis de detecção de vazamentos

### Detector de gases halógenos

Este detector foi desenvolvido em 1948 e lança mão de um filamento de platina aquecido ao rubro ( $\approx 900^{\circ}\text{C}$ ) que emite ions positivos. A presença de pequenos traços de vapores halógenos (Cl, F, Br, I) aumenta marcadamente a emissão dos ions positivos, e é este aumento na emissão de ions que é usada para a detecção de vazamentos. O detector (Fig. 5.6) consiste de um cilindro de platina montado

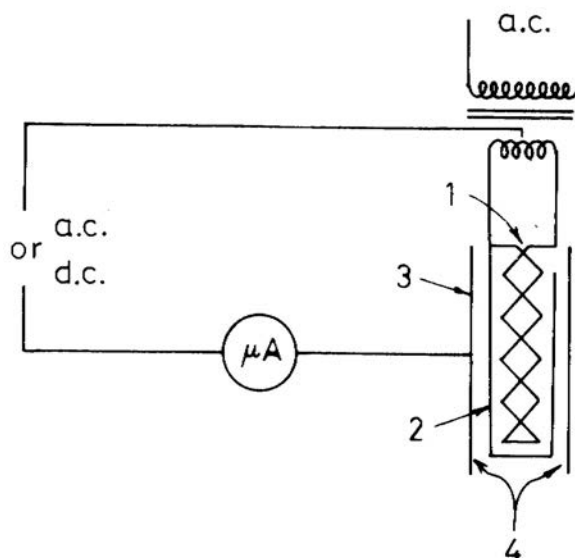


Fig. 5.6: Diagrama do detector de vazamento à base de halógenos: 1 – elemento aquecedor; 2 – cilindro de platina; 3 – cilindro externo; 4 – fluxo de ar. (fig. 7.76 Roth, pg. 454)

em uma resistência elétrica isolada com cerâmica colocada no cilindro de platina. Este conjunto é colocado centrado em um cilindro metálico externo. O cilindro de platina é feito positivo (100 a 500 V) em relação ao cilindro externo, e a corrente iônica é lida em um microamperímetro. O detector halógeno é mais eficiente como detector de vazamento quando colocado dentro do sistema a ser testado, e usando uma ponta de prova marcadora com freon como gás de teste (ou outro gás contendo um halógeno).

Uma das características do detector halógeno é o efeito memória que ele apresenta, requerendo longos tempos de limpeza após ser exposto ao gás de teste, normalmente usando como gás de limpeza um gás isento de halogênios. A sensibilidade deste tipo de sensor é apropriada para vazamentos médios.

### Detecçãoes usando medidores de vácuo



Estes detectores baseiam-se no fato de que a maioria dos medidores de vácuo têm sua resposta dependente do tipo de gás que forma a atmosfera em que estão, ou seja, são seletivos ao tipo de gás. Portanto, se a composição da atmosfera do sistema em que o medidor está se altera, a leitura do medidor se alterará também, e este fato é usado para a detecção de vazamentos, que consistirá em espargir um gás de teste na área suspeita de ter vazamento e observar a resposta do medidor de vácuo à medida que o gás penetra no sistema pelo vazamento (Fig. 5.7).

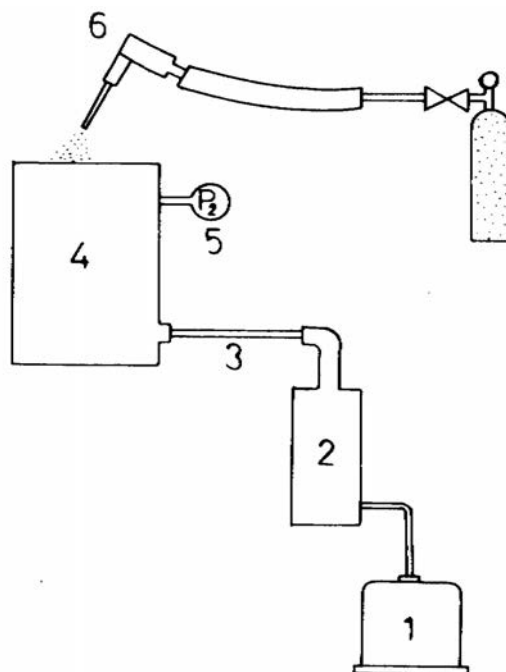


Fig. 5.7: Detecção de vazamento usando medidor de vácuo. 1 – bomba primária; 2 – bomba difusora; 3 – condutância; 4 – sistema em teste; 5 – medidor de vácuo; 6 – ponta de prova com gás de teste. (fig. 7.77 Roth, pg. 454)

Este procedimento é bastante popular porque um sistema de vácuo normalmente possui um ou dois medidores acoplados a ele. Uma limitação do método, todavia, é que ele em geral se aplica apenas a vazamentos grandes, pois a sensibilidade dos medidores de vácuo (como os Pirani e os de ionização, ver cap. sobre medidores), a diversos gases de teste é relativamente baixa. Como regra empírica, deve-se usar gás de teste de baixa viscosidade e alto peso molecular. Por isso, tem-se normalmente uma grande popularidade para líquidos como éter, acetona, tetracloreto de carbono, embora o seu uso não seja recomendado porque podem mascarar o vazamento tapando-o temporariamente, seja por arraste de partículas ou por dissolução de graxas ou gorduras que ficam no vazamento quando o líquido evapora. Por isso, gases como butano e  $\text{CO}_2$  são usualmente recomendados para este tipo de teste. Pode-se usar para teste as seguintes configurações: a) medidor único; b) medidor de vácuo com barreira que admita apenas o gás de teste (por exemplo, hidrogênio e paládio); c) dois medidores idênticos em montagem diferencial.

## Detectores usando espectrômetros de massa

Os espectrômetros de massa são instrumentos em que moléculas do gás da atmosfera em que estão são ionizadas, aceleradas para uma região que as discrimina pela massa que possuem, e finalmente são detectadas em um detector iônico apropriado. Os métodos de ionização são os usuais, utilizando-se choques com elétrons gerados por termoemissão. A aceleração destas moléculas é feita

por meio de campos elétricos apropriados, enquanto que sua discriminação ou separação em grupos é feita por campos magnéticos, por ressonância ou por tempo de voo.

Um primeiro tipo de espectrômetro de massa é o de deflexão por campo magnético. A corrente iônica é gerada pelo bombardeamento de moléculas por elétrons em um pequeno receptáculo (Fig. 5.8). Os íons assim formados são retirados deste receptáculo através de uma fenda estreita utilizando-se um campo elétrico, e defletidos de um ângulo variando de 60 a 180 graus (Fig. 5.8) por um campo magnético perpendicular à sua trajetória. Variando o valor do campo magnético e da voltagem de aceleração todos os íons de uma determinada relação carga/massa são focalizados na fenda coletora do detector iônico. A intensidade do sinal aí registrada é proporcional à quantidade de íons acelerados, ou seja, é proporcional à sua pressão parcial na atmosfera de onde os íons foram retirados. Por este motivo, os espectrômetros de massa também são muito utilizados para a medida de pressões parciais no intervalo desde  $10^{-4}$  até  $10^{-15}$  torr. Os gases constituintes da atmosfera são determinados fazendo-se uma varredura voltagem/campo magnético, e registrando as intensidades dos íons em função da massa iônica.

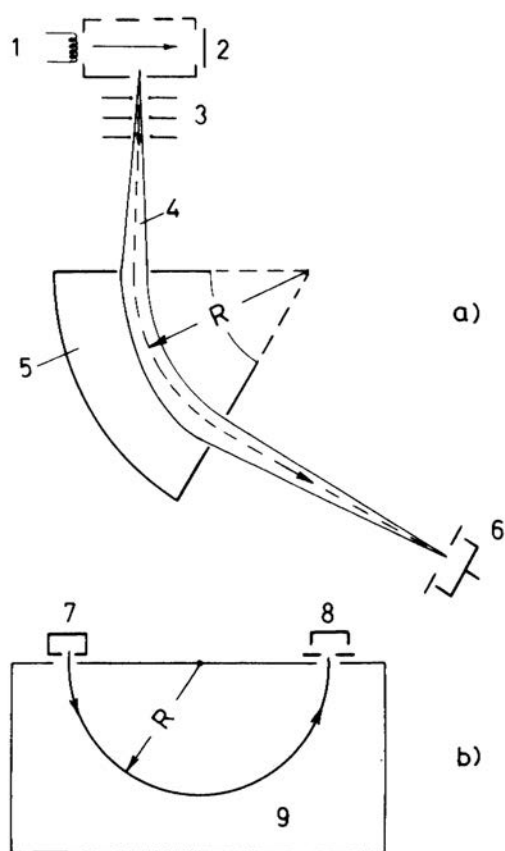


Fig. 5.8: Esquema de espectrômetro de massa de setor magnético. a) instrumento tipo setor; b) instrumento de deflexão de 180 graus. 1 – filamento; 2 – coletor de elétrons; 3 – eletrodos focalizadores; 4 – feixe iônico; 5 – campo magnético (perpendicular ao plano da figura); 6 – coletor de íons; 7 – câmara de ionização; 8 – coletor de íons; 9 – campo magnético. (fig. 6.41 Roth, pg. 328)

Um segundo tipo de espectrômetro de massa é o denominado trocoidal ou cicloidal, nos quais os íons são defletidos por campos estáticos elétrico e magnético cruzados (Fig. 5.9). Neste arranjo, os íons seguem trajetórias trocoidais ou cicloidais, que são função dos valores dos campos elétrico e magnético, de modo que, ajustando-os, pode-se selecionar as massas que atingirão o detector de íons. O instrumento tem duas fendas fixas e, mantendo constante o campo magnético e variando o campo elétrico, íons de uma determinada razão carga/massa que se originam atrás de uma

fenda podem ser feitos atravessar a outra fenda e atingir o detector iônico. Um espectro de massa é obtido ao se fazer a varredura do campo elétrico.

Um terceiro tipo de espectrômetro de massa é o denominado omegatron (Fig. 5.10), que utiliza o conceito de ressonância ciclotrônica. Os íons positivos movem-se em um plano perpendicular a um campo magnético constante e são acelerados em trajetórias helicoidais de raio crescente (espiral de Arquimedes) através do uso de um campo elétrico senoidalmente alternado. Este esquema lembra o da ressonância ciclotrônica. No omegatron, um fino feixe de elétrons passa de um filamento que os emite a um coletor na outra extremidade, como ilustrado na Fig. 5.10, ao longo da linha central do instrumento. Acima e abaixo do feixe eletrônico estão duas placas metálicas que fornecem o campo elétrico de rádio frequência (RF). Íons que são formados por impactos na região central do feixe de elétrons são acelerados por este campo, e se a frequência de ressonância destes íons no campo magnético é a mesma frequência do campo de RF, os íons seguem trajetórias helicoidais, pois estarão ganhando energia continuamente, o que faz com que os raios de suas trajetórias aumentem continuamente, até que eles atinjam o detector iônico. Os íons cujas frequências não são iguais à do campo de RF não ganham energia continuamente, e por isso ficam oscilando na região central do instrumento. A discriminação em massa é feita variando a frequência RF do campo elétrico. Estes instrumentos podem medir pressões parciais de  $10^{-5}$  torr a  $10^{-11}$  torr.

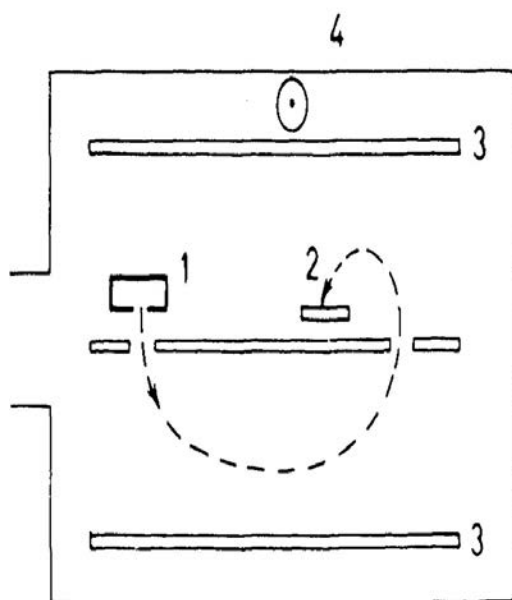


Fig. 5.9: Esquema de espectrômetro de massa trocoidal: 1- fonte de íons; 2 – coletor de íons; 3 – placas do campo elétrico; 4 – campo magnético perpendicular ao plano da figura. (fig. 6.43 Roth, pg. 331)

Um quarto tipo de espectrômetro de massa é o denominado quadrupolo, que não requer a presença de um campo magnético para o seu funcionamento, podendo, portanto, ser bastante pequeno comparado com os anteriores. O instrumento (Fig. 5.12) consiste de 4 hastes cilíndricas às quais é aplicada uma combinação de campos elétricos (ou voltagens) estático (DC) e alternado. Para uma dada frequência do campo apenas íons de um valor particular de carga/massa passam através do espectrômetro e atingem o coletor de íons. A discriminação em massa é feita variando a frequência deste campo, ou variando o campo estático. Estes instrumentos podem trabalhar a partir de  $10^{-5}$  torr e conseguem detectar pressões parciais até da ordem de  $10^{-12}$  torr.

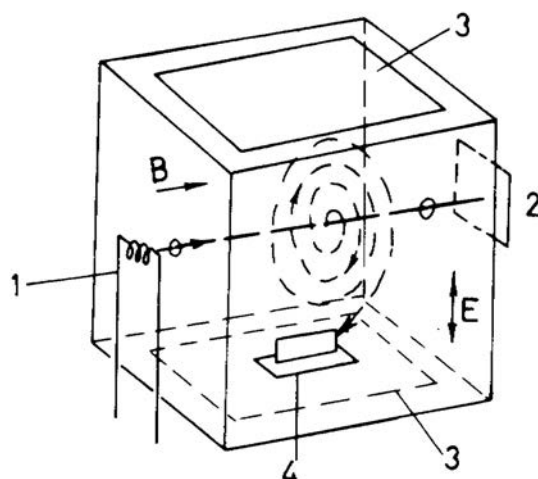


Fig. 5.10: Esquema do omegatron: 1 – filamento; 2 – coletor de elétrons; 3 – placas de RF; 4 – coletor de íons; B – campo magnético; E – campo elétrico. (fig. 6.44 Roth, pg. 331)

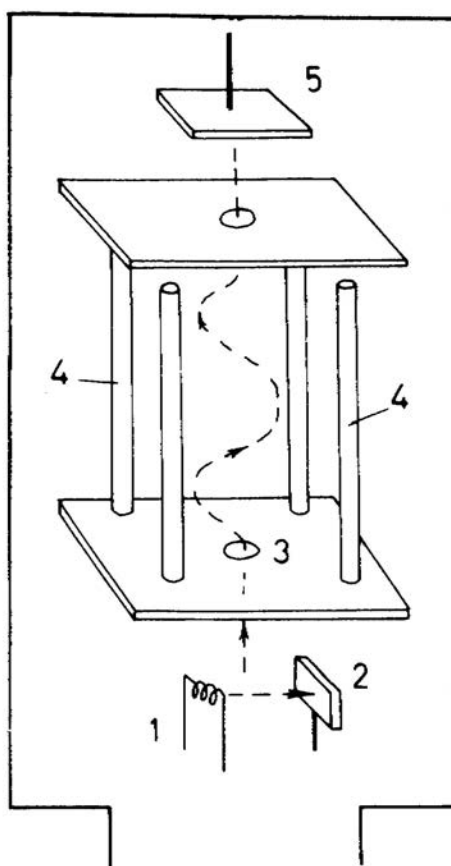


Fig. 5.12: Esquema de espectrômetro de massa tipo quadrupolo: 1 – filamento; 2 – coletor de elétrons; 3 – fenda de entrada; 4 – varetas do quadrupolo; 5 – coletor de íons. (fig. 6.47 Roth, pg. 335)

Uma variante deste tipo de instrumento é o assim chamado espectrômetro monopolo, que consiste de uma única vareta cilíndrica centrada na diagonal de duas placas planas formando um ângulo de 90 graus entre si. Estas placas atuam como refletores que originam três imagens

eletrostáticas da vareta cilíndrica, formando, portanto, um quadrupolo como no caso anterior.

Um quinto tipo de espectrômetro de massa é o denominado espectrômetro de tempo de voo, que consiste de uma fonte pulsada de íons e de um coletor de íons no lado oposto de um tubo evacuado. Os íons são formados por bombardeamento de elétrons e acelerados em direção ao coletor de íons por um ou por uma série de campos elétricos. A discriminação em massa ocorre através do tempo que diferentes íons levam para ser acelerados no campo elétrico. Este tipo de instrumento é capaz de detectar pressões parciais até da ordem de  $10^{-9}$  torr.

### Detectores de Vazamento à Base de Espectrômetros de Massa

A Fig. 5.13 mostra o arranjo esquemático básico de um detector de vazamento baseado em um espectrômetro de massa (comparar com Fig. 5.4). O detector do gás de teste é o espectrômetro de massa MS, que é evacuado pelo conjunto de bombas marcado 1, que no exemplo consiste de uma bomba difusora e de uma bomba mecânica, cuja velocidade de bombeamento pode ser controlada, dentro de certos limites, pela válvula  $V_1$ .

Embora diversos gases possam ser usados para a detecção de vazamentos, é usual utilizar-se como gás de teste o hélio, pois ele está bem separado em massa dos demais elementos, é inerte e é um átomo extremamente pequeno, penetrando em vazamentos muito pequenos. Por isso, os espectrômetros de massa são usualmente sintonizados para a sua massa. Para detectores bastante sensíveis, os espectrômetros de setor magnético são os mais indicados; por outro lado, devido ao seu reduzido tamanho e à sua flexibilidade, são muito convenientes os espectrômetros tipo quadrupolo ou monopolo.

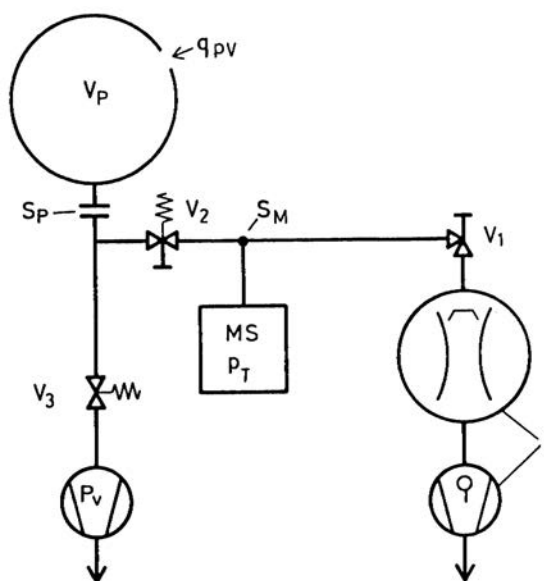


Fig. 5.13: Esquema de detector de vazamento com He. MS – espectrômetro de massa;  $V_P$  – sistema em teste; 1 – sistema de vácuo para o espectrômetro de massa;  $V_1$ ,  $V_2$ ,  $V_3$  – válvulas;  $P_v$  – bomba primária;  $S_M$ ,  $S_P$  – velocidades de bombeamento de 1 nas posições indicadas;  $q_{p,v}$  – taxa de vazamento. (Fig. 11.56 Wutz pg. 451)

Na Fig. 5.13 (ver também Fig. 5.4a) o espectrômetro de massa é colocado na região de alto vácuo, ou seja, antes da entrada da bomba difusora. Este arranjo é interessante, mas pode trazer problemas para a operação do sistema quando se tem grandes vazamentos, pois, neste caso, pode-se não alcançar a pressão máxima de trabalho do espectrômetro de massa. Em geral, estes sistemas também usam uma armadilha de LN<sub>2</sub>, e isto pode aumentar significativamente o tempo de

bombeamento do sistema. Para evitar estes problemas, é usual colocar-se o espectrômetro de massa na linha de baixo vácuo, entre a saída da difusora e a entrada da bomba mecânica, como ilustrado pela Fig. 5.14 e a Fig. 5.4b. Note que na Fig. 5.14 tem-se uma bomba turbomolecular no lugar da difusora, esta última mostrada na Fig. 5.4b.

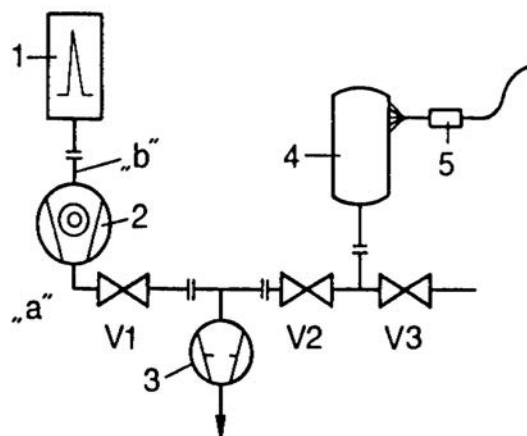


Fig. 5.14: Esquema de detecção de vazamento pelo princípio do contrafluxo: 1 – espectrômetro de massa; 2 – bomba turbomolecular (ou difusora); 3 – bomba primária; 4 – sistema em teste; 5 – ponta de prova marcadora. (Fig. 11.60a Wutz, pg. 455)

Note que na Fig. 5.14 a bomba mecânica bombeia simultaneamente o sistema para o qual se quer determinar a presença de vazamentos, e a bomba turbomolecular (ou difusora), que bombeia exclusivamente o espectrômetro de massa. O princípio de funcionamento deste detector de vazamento é que a velocidade de bombeamento da bomba turbomolecular (ou da difusora) depende da massa molecular a ser bombeada, e um átomo leve como o He pode retrodifundir pela bomba e facilmente alcançar o espectrômetro de massa por contrafluxo, enquanto o mesmo não acontece para os demais gases que compõem a atmosfera.

## Vazamentos Calibrados ou Vazamentos de Teste

Os detectores de vazamentos precisam ser periodicamente calibrados, para evitar problemas originários de deriva de componentes eletrônicos ou deterioração do sensor de íons. Esta calibração é feita com o uso de vazamentos calibrados, ou vazamentos de teste, que são dispositivos capazes de fornecer um fluxo conhecido, contínuo e constante de He, com o qual a indicação do aparelho é sempre feita coincidir. Vamos descrever dois tipos mais comuns, o vazamento calibrado tipo capilar e o de reservatório de He, também designado vazamento por difusão ou permeação.

### Vazamento calibrado tipo capilar

A Fig. 5.15 descreve esquematicamente um vazamento calibrado deste tipo, que consiste de um capilar de vidro (4) colocado no interior de um tubo de aço inox (5). Tanto na entrada de gás (6) quanto na saída (3) o capilar é protegido de contaminação por filtros sinterizados, que devem ser periodicamente limpos. A fonte de He é um balão de borracha (tipo câmara de bola de futebol) cheio do gás, que é ligado à entrada (6), enquanto a saída (3) é conectada ao detector de vazamento através da conexão (2). A preparação do vazamento calibrado é feita abrindo-se a válvula 1 e pressionando-se o balão de borracha para a retirada de ar e o total preenchimento do dispositivo com

He. Após isso, a válvula 1 é fechada, e está-se pronto para a calibração. O fluxo de He, e portanto, a taxa de vazamento, é determinado pelas dimensões geométricas do capilar, e estão na faixa de  $10^{-5}$  mbar.l/s.

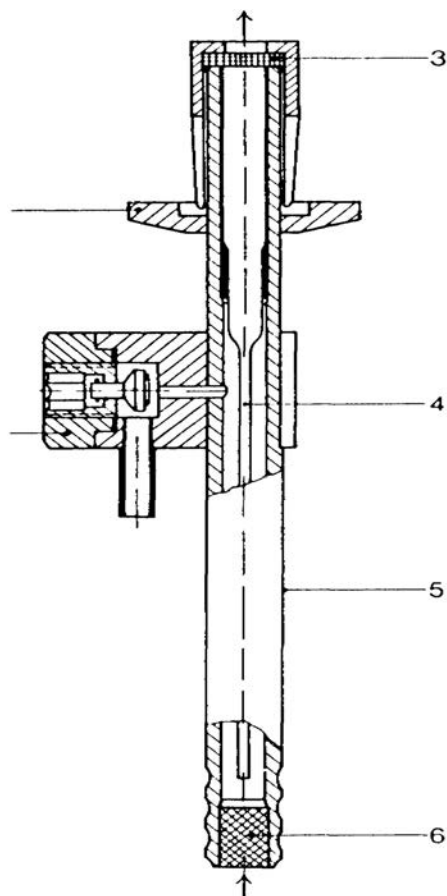


Fig. 5.15: Vazamento padrão tipo capilar (ver texto) (Fig. 12.3 Wutz, pg. 481)

### Vazamento calibrado tipo selado

A Fig. 5.16 mostra esquematicamente um vazamento calibrado do tipo selado, formado por um

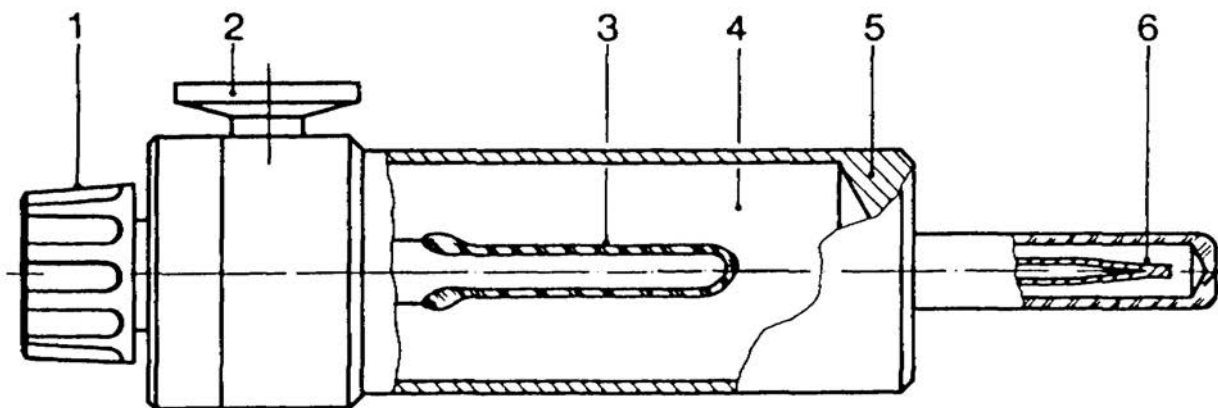


Fig. 5.16: Vazamento calibrado do tipo selado (ver texto) (fig. 12.5 Wutz, pg 483)

cilindro de aço inox (5) cheio de He, dentro do qual é colocado um tubo de vidro que produz um fluxo constant de He através de permeação pela parede de vidro. Este tubo de vidro está ligado a uma válvula (1), que por sua vez pode ser ligada à entrada do detector de vazamento através da flange 2. Na outra extremidade do tubo 5 está a extremidade do tubo de re-enchimento (6) do dispositivo, devidamente protegida. A pressão constante no reservatório e alto vácuo no detector, a taxa de vazamento deste dispositivo é tipicamente  $5 \cdot 10^{-8}$  mbar.l/s. Cada vazamento calibrado tem a sua taxa de vazamento, determinada pelo fabricante, rotulada no seu corpo, e é esse valor que é usado para calibrar os detectores de vazamento. Um vazamento calibrado deste tipo pode fornecer a mesma taxa de vazamento por muitos anos.



# Capítulo VI

## Bombas de Vácuo

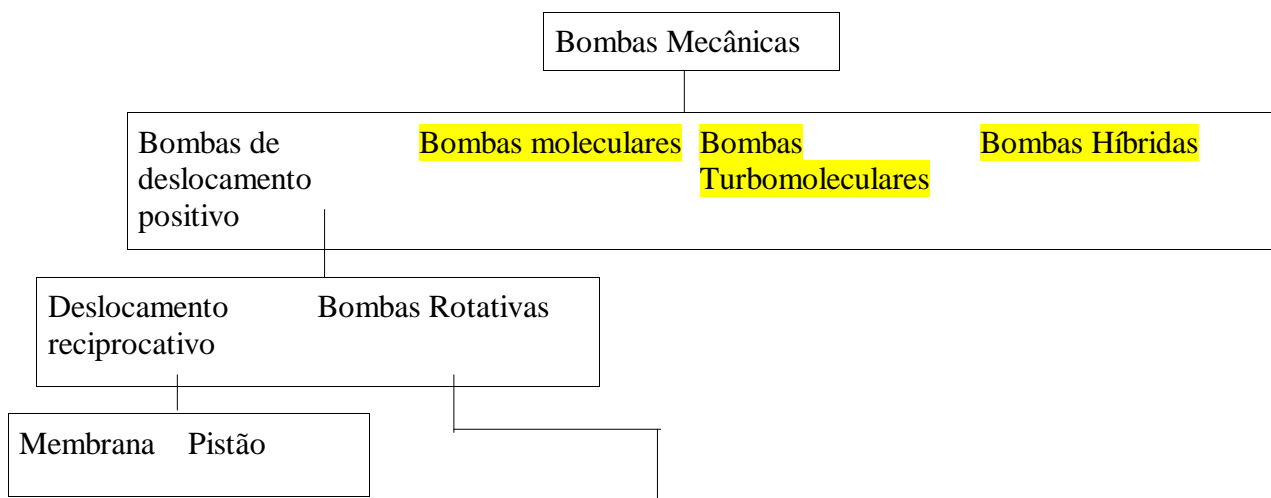
### Introdução

A fim de reduzir a densidade molecular e, portanto, a pressão, em um recipiente, as moléculas do gás devem ser dele retiradas. Isto é feito pelas assim chamadas bombas de vácuo (que já se procura designar como compressores de gases rarefeitos). De um modo muito geral, as bombas de vácuo podem ser classificadas em dois grupos: o primeiro é designado de bombas de transferência, que são bombas que transportam o gás do recipiente para a atmosfera ou para recipientes ou ou outras bombas com pressões maiores que as de sua entrada; o segundo são as bombas de aprisionamento, que retiram as moléculas do recipiente prendendo-as em suas paredes por processos físicos ou químicos.

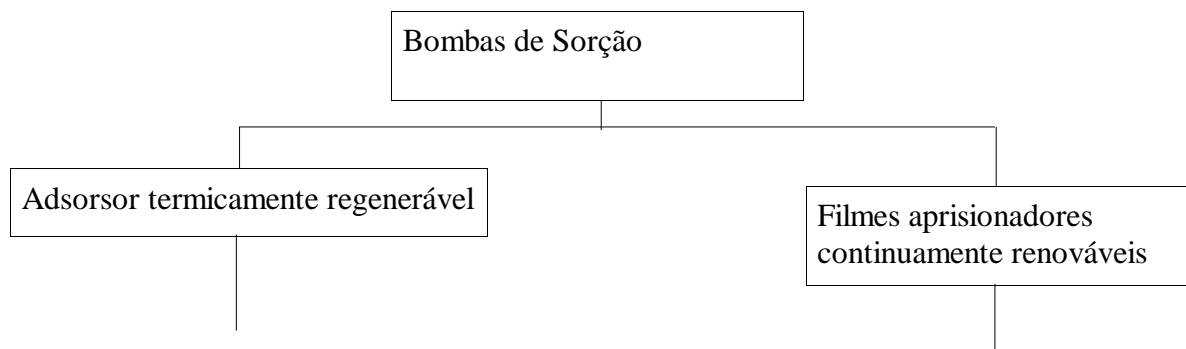
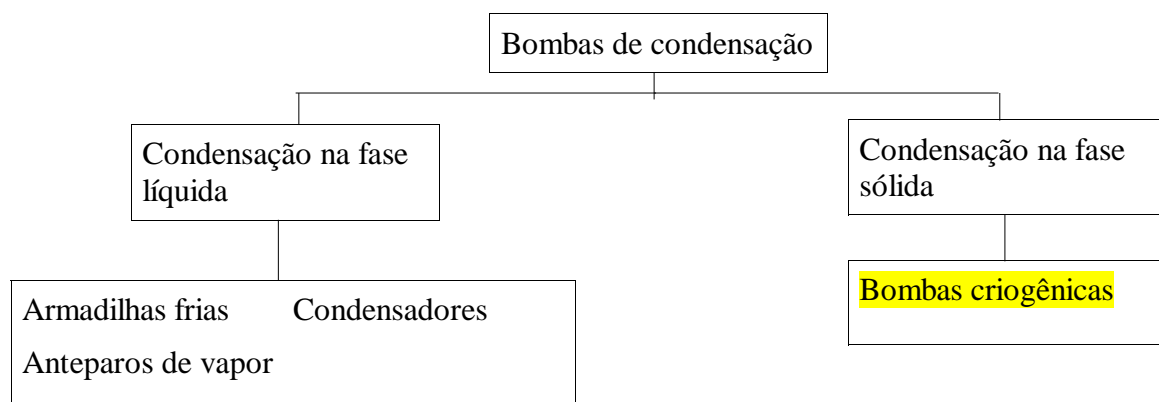
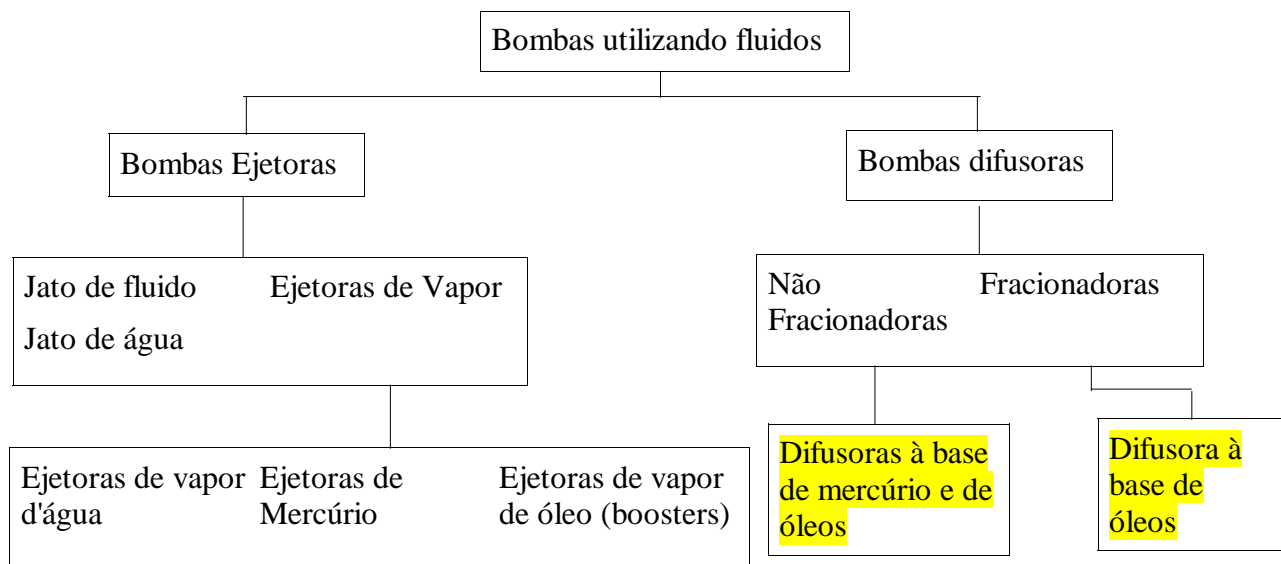
As bombas do primeiro grupo, as de transferência, podem ser divididas em três tipos: a) bombas que operam criando volumes de câmaras que periodicamente crescem e decrescem (ou expandem e comprimem), como acontece nas bombas de pistão, de membrana, e outros tipos; b) bombas cujo volume interno é fixo e que de algum modo transferem o gás da região de baixa pressão para a de alta pressão (compressão, arraste molecular), como as bombas Roots e as turbomoleculares; c) bombas em que o bombeamento se dá por arraste por viscosidade ou por difusão, como acontece nas bombas ejetoras de vapor e nas difusoras.

As bombas do segundo grupo, as de aprisionamento, podem ser divididas em dois tipos: a) bombas que aprisionam o gás permanentemente por processos físico-químicos, como nas bombas iônicas e de aprisionamento químico (getters); b) bombas que aprisionam o gás enquanto uma certa condição física é mantida (em geral, temperatura baixa), como acontece nas bombas por adsorção e nas criogênicas.

A Fig. 6.1 descreve esquematicamente os principais tipos de bombas disponíveis para a produção de vácuo em laboratório ou na indústria. Nesta apostila, trataremos apenas os tipos mais usados academicamente, e que são marcados em amarelo na Fig. 6.1.



Pistão Rotativo (gaveta)	Pistão Rotativo (Trocóide)	Palhetas Rotativas	Palheta Deslizante (pêndulo)	Seca tipo "Tongue and Groove"	Seca tipo Engrenagens	Roots	Anel líquido
--------------------------	----------------------------	--------------------	------------------------------	-------------------------------	-----------------------	-------	--------------



Armadilhas de  
adsorção

Bombas de  
adsorção

Evaporação Térmica  
(Sublimação)

Evaporação catódica  
Bombas iônicas

Fig. 6.1: Principais tipos de bombas (arquivo Relacao bombas cap 6 05 02.sdw)

## Parâmetros definindo diferentes tipos de bombas

A seleção do tipo de bomba a ser usado em cada caso específico é função dos requerimentos que o sistema a ser evacuado impõe. As bombas são caracterizadas por possuírem alguns parâmetros intrínsecos à sua construção e ao princípio de bombeamento em que se baseiam. Os principais parâmetros são: a pressão mais baixa que alcançam, o intervalo de pressões em que podem ser usadas, a velocidade de bombeamento e a pressão de exaustão (ou de saída). No caso de ultra-alto-vácuo dois outros parâmetros são importantes: a seletividade da bomba para gases e a composição do gás residual.

A pressão mais baixa que pode ser alcançada na entrada de uma bomba é determinada ou por vazamentos internos a ela, ou pela pressão de vapor do fluido utilizado na bomba. Esta pressão mais baixa é, evidentemente, o limite inferior do intervalo de pressão em que a bomba pode trabalhar. A Fig. 6.2 mostra a classificação das bombas pelo seu limite inferior de pressão e também pelo seu intervalo de trabalho (ver item a seguir).

O intervalo de pressão em que uma bomba pode trabalhar é aquele em que sua velocidade de bombeamento pode ser considerada útil. As Figs. 6.2 e 6.3 mostram o intervalo de trabalho e a velocidade de bombeamento normalizada para diferentes tipos de bombas. Bombas de mesmo tipo mas de diferentes tamanhos ou estágios podem ter intervalos de pressão diferentes e adjacentes, ou seja, o mesmo tipo de bomba pode apresentar intervalo de pressão diferente do intervalo de pressão para uma bomba específica daquele mesmo tipo.

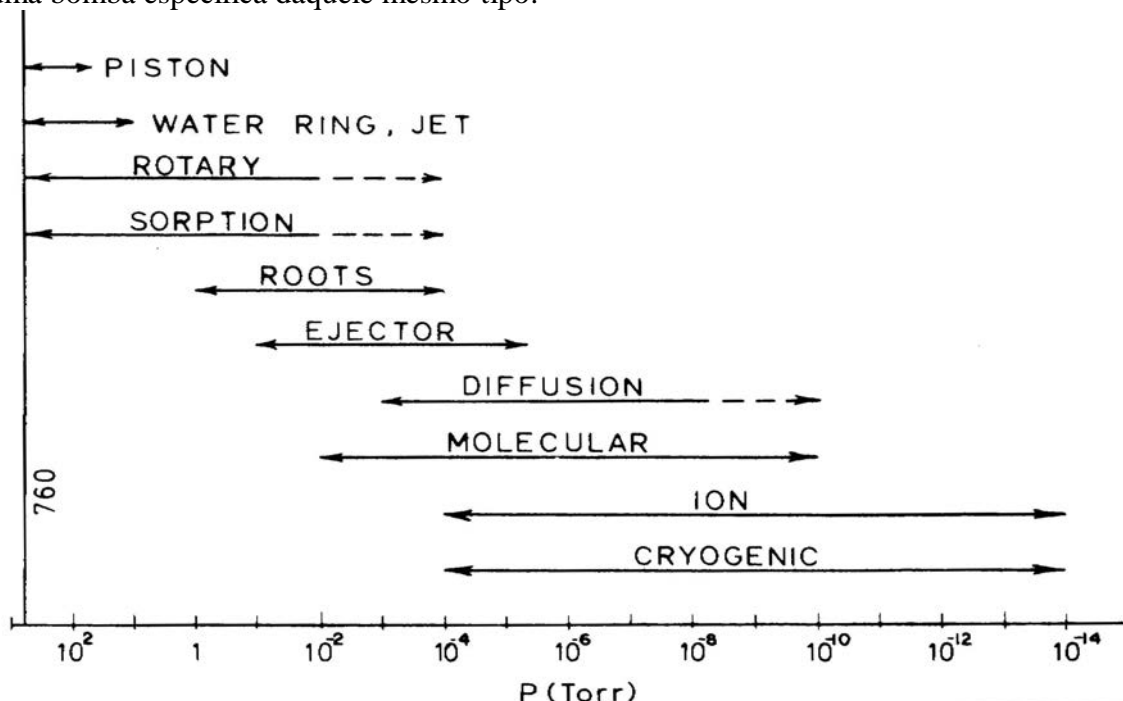


Fig. 6.2: Intervalo de pressões de alguns tipos de bombas de vácuo (Fig. 5.1 Roth, pg 201)

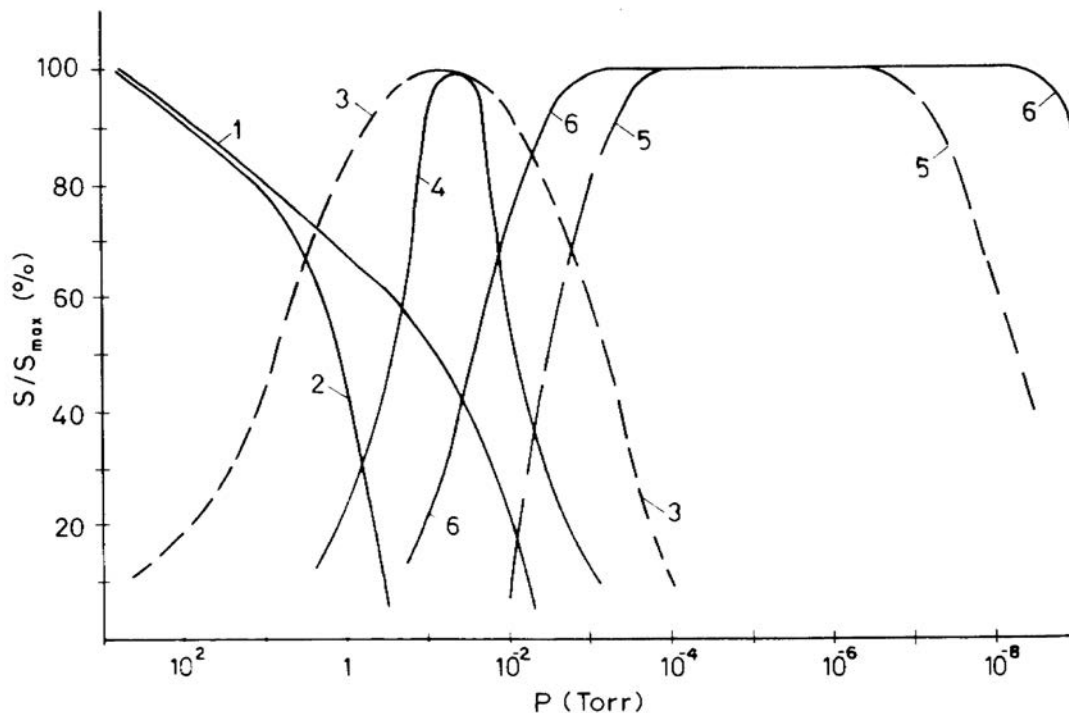


Fig. 6.3: Velocidades de bombeamento normalizadas para alguns tipos de bombas de vácuo (Fig. 5.2 Roth, pg 202)

Outro parâmetro muito importante é a velocidade de bombeamento de uma bomba, pois este parâmetro, combinado com dados do sistema, permite o dimensionamento de sistemas de vácuo. Em geral, a velocidade de bombeamento não é constante em todo o intervalo de pressão de trabalho, apresentando formatos como os ilustrados na Fig. 6.3. Todavia, vários tipos de bombas apresentam velocidades de bombeamento razoavelmente constantes em alguns intervalos de pressão, o que acaba justificando a aproximação de  $S = \text{cte}$  feito para alguns cálculos simplificados de sistemas de bombeamento.

A pressão de saída ou pressão de exaustão é a pressão "contra" a qual a bomba deve trabalhar, ou seja, é a pressão mínima à qual ela deve comprimir o gás rarefeito para ele ser ou recolhido por outra bomba ou ser jogado à atmosfera. Em relação a este item, podemos colocar 3 tipos de bombas. O primeiro corresponde às bombas que trabalham a partir da pressão atmosférica e que jogam o ar retirado do sistema para a própria atmosfera, ou que recolhem o gás a baixa pressão de outra bomba e o comprimem até poder jogá-lo na atmosfera. Estas bombas são chamadas "primárias" (roughing pumps) ou de apoio (ou auxiliares ou "respaldo") (backing pumps). O bombeamento de um sistema a partir da atmosfera é chamado bombeamento primário ("roughing out"). A manutenção de uma baixa pressão na saída de outra bomba é chamada de bombeamento primário (backing). Bombas mecânicas rotativas e ejetores são típicas bombas de apoio ou respaldo. O segundo tipo são as bombas que fazem a exaustão a pressões sub-atmosféricas, ou seja, que necessitam de uma bomba de respaldo ou apoio em sua saída. Bombas difusoras e Roots são exemplos típicos desta classe de bombas. O terceiro tipo corresponde às bombas que não têm saída, ou seja, que aprisionam o gás em suas paredes, como as bombas de sorção e iônicas.

A Fig. 4.1 mostra um típico sistema de vácuo de laboratório, no qual a câmara é bombeada por uma bomba difusora, que por sua vez é respaldada por uma bomba mecânica de palhetas rotativas. No início da evacuação do sistema, quando a câmara tem gás na pressão atmosférica, a

bomba difusora é isolada da câmara pela válvula 11 e da bomba mecânica pela válvula 9, e a retirada do gás é iniciada pela bomba primária através da válvula 6. Quando a pressão atinge valores no intervalo de  $10^{-2}$  torr, a válvula 6 é fechada, e as válvulas 11 e 9 são abertas, e a câmara passa a ser evacuada pela bomba difusora, que por sua vez é bombeada pela bomba primária.

Vamos passar agora à descrição de algumas bombas importantes para o trabalho acadêmico.

## 1) Bomba mecânica de palhetas rotativas

Esta bomba é constituída de um estator cilíndrico que recebe um rotor excêntrico, como mostrado na Fig. 6.4. Este rotor possui duas fendas diametrais, nas quais correm duas palhetas que são forçadas contra a parede do estator por molas e/ou pela força "centrífuga" do movimento de rotação do rotor. Tanto o estator quanto o rotor são fabricados em aço, enquanto as palhetas podem ser de aço ou de um compósito polimérico (lembrar nome !). As extremidades do estator são fechadas por placas convenientes, que suportam o eixo do rotor. O estator também contém orifícios que são a

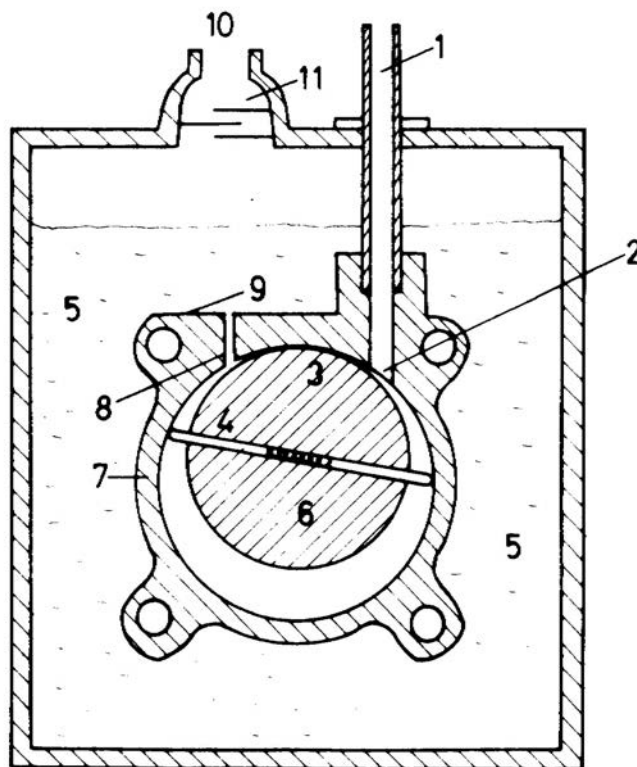


Fig. 6.4: Secção transversal esquemática de uma bomba de palhetas rotativas (Fig. 5.9 Roth, pg. 207) (completar descrição dos itens)

entrada e a saída do gás. A entrada de gás é ligada ao sistema que se quer bombear por conexões e tubulações apropriadas, em geral contendo um filtro de pó, enquanto a saída é ligada a algum sistema conveniente de exaustão para a atmosfera. Esta saída é fechada por uma válvula que usualmente é uma lâmina de metal ou de borracha (neoprene) que se dobra em uma lateral. Esta válvula normalmente fica imersa em óleo, como mostrado na fig. 6.4. A fig. 6.5 dá uma visão explodida de um conjunto estator-rotor.

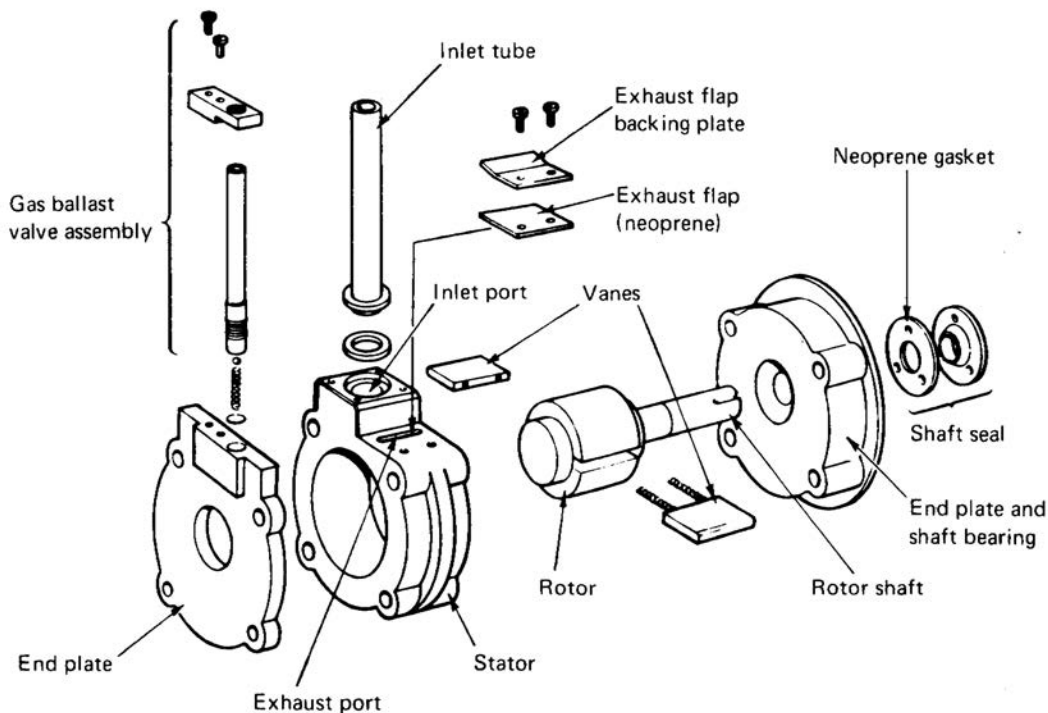


Fig. 6.5: Vista explodida de uma bomba de palhetas rotativas. (Fig. 5.10 Roth pg. 208)

Como já colocado acima, o rotor é um cilindro excêntrico ao estator, colocado de modo a que a linha de contacto entre ambos separe a entrada da saída de gás. Como os diâmetros são diferentes, esta morfologia dá origem a uma câmara, que é onde o gás será admitido a baixa pressão e comprimido a uma pressão ligeiramente acima da pressão atmosférica de modo a poder abrir a válvula de saída e ir para a atmosfera. Os outros limites desta câmara são as placas laterais que fecham o conjunto estator-rotor, e sustentam este último. Esta câmara será dividida em uma câmara de admissão (baixa pressão) e em uma câmara de compressão (alta pressão) à medida que as palhetas passam pelas aberturas de entrada e de saída. Note que ambos, estator e rotor, não podem se tocar, mas devem manter uma distância muito pequena entre si, pois o filme de óleo que se localiza entre eles é que forma o selo entre as câmaras de entrada e de saída, denominado selo superior. O óleo também faz o selo dinâmico nas laterais do conjunto, onde o rotor e as palhetas "encontram" as placas laterais. Em geral, estes espaçamentos devem ser da ordem de 2 a 3  $\mu\text{m}$  para os selos funcionarem, e isto demonstra o nível de precisão da usinagem necessário para a fabricação deste tipo de bomba.

As palhetas são placas retangulares que se encaixam com folga muito pequena nas fendas do rotor e que podem deslizar livremente nestas fendas, tendo a extremidade que toca a superfície do estator arredondadas. Em geral, elas são mantidas separadas e em contacto com o estator por molas. Como há contacto contínuo entre as duas superfícies, elas devem estar sempre muito bem lubrificadas. Além disso, o óleo que faz a lubrificação também provê um filme de vedação (selo dinâmico) que isola as câmaras de alta e baixa pressão uma da outra. Todo o conjunto estator-rotor-placas é imerso em óleo, que fornece lubrificação, selagem e resfriamento a este conjunto.

A Fig. 6.6 ilustra o funcionamento deste tipo de bomba. Quando a palheta A passa pelo orifício

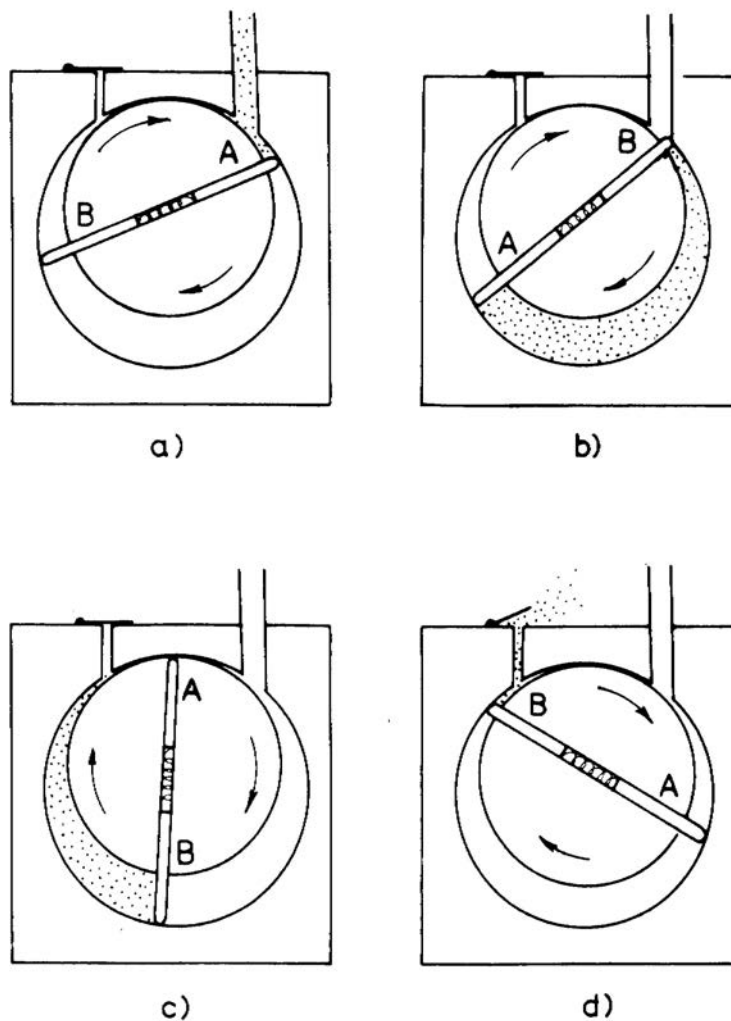


Fig. 6.6: Esquema de funcionamento de uma bomba de palhetas de um estágio. (Fig. 5.11 Roth pg 209)

entrada de gás, a câmara a ser evacuada é colocada em contacto com o volume limitado pelo estator, pelo selo superior, pelo rotor e pela própria palheta. Este volume aumenta à medida que a palheta avança, produzindo um abaixamento de pressão na câmara, que continua até que a palheta B passe pela entrada, quando então o gás neste volume é isolado entre as duas palhetas. À medida que a rotação continua, o gás isolado passa a ser comprimido pela palheta B, até atingir pressão suficiente (aproximadamente 850 torr) para abrir a válvula de saída e ir para a atmosfera. Uma vez que ambas as palhetas atuam sequencialmente, em uma rotação um volume igual ao dobro do mostrado na Fig. 6.6b é retirado da câmara pela bomba, ou seja, a velocidade de bombeamento deste tipo de bomba pode ser escrito:  $S = 2 V n$ , em que  $V$  é o volume entre as palhetas na posição da Fig. 6.6b e  $n$  é o número de rotações do motor por unidade de tempo.

Os contactos das palhetas e do rotor com o estator formam 3 câmaras separadas (veja Fig. 6.6d) que contém gás em diferentes pressões, e devem portanto serem estanques para vácuo (vacuum tight), principalmente o selo superior, que deve conter gás a pressão acima da atmosférica. Por essa razão, como já apontado acima, as superfícies interna do estator e externas do rotor e das palhetas devem ser cuidadosamente usinadas, e deve-se ter o máximo cuidado para evitar a presença de qualquer elemento abrasivo nestas superfícies, ou qualquer gás corrosivo nesta câmara interna.

Em princípio, a menor pressão que este tipo de bomba pode alcançar é determinado apenas pelo fato de que o gás é comprimido em um pequeno, mas finito, volume morto. Quando a pressão

do sistema evacuado fica tão baixa que na máxima compressão o gás não atinge a pressão necessária para abrir a válvula de saída, o gás fica retido no corpo da bomba, e subsequente bombeamento apenas re-expande e re-comprime o mesmo gás, sem mais abaixamento da pressão da câmara evacuada. A razão entre a pressão de exaustão e a pressão de entrada da bomba é chamada taxa de compressão da bomba. Para produzir pressões da ordem de  $10^{-2}$  torr, deve-se ter bombas com taxas de compressão de  $10^5$ . Além de fornecer lubrificação e selamento, o óleo também serve para diminuir o volume morto, aumentando a taxa de compressão.

A mínima pressão obtida por uma bomba de palhetas rotativas de um estágio, medida por um medidor tipo McLeod (ver cap.VII) é da ordem de  $5 \cdot 10^{-3}$  torr. Esta mesma pressão medida por um medidor tipo Pirani (ver cap. VII) dá valores da ordem de  $10^{-2}$  torr. Esta discrepância jaz no princípio de medida dos dois medidores, evidentemente, e tem sua origem na pressão de vapor do óleo da bomba e nos produtos gasosos de sua decomposição.

A conexão em paralelo de dois sistemas rotor-estator dará duas vezes a velocidade de bombeamento, mas com a mesma pressão mínima. Por outro lado, a conexão em série de dois conjuntos rotor-estator (dois estágios de bombeamento) resulta em pressão mínima significativamente menor para o conjunto. A fig. 6.7 ilustra a curva de velocidade de bombeamento para um estágio e dois estágios.

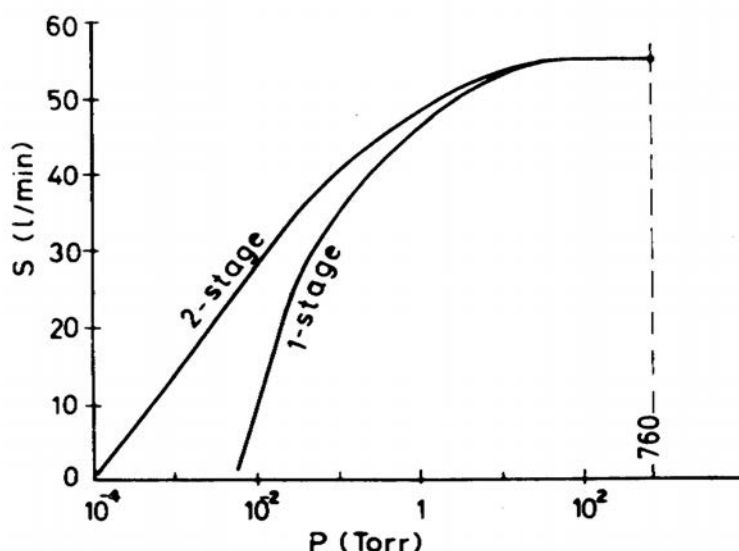


Fig. 6.7: Curvas de velocidades de bombeamento para bombas de palhetas rotativas de um e de dois estágios (Fig. 5.12 Roth, pg 210)

Vê-se que a bomba de duplo estágio pode alcançar pressão mínima da ordem de  $10^{-4}$  torr (McLeod) ou  $2 \cdot 10^{-3}$  torr (Pirani). Nota-se também que a velocidade de bombeamento é constante desde a pressão atmosférica até da ordem de 10 torr, quando começa a variar, chegando até zero para a mínima pressão da bomba.

## Lastro de Gás (gas ballast)

Muitas vezes encontramos situações em que a bomba mecânica deve bombear vapores condensáveis junto com o ar da câmara. Em geral, trata-se de água, mas pode-se encontrar também solventes como acetona, éter, etc.. Em todos estes casos existe a possibilidade do vapor condensar durante o estágio de compressão da bomba, uma vez que, como já citado acima, estas bombas têm grandes taxas de compressão ( $10^5$ ). A fig. 6.8a ilustra a situação do bombeamento de uma mistura de



ar-vapor sem o uso de lastro de gás.

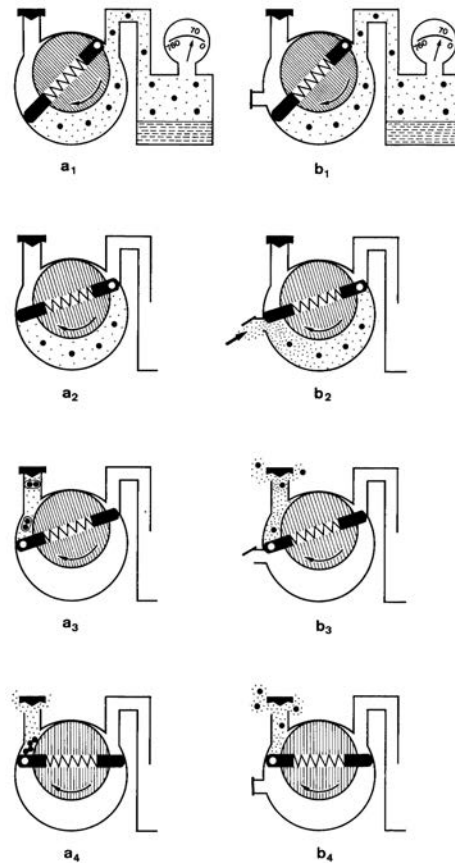


Fig. 6.8: Bombeamento sem (lado esquerdo) e com (lado direito) lastro de gás para bomba de palhetas rotativas (Fig. 11.1, cat. Leybold, pg 11)

Observa-se a condensação do vapor no estágio final de compressão. Quando isso acontece, a mistura ar-vapor pode não atingir a pressão de abertura da válvula de exaustão, e neste caso o líquido condensado pode se misturar ao óleo. Se o vapor for um solvente, esta mistura pode alterar profundamente as propriedades lubrificantes e selantes do óleo, levando a uma degradação da performance da bomba. Se o vapor for água, ela pode se emulsionar ao óleo, novamente levando a uma grande perda de performance, além de propiciar a corrosão das superfícies usinadas do rotor e do estator.

Em 1935 Gaede introduziu o dispositivo denominado de lastro de gás para prevenir a condensação de vapores no estágio de compressão (veja a Fig. 6.8b). Trata-se de uma válvula que se abre para a atmosfera após o volume da mistura ar-vapor ter sido isolada da câmara a ser evacuada, e que deixa entrar uma quantidade pré-determinada de ar (ou de um gás seco) na câmara. Esta quantidade de ar tem a função de reduzir a taxa de compressão da bomba a um nível que não permita a condensação do vapor. Em outras palavras, o ar que entra no volume isolado entre as palhetas abaixa a pressão parcial do vapor, de modo que, quando a mistura é comprimida, o vapor não atinge a pressão de saturação na temperatura de trabalho da bomba, e, portanto, não condensa, e é retirado da bomba junto com o ar.

O dispositivo do lastro de gás permite usar bombas de palhetas rotativas (e outras bombas

mecânicas) para bombear sistemas fortemente carregados com vapores condensáveis, como no caso de secagem de alimentos, por exemplo, sem estragar o óleo e a bomba. No entanto, a performance da bomba é diminuída com o uso do lastro de gás, pois a pressão mínima que a bomba pode atingir com ele é maior que sem ele. Por isso, em geral, para sistemas que contém pequena quantidade de vapores, usa-se o lastro de gás no estágio inicial de bombeamento, e fecha-se-o após este estágio inicial, de modo que a plena performance da bomba é usada no estágio final de bombeamento.

## 2) Bombas tipo Roots

Este tipo de bombas, também conhecido como sopradores Roots, têm ampla utilização na tecnologia de vácuo. Elas também podem ser consideradas um tipo de bombas secas, mas são descritas à parte devido a razões históricas e à sua importância para a tecnologia de vácuo. Elas são usadas em combinação com bombas de apoio (bombas de palhetas rotativas, de pistão rotativo, de anel líquido, etc.) e, quando de um estágio, estendem o intervalo de trabalho até a região de médio vácuo (até  $10^{-3}$  torr). Usando-se bombas Roots de dois estágios, elas podem atingir o intervalo de alto vácuo (até  $10^{-5}$  torr). O princípio de funcionamento das bombas Roots permite a construção de sistemas de bombeamento de altíssimas velocidades de bombeamento, até 100.000 m<sup>3</sup>/h, que são mais econômicos que, por exemplo, bombas ejetoras de vapor para trabalho no mesmo intervalo de pressões. A Fig. 6.9 ilustra um corte transversal de uma bomba tipo Roots.

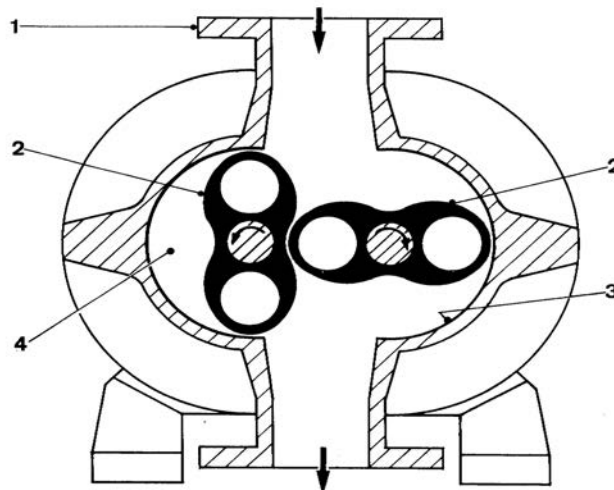


Fig. 6.9: esquema de uma bomba Roots (Fig. 13.1 manual Leybold, pg 13)

Uma bomba Roots é uma bomba rotativa de deslocamento positivo na qual dois rotores simétricos em forma de 8 giram em direções opostas dentro de um estator (Fig. 6.9). Os rotores são usinados como uma engrenagem de dois dentes, e por isso guardam sempre a mesma separação entre si, qualquer que seja a sua posição angular, e guardam também uma distância constante em relação ao estator. Ou seja, as partes da bomba Roots movem-se sem qualquer contacto entre si, e por isso podem ser acionadas sem lubrificação. Os seus movimentos são sincronizados externamente por um conjunto de engrenagens (que são lubrificadas) movimentadas por um motor. Em geral, a distância entre as partes é da ordem de 0,1 mm. Por isso estas bombas podem funcionar com grandes velocidades de rotação, o que permite as grandes velocidades de bombeamento que são típicas de conjuntos contendo bombas Roots. Também por essa razão, estas bombas praticamente não se desgastam, sendo bastante insensíveis à presença de pós. A Fig. 6.10 ilustra o funcionamento de uma bomba Roots.

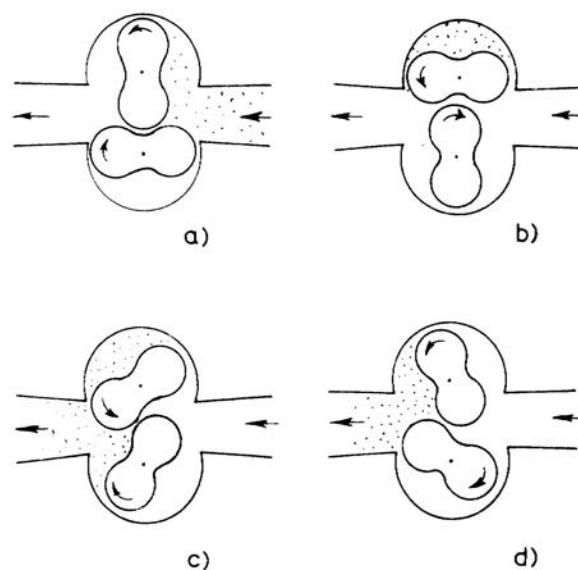


Fig. 6.10: Ação de uma bomba Roots (Fig. 5.20 Roth, pg. 216)

Por outro lado, por não terem um selo de óleo, elas apresentam o problema de retro-migração (ou retro-difusão), que é significativo em pressões relativamente altas, tornando-se menos importante na região de baixas pressões. Este efeito limita a taxa de compressão efetiva deste tipo de bomba, e por essa razão elas sempre trabalham associadas a uma bomba de apoio, como já mencionado acima. Dependendo da separação entre rotores e entre estes e o estator, a taxa de compressão atinge um máximo para uma pressão de saída (pressão de apoio) no intervalo de  $4 \cdot 10^{-1}$  a 2 torr, e, para pressões mais baixas, decai muito devido ao fenômeno de retro-migração. A fig. 6.11 ilustra uma típica curva de velocidade de bombeamento em função da pressão para uma bomba Roots.

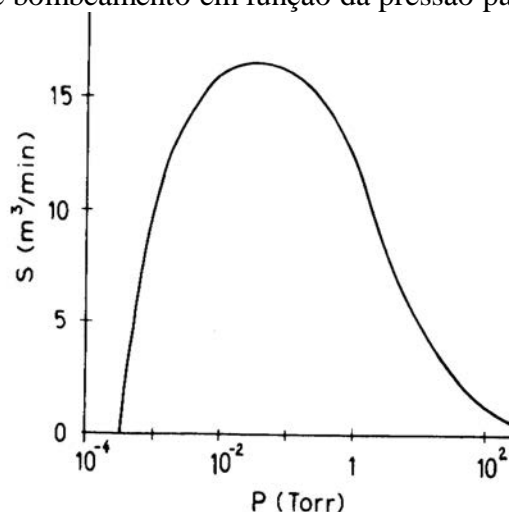


Fig. 6.11: Curva de velocidades de bombeamento para uma bomba Roots. (Fig. 5.21 Roth, pg 217)

Em pressões altas, a taxa de compressão atinge valores máximos da ordem de 3:1. A aproximadamente 1 torr, uma bomba Roots de um estágio pode atingir taxas de compressão da ordem de, ou maiores que, 50:1. Isto significa que as bombas Roots têm um comportamento bastante distinto das demais bombas, tendo uma taxa de compressão variável e dependente tanto da pressão de entrada quanto da pressão da bomba de apoio. No caso das bombas com selo de óleo, elas comprimem o gás até a pressão atmosférica independentemente da pressão da entrada, e as

bombas de vapor comprimem fazem o mesmo até uma pressão de exaustão fixa abaixo da atmosférica.

### 3) Bombas Secas

#### 3.1) Bombas tipo Língua-Cavidade ("Tongue and Groove")

Bomba de princípio similar ao das bombas Roots, com formato diferente dos lobos (lobos assimétricos), que no caso presente, um deles tem duas saliências arredondadas (línguas) que se encaixam em cavidades rasas no segundo lobo, como ilustrado pela Fig. 6.12.

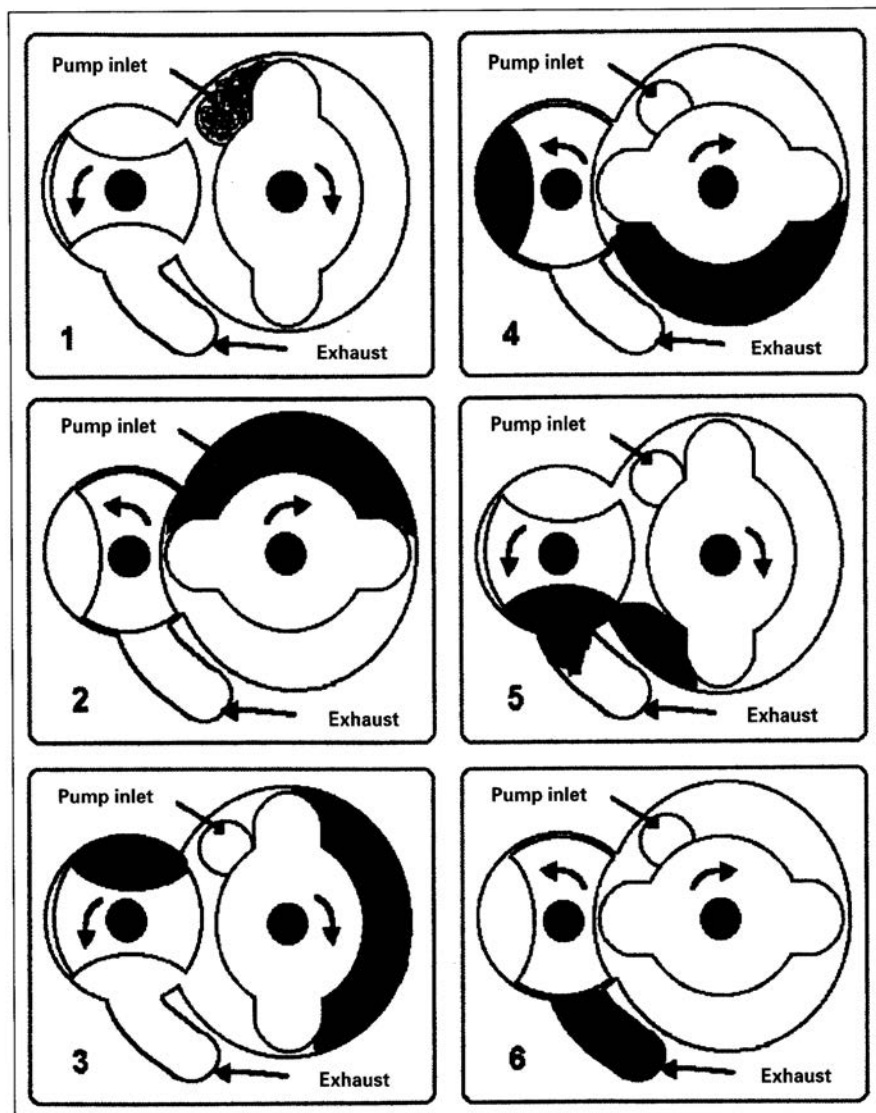


Fig. 6.12: Esquema de funcionamento de bomba tipo "Tongue and Groove" (Fig. Pg F4 catálogo Pfeiffer 2000)

Esta figura ilustra também o funcionamento deste tipo de bomba. Notamos que, como no caso das bombas Roots, os lobos giram em sentidos opostos e mantêm sempre uma distância entre si e entre eles e o estator, e seus movimentos são sincronizados por engrenagens externas. Para este tipo de

bomba, apenas o lobo com línguas comprime o gás, enquanto o lobo com as cavidades rasas arrasta o gás para a saída, havendo um intervalo em que o gás varrido por este último lobo mistura-se com o gás que é comprimido pelo lobo com línguas (estágio 4 e 5 da Fig. 6.12). Estas bombas podem atingir altas velocidades de bombeamento (até 50 m<sup>3</sup>/h), com altas velocidades de rotação (3600 rpm), e alcançando pressões mínimas de até 5.10<sup>-2</sup> mbar). Podem ser combinadas com bombas tipo Roots, atingindo pressões significativamente mais baixas e velocidades de bombeamento significativamente mais altas.

### 3.3) Bombas de Engrenagens tipo Garras (Claws)

É uma bomba bastante similar à anterior, que apresenta os lobos simétricos em formato que lembra uma garra, como ilustrado pela Fig. 6.13.

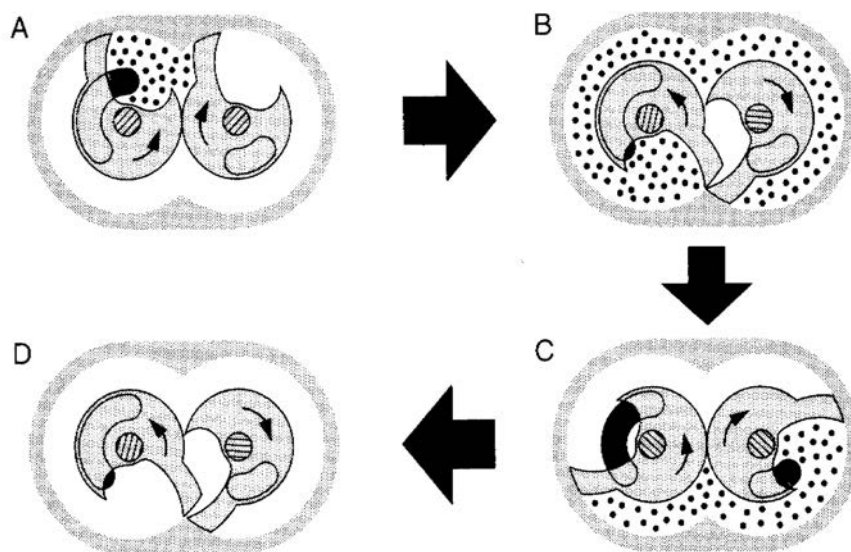


Fig. 6.13: Esquema de funcionamento de bomba de engrenagens tipo garras (fig. Pg 44 catálogo Edwards 98/99)

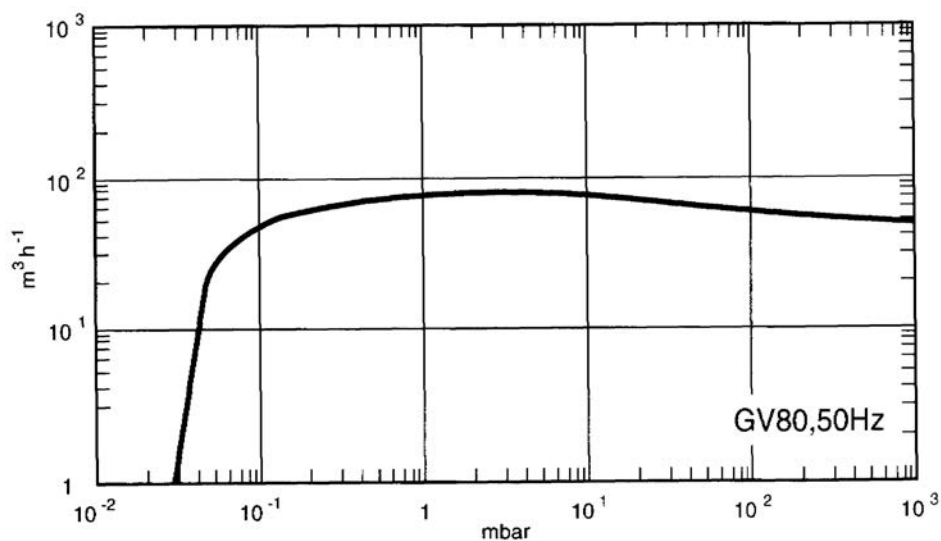


Fig. 6.14: Velocidade de Bombeamento de bomba de garras com velocidade nominal de 80 m<sup>3</sup>/h

(gráfico pg 46 catálogo Edwards 98/99)

Como anteriormente, os lobos giram em sentidos opostos e são acionados por engrenagens externas à bomba. Em uma determinada posição dos lobos a entrada do sistema a ser bombeado é exposta à câmara formada pelos lobos (Fig. 6.13A), o gás preenche essa câmara, é então isolado e comprimido pelo movimento dos lobos (Fig. 6.12 B e C), e finalmente a saída é exposta e o gás é expelido para a atmosfera (Fig. 6.13 D). Estas bombas podem ter velocidades no intervalo de 90 a 540 m<sup>3</sup>/h, atingindo pressões mínimas da ordem de  $8 \cdot 10^{-2}$  torr. A Fig. 6.14 mostra o gráfico da velocidade de bombeamento de uma bomba deste tipo com velocidade nominal de bombeamento de 80 m<sup>3</sup>/h.

Estas bombas, tais como as anteriores, podem ser combinadas com as bombas tipo Roots para obter pressões mínimas mais baixas e velocidades de bombeamento significativamente mais elevadas.

### 3.3) Bombas tipo Diafragma (ou Membrana)

É um tipo de bomba seca em que o sistema a ser bombeado é isolado da bomba por uma membrana ou diafragma elástico, e que, portanto, também é o elemento que promove a expansão e compressão necessários para deslocar o ar do sistema para a atmosfera.

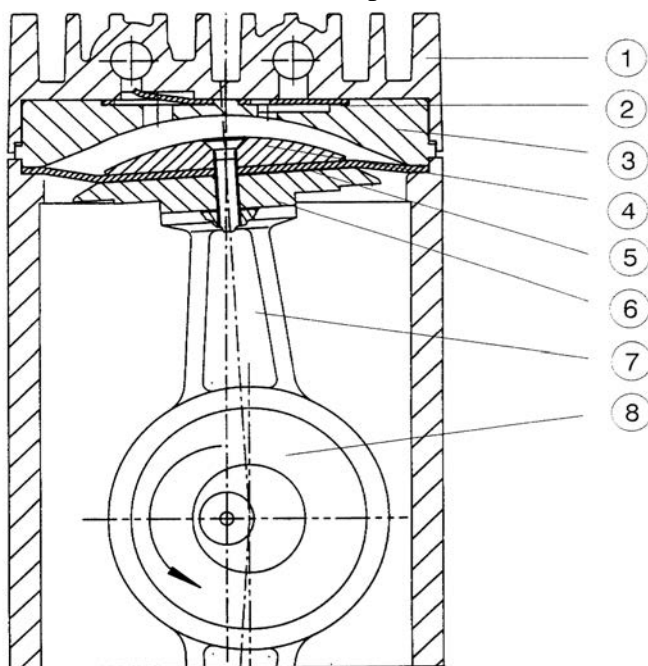


Fig. 6.15: Bomba de Membrana (fig. da apostila do curso de vácuo)

O diafragma é acionado de modo recíproco por um motor. A Fig. 6.15 ilustra o princípio de funcionamento, e a Fig. 6.16 dá as velocidades de bombeamento para dois modelos deste tipo de bombas.

Embora a pressão mínima atingida por estas bombas esteja no intervalo de baixo vácuo (de centenas de torr até  $5 \cdot 10^{-1}$  torr), as bombas que alcançam as menores pressões podem servir de bombas de apoio para bombas turbomoleculares que possam iniciar sua operação em pressões de entrada relativamente altas. Tais arranjos formam conjuntos de bombas totalmente secas em todo o intervalo de bombeamento. Por outro lado, bombas cujas mínimas pressões estão no intervalo de centenas de torr têm muitas aplicações industriais, tais como em processos de evaporação, de secagem de alimentos ou outros itens, filtração a vácuo, impregnação, etc..

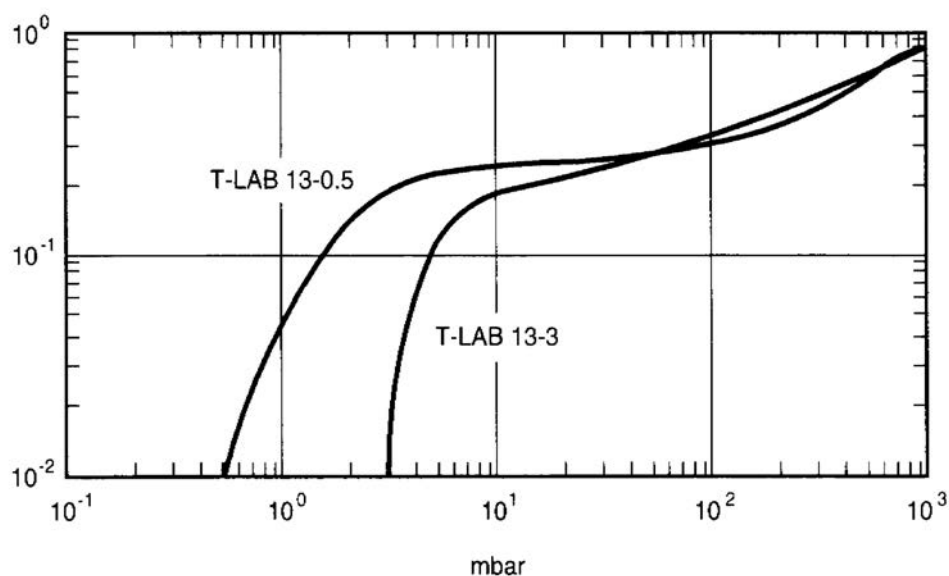


Fig. 6.16. Velocidades de bombeamento para bombas de diafragma (Fig. Pg 27 catálogo Edwards 98/99)

### 3.4) Bomba Seca de Rolos ("Scroll")

Este tipo de bomba utiliza cilindros fixos e outros com movimento orbital, que se movimentam sem contacto, para formar bolsões de ar de formato em crescente que são continuamente comprimidos pelo movimento orbital até serem expelidos para a atmosfera. Podem ter velocidades de bombeamento até 30 m³/h, atingindo pressões mínimas da ordem de  $1 \cdot 10^{-2}$  mbar. A Fig. 6.17 mostra o gráfico de velocidades de bombeamento versus pressão para uma bomba com capacidade nominal de 15 m³/h.

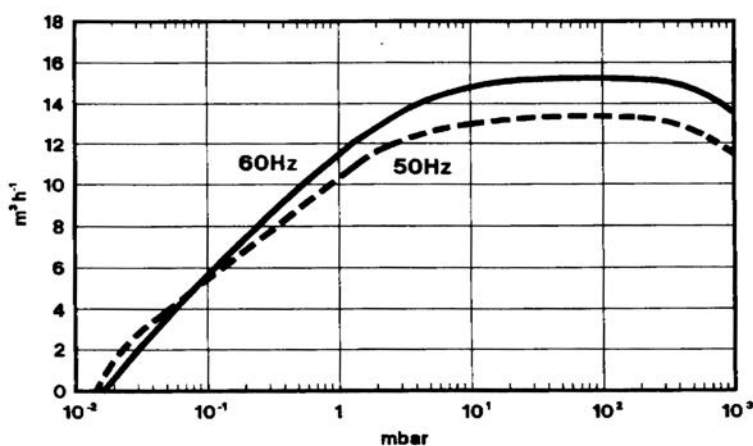


Fig. 6.17: Velocidade de bombeamento para bomba de rolos de velocidade nominal de 15 m³/h. (Fig. Pag 25 catálogo Edwards 98/99)

Este tipo de bombas podem ser usadas como bombas de apoio para bombas turbomoleculares, para detectores de vazamentos e outras aplicações que requeiram vácuo limpo na sua faixa de pressões de trabalho, que é médio vácuo.

### 3.4 Bombas Moleculares e Turbomoleculares

Para a obtenção de vácuo no intervalo de pressões abaixo de  $10^{-3}$  torr é necessário o uso de bombas que lançam mão de princípios físicos diferentes do discutido até agora, tais como o fenômeno de adsorção ou absorção (bombas de sorção) ou por transferência de momentum com o uso de vapores, nas quais as moléculas do gás a ser bombeado são direcionadas em uma particular direção ou adquirem uma componente de velocidade em uma direção determinada. Ambos os tipos de bombas encontraram grande variedade de aplicações práticas: bombas de sorção produzem um vácuo extremamente limpo, mas absorvem uma quantidade limitada de gás; por outro lado, as bombas com fluidos não apresentam esta última limitação, podem ser construídas praticamente em qualquer tamanho e com altas velocidades de bombeamento, mas sofrem do problema, que pode ser significativo, de retro-migração ou retro-difusão do vapor do fluido, embora este efeito possa ser grandemente contornado pelo uso de armadilhas (como será discutido abaixo).

As bombas moleculares e turbomoleculares operam pelo princípio de transferência de momentum a partir de superfícies sólidas, e como no caso das bombas de sorção podem produzir vácuo com altíssima limpeza. Como são bombas de transferência, elas não têm a limitação das bombas de sorção quanto à quantidade de gás a ser bombeada. Vamos discutir primeiro as bombas moleculares e em seguida as turbomoleculares.

#### Bombas Moleculares

O conceito de bombas moleculares originou-se com Gaede em 1913, baseando-se na idéia que as moléculas, ao atingirem uma superfície, não são refletidas elásticamente, como pode-se presumir das idéias da teoria cinética dos gases, mas, ao contrário, elas aderem à superfície e nela permanecem um certo tempo, denominado tempo de residência, antes de serem dessorvidas novamente (ver início do Cap. III). Quando dessorvem, estas moléculas adquirem uma distribuição de velocidades que é isotrópica e compatível com a temperatura da parede, e com velocidade média dada pela distribuição de Maxwell. Se a parede de onde dessorvem possui uma velocidade  $u$ , esta é superposta à distribuição de velocidades de Maxwell, originando uma velocidade média em uma direção definida pelo movimento da parede, e isto dá origem a um fluxo do gás, e portanto, a parede em movimento exibe uma ação de bombeamento.

O princípio de funcionamento de uma bomba molecular tipo Gaede é ilustrado pela Fig. 6.18. Um rotor cilíndrico  $R$  de raio  $r$  girando com frequência  $f$  é atingido por moléculas que provêm da entrada  $A$ . Estas moléculas adquirem uma componente de velocidade na direção do movimento do cilindro dada por  $u = 2 \pi r f$ , e com isto são transportadas através do canal (do sulco)  $Sp$  de altura  $h$  até ao orifício de exaustão  $V$ . Para evitar a passagem de gás de  $V$  a  $A$  (retro-migração),  $V$  é isolado de  $A$  através de um canal barreira  $Sp'$  de altura muito menor que  $h$ , denominada  $h'$ , e, nas laterais, por espaçamentos muito pequenos entre o rotor e a parede de fechamento da câmara da bomba (o que exige estritas tolerâncias na usinagem das peças, da ordem de  $10 \mu m$ ).

A performance destas bombas pode ser descrita em termos razoavelmente simples, e essa descrição será apresentada aqui, pois ela ilustra as principais características das bombas moleculares e turbomoleculares. Considere a Fig. 6.19, na qual as paredes do rotor ( $W_R$ ) e do estator ( $W_S$ ) são consideradas planas por simplicidade. A sua separação  $h$  é considerada pequena comparada com o livre caminho médio  $\lambda$  das moléculas do gás com densidade molecular  $n$ . Ou seja, consideramos



The diagram shows a 3D coordinate system with axes  $x$ ,  $y$ , and  $z$ . A horizontal plane at  $y=b$  defines a control volume. The top layer has a wavy surface labeled  $W_S$  and a flat bottom at  $z=h$ . The bottom layer has a wavy surface labeled  $W_R$ . The control volume is bounded in the  $x$ -direction by  $x-\Delta x$ ,  $x$ , and  $x+\Delta x$ . A velocity vector  $u$  is shown in the bottom layer, pointing in the positive  $x$  direction. Dashed lines indicate the projection of the control volume boundaries onto the  $xy$  plane.

velocidade  $u$  na direção  $x$ , que é a direção do movimento da parede do rotor, e a outra metade terá a distribuição de Maxwell isotrópica. Isto quer dizer que, no canal Sp, temos um fluxo de moléculas na direção  $x$  dado por  $q_N = \frac{1}{2} n u b h$  (1), de onde se obtém o fluxo volumétrico  $q_v$  dado por

$$q_v = \frac{q_N}{n} = \frac{1}{2} u b h \quad (2).$$

O fluxo volumétrico nada mais é que a velocidade de bombeamento  $S$ .

Nestas expressões não se levou em conta a influência das paredes frontal e posterior da câmara da bomba, pois, se  $b \gg h$ , esta influência pode ser desprezada. Portanto, a velocidade de bombeamento de um arranjo como o da Fig. 6.18 é proporcional à velocidade periférica  $u$  do rotor e à área  $b.h$  do canal Sp (evidentemente, não estamos levando em conta a retro-migração no canal Sp', que é pequena pois estamos supondo  $h' \ll h$ ). Como resultado do transporte de gás de A a V como na Fig. 6.18, temos o estabelecimento de uma diferença de pressão  $p_v - p_A$  entre estas duas regiões, ou seja, temos o aparecimento de um gradiente de pressão  $\frac{dp}{dx}$  entre estas duas regiões que,

evidentemente, é proporcional ao correspondente gradiente de densidade molecular  $\frac{dn}{dx}$ , e que

origina um processo de retro-difusão de V a A, ou seja, temos o aparecimento de um contrafluxo. Considere o plano E na Fig. 6.19 na posição  $x$ , onde temos uma densidade molecular  $n(x)$ . Como resultado do movimento da parede temos um fluxo para a direita cruzando o plano E que é dado pela equação 1. Na posição  $x + \Delta x$  temos uma densidade de partículas dada por  $n(x + \Delta x)$  que é maior que  $n(x)$ . Analogamente, na posição  $x - \Delta x$  temos a densidade  $n(x - \Delta x) < n(x)$ . Portanto, no plano E teremos um fluxo da direita para a esquerda não direcional (aleatório) originário do movimento aleatório das moléculas que é dado pela equação 11 do Cap. I:

$$q_{a,e} = \frac{1}{4} b h n(x + \Delta x) \bar{v}, \text{ enquanto que o fluxo da esquerda para a direita é}$$

$$q_{a,d} = \frac{1}{4} b h n(x - \Delta x) \bar{v}. \text{ O contrafluxo líquido é então } q_a = q_{a,e} - q_{a,d} = \frac{1}{2} b h \frac{dn}{dx} \bar{v} \Delta x$$

(3).

Para o uso destas equações o valor de  $\Delta x$  deve ser tomado como a distância à qual as moléculas tiveram seu último choque, pois é esta distância que define a distância na qual as moléculas redistribuem suas velocidades. No caso de altas pressões, esta distância deveria ser equivalente ao livre caminho médio  $\lambda$ , mas estamos considerando uma situação de baixas pressões e uma geometria em que  $\lambda \gg h$ , e estamos também considerando a situação em que a alteração das velocidades das moléculas se dá através de choques com as paredes. Por isso, podemos considerar que a distância  $\Delta x$  deve ser da mesma ordem de grandeza que  $h$ , ou seja, supomos que  $\Delta x = \alpha h$ , onde  $\alpha$  é uma constante de proporcionalidade. Com esta aproximação, podemos escrever:  $q_a = \frac{1}{2} \alpha b h^2 \bar{v} \frac{dn}{dx}$ .

Portanto, o fluxo líquido de gás transportado é:  $q = \frac{1}{2} u n h - \frac{1}{2} \alpha b h^2 \bar{v} \frac{dn}{dx}$  (4).

Este fluxo  $q$  é máximo quando  $\frac{dn}{dx} = 0$ , ou seja, quando  $\frac{dp}{dx} = 0$ , ou seja, no início do processo de bombeamento, quando ainda não se estabeleceu um gradiente de pressão ao longo da

periferia do rotor. Por outro lado, este fluxo é zero na situação o contrafluxo iguala o fluxo induzido pelo movimento da superfície, e é nesta situação que se consegue a máxima compressão da bomba. Ou seja, ao igualarmos a eq. 4 a zero e depois integrarmos a equação resultante, obtemos:

$$k_0 = \frac{p_v}{p_A} = \frac{n_v}{n_A} = e^{\frac{u}{\bar{v}} \frac{L}{\alpha h}} \quad (5), \text{ que dá a menor pressão possível de ser obtida pela bomba nas suas}$$

condições de operação definidas pela pressão mínima da bomba de apoio  $p_v$  e pelas características mecânicas  $u$ ,  $h$  e  $L$  (que é o comprimento da periferia do rotor). A eq. 5 mostra claramente que a taxa de compressão depende exponencialmente da velocidade de rotação do rotor, e embora a eq. 5 tenha sido obtida em condições idealizadas (pois desprezou-se os efeitos do canal  $h'$  e das tolerâncias laterais), ela indica claramente que pressões muito baixas podem ser obtidas com bombas moleculares.

A conclusão mais importante a ser tirada da análise da eq. 5 é que a taxa de compressão

depende exponencialmente da razão  $\frac{u}{\bar{v}}$ , o que coloca a necessidade destas bombas trabalharem

com altíssimas velocidades de rotação. Além disso, como  $\bar{v} \propto \frac{1}{\sqrt{M}}$ , os gases com massas

moleculares altas apresentam maiores taxas de compressão. Por exemplo, se comparamos as taxas de compressão para Freon 12 ( $\text{CF}_2\text{Cl}_2$ ), cuja massa molecular é 121 g/mol, e para hidrogênio, obtemos

$$\frac{k(\text{R12})}{k(\text{H}_2)} = \exp(\sqrt{121/2}) = 2400, \text{ ou seja, isto indica que este tipo de bombas é capaz de}$$

produzir vácuos extremamente limpos de compostos hidrocarbonetos.

Uma bomba molecular seguindo o projeto de Gaede foi construída em 1913 obtendo velocidade de bombeamento para o ar de 1,5 l/s a uma velocidade de rotação de 8200 rpm e com taxa de compressão de  $10^5$ . Em 1923 Holweck desenvolveu a bomba molecular descrita pela Fig. 6.20. Ela consistia de um rotor liso R e de um estator contendo um canal em forma de rosca B – B'.

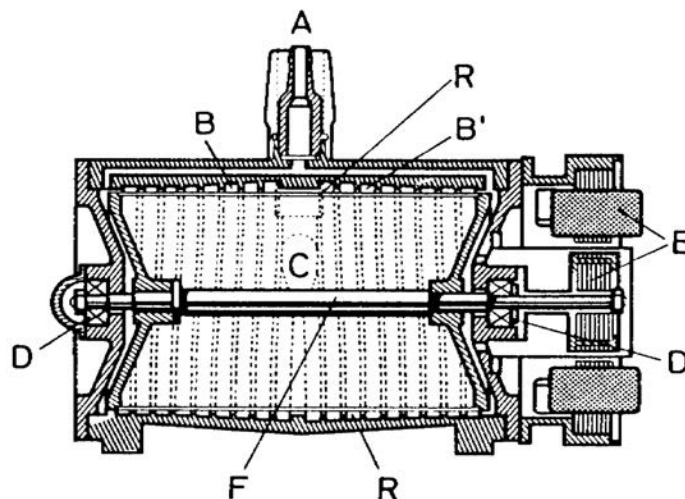


Fig. 6.20: Bomba molecular de Hollweck (Fig. 7.3 Wutz pg 230)

A flange A é a entrada para o sistema a ser bombeado, ligada à rosca B – B' pelo orifício C, enquanto a exaustão se dava por D, onde também se localizavam os rolamentos, o que era uma vantagem neste projeto. A bomba era acionada por um motor E diretamente acoplado ao eixo F do

rotor. A velocidade de bombeamento desta bomba estava no intervalo de 5 a 7 l/s com velocidade de rotação de 4500 rpm, atingindo taxa de compressão de  $2.10^7$ , bastante respeitável.

Em 1943 Siegbahn desenvolveu uma bomba com um disco liso e dois canais no estator, como mostrado pela Fig. 6.21. Uma característica de ambas as bombas é que o canal em forma de rosca apresentava altura variável, diminuindo à medida que se aproximava da região de "alta" pressão, estando de acordo com a eq. 6.1 para o caso de fluxo constante ao longo do canal. Também comum a ambas é o posicionamento dos rolamentos na região de baixo vácuo.

Estas bombas não podiam competir com as bombas difusoras, pois as velocidades de bombeamento eram relativamente baixas e as dificuldades técnicas de sua fabricação eram muito altas devido às tolerâncias exigidas pelos seus projetos, pois a separação entre as superfícies em movimento e as estacionárias tinham que ser muito pequenas para manter os efeitos de retro-migração em níveis aceitáveis. Qualquer desbalanço das partes mecânicas podia provocar o emperramento das bombas. Estas desvantagens foram superadas pelo conceito de Becker de bombas turbomoleculares, vistas a seguir.

Depois do advento das bombas turbomoleculares e de vários desenvolvimentos técnicos, as bombas moleculares voltaram a ser consideradas para aplicações, agora com o rotor possuindo um conjunto de pás na região da entrada do gás, à semelhança das bombas turbomoleculares (ver abaixo), e com um design similar ao de Holweck desta região até a região de exaustão ou vácuo primário. O conjunto de pás apresenta máxima condutância para assegurar alta velocidade de bombeamento, e os subsequentes estágios moleculares (até 5) apresentando uma estrutura de canais em forma de rosca para garantir eficiência e alta compressão. A Fig. 6.22 mostra um esquema de uma bomba molecular atual. A grande característica de interesse nas bombas de arraste molecular é a alta pressão admissível da bomba de apoio, que varia de 1 torr a 40 torr (muito maior que as bombas turbomoleculares, ver abaixo), o que permite que elas sejam bombeadas por bombas

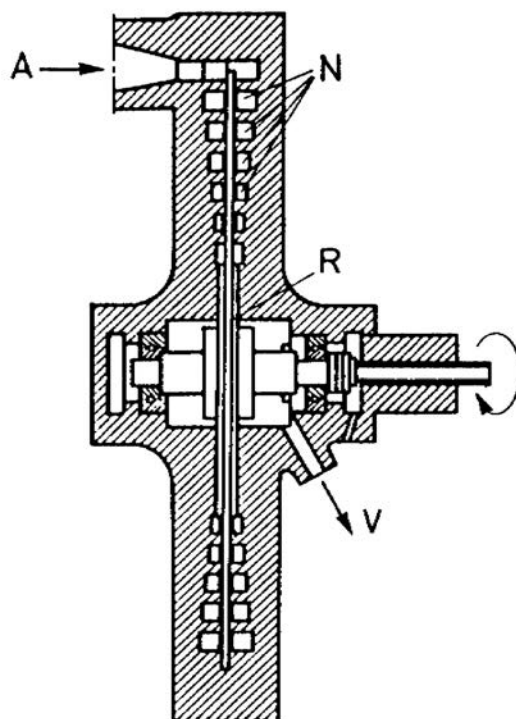


Fig. 6.21: Bomba molecular de Siegbahn (Fig. 7.4 Wutz pg 230)

simples, secas e muito baratas, como as bombas de membrana, produzindo vácuos muito limpos. A pressão mínima que estas bombas podem atingir depende do número de estágios usados em série, e varia de  $10^{-5}$  a  $10^{-7}$  torr quando se usa uma bomba de apoio de membrana. Elas podem apresentar altas taxas de compressão, como  $10^9$  para  $N_2$ , mas as velocidades de bombeamento não são muito elevadas.

## Bombas Turbomoleculares

As bombas turbomoleculares (BTM) foram inventadas por W. Becker em 1956 e tornadas disponíveis comercialmente em 1957. A diferença com as bombas moleculares prévias foi o novo conceito do rotor com pás à semelhança de turbinas, o que permitiu altas velocidades de bombeamento com espaçamentos entre as partes de 1 mm ou mais, o que eliminou os grandes problemas de tolerâncias encontrados nas bombas moleculares do tipo Gaede.

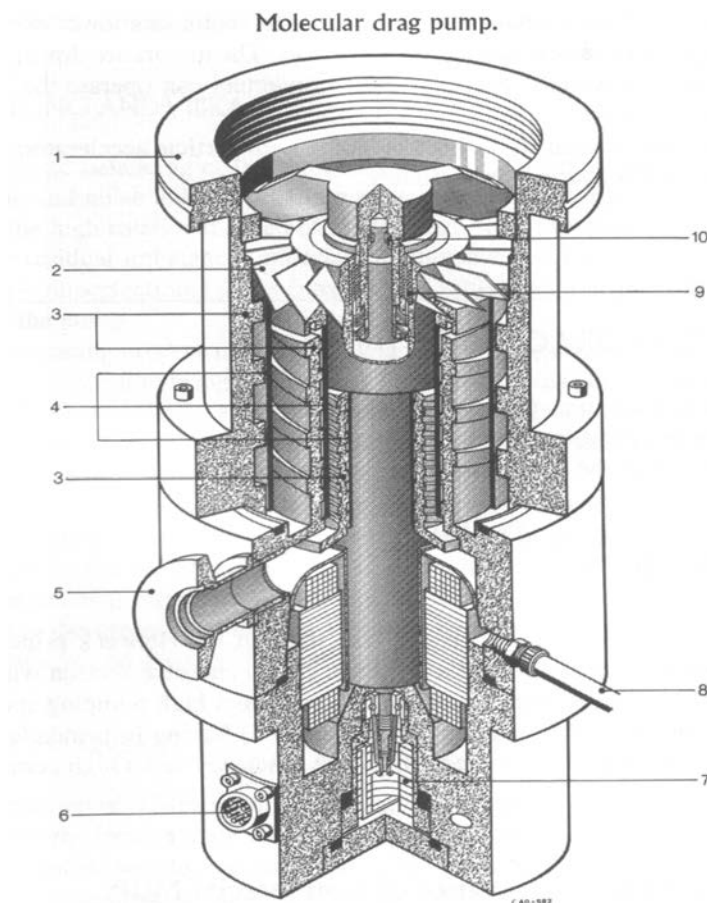


Fig. 6.22: Esquema de bomba molecular (Fig. 7 Handbook pg 196)

A Fig. 6.23 mostra o projeto de Becker de uma bomba de fluxo duplo horizontal, e a Fig. 6.24 é uma fotografia de uma bomba deste tipo. Tanto o rotor quanto o estator possuem pás voltadas umas para as outras de modo muito similar à morfologia encontrada em turbinas. Ambos (rotor e estator) são fabricados a partir de discos de uma liga especial de alumínio com as pás sendo usinadas como lâminas posicionadas no ângulo desejado e de modo tal que o seu espaçamento radial é constante. A Fig. 6.25 mostra uma vista radial da periferia de um conjunto rotor-estator.

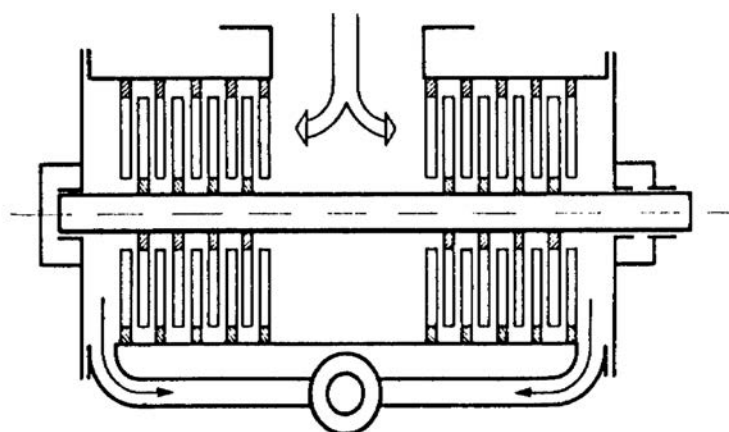


Fig. 6.23: Esquema do projeto da bomba turbomolecular de Becker (Fig. 7.5a Wutz pg 231)

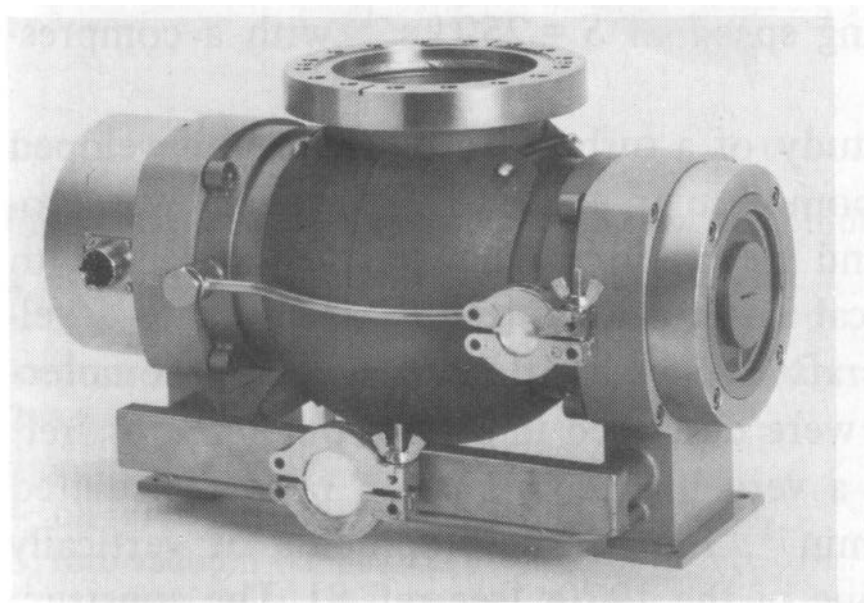


Fig. 6.24: Foto de uma bomba de fluxo duplo horizontal (Leybold) (Fig. 7.5b Wutz pg 231)

As moléculas de gás colhidas nos interstícios das pás que estão em movimento são projetadas preferencialmente na direção dos interstícios das pás estacionárias, o que estabelece o fluxo de gás na direção desejada. Ou seja, as BTM's funcionam pelo princípio de transferência de momentum, embora o mecanismo para isso acontecer envolva, como no caso das bombas moleculares, o fenômeno da adsorção na superfície em movimento.

Para calcular a performance de uma BTM, precisamos calcular este parâmetro para um disco, e depois, tomar em conta todos os discos da bomba. Para cada disco, precisamos conhecer dois fatores, a máxima taxa de compressão  $K_{max}$  a fluxo nulo e a máxima velocidade de bombeamento  $S_{max}$ , que é obtida quando a pressão em ambos os lados do disco é a mesma. Estes valores dependem das probabilidades de transmissão das moléculas que se movem na direção do bombeamento e em contrafluxo.

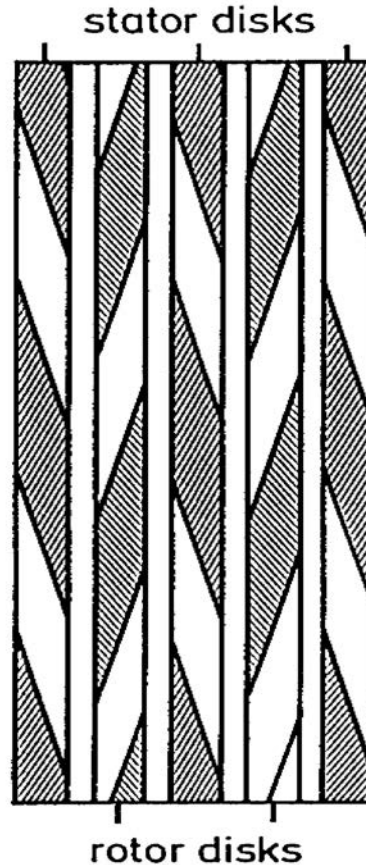


Fig. 6.25: Vista frontal do conjunto rotor-estator de uma BTM (Fig. 7.6 Wutz pg 231)

Para o escoamento molecular, estas probabilidades dependem da razão  $\frac{u}{\bar{v}}$  em que  $u$  é a velocidade da pá e  $\bar{v}$  é a velocidade média Maxwelliana das moléculas e do ângulo  $\alpha$  em que as pás são "torcidas", mas não dependem da pressão do gás. Como acontece com as bombas moleculares,  $K_{\max}$  depende exponencialmente da velocidade da pá, de um fator geométrico específico para o tipo de bomba (geometria rotor-estator) e da raiz quadrada da massa molecular do gás:  $K_{\max} \propto e^{\sqrt{M} u g}$ , enquanto a velocidade máxima de bombeamento é proporcional ao produto de um fator  $G$  relativo à geometria rotor-estator e da velocidade da pá  $u$ , sendo independente do tipo de gás bombeado e da pressão:  $S_{\max} \propto u G$ . Um disco em operação funciona entre estes dois extremos. Para condições reais de bombeamento em que o disco tem velocidade de bombeamento real  $S$  e pressões diferentes entre os seus dois lados, e a taxa de compressão pode ser escrita  $K = \frac{p_v}{p_A}$  ( $p_v$  = pressão da exaustão,  $p_A$  = pressão na entrada da bomba), tem-se a seguinte relação entre a compressão  $K$  e a velocidade real de bombeamento:

$$S = S_{\max} \frac{K_{\max} - K}{K_{\max} - 1} \quad (6). \text{ Cálculos mais precisos devem levar em conta a tolerância entre o}$$

diâmetro externo do rotor e o diâmetro interno do estator, além da variação da geometria das pás com o raio.

As BTM's são montadas com vários discos em série com pás de diferentes geometrias. Cada disco pode ser encarado como uma bomba separada. Se a velocidade de bombeamento  $S_v$  do disco subsequente na direção do fluxo do gás é conhecida e a corrente molecular é constante,  $K$  na equação 6 pode ser substituído por  $S/S_v$ , e, começando com a velocidade de bombeamento  $S_v$  da bomba de apoio, e usando os valores de  $S_{\max}$  e  $K_{\max}$  para o primeiro disco do lado da exaustão, a velocidade real de bombeamento para este disco pode ser calculada, e, a partir daí, pode-se calcular para o segundo, etc, obtendo-se, no final a velocidade de bombeamento da bomba no regime molecular. Como acontece no caso da bomba molecular, também a velocidade de bombeamento da BTM depende da pressão na sua saída, ou seja, na mínima pressão da bomba de apoio, e também da sua velocidade de bombeamento  $S_v$ . Se  $K_{\max}$  para um determinado gás é pequena, a velocidade de bombeamento para este gás é função da razão  $S/S_v$ . Por exemplo, uma bomba com  $K_{\max}$  pequeno para  $H_2$  necessita de uma bomba de apoio maior para poder bombear o hidrogênio mais efetivamente.

A velocidade de bombeamento e a taxa de compressão de uma BTM decresce acima de pressões da ordem de  $10^{-3}$  torr por causa da interação entre as moléculas umas com as outras, pois nesse limite o livre caminho médio começa a ficar pequeno comparado com as dimensões dos elementos da bomba, e o fluxo começa a deixar de ser molecular. Como já colocado acima, a mínima pressão  $p_{\min}$  que uma BTM pode atingir é função direta da pressão mínima  $p_v$  na sua exaustão, e

pode ser calculada da expressão para a taxa de compressão:  $p_{\min} = \frac{p_v}{K_{\max}}$ . O aumento de  $K_{\max}$  com

o peso molecular do gás implica que gases pesados são altamente comprimidos e têm uma probabilidade de retro-migração muito pequena, e esta é a razão pela qual estas bombas produzem vácuos extremamente limpos e livres de hidrocarbonetos. A menor taxa de compressão para os gases leves é a razão pela qual a composição dos gases residuais resultantes do bombeamento de um sistema por uma BTM é rica em  $H_2$ . Obviamente, isto vale quando a câmara é selada com anéis metálicos; se a selagem é feita com elastômeros, a composição da atmosfera residual pode conter outros gases principais.

A Fig. 6.26 mostra curvas para a taxa de compressão de uma BTM com velocidade de bombeamento nominal de 1500 l/s como função da pressão mínima de exaustão para nitrogênio, hélio e hidrogênio. Fig. 6.27 mostra gráficos de velocidade de bombeamento para uma BTM de velocidade nominal de bombeamento de 145 l/s, utilizada com bomba de apoio de palhetas rotativas (duplo estágio) de velocidade 11 l/s. Note-se que quanto maior a massa molecular do gás, maior a velocidade de bombeamento, como já colocado acima. Por outro lado, a condutância da entrada da bomba é menor quanto maior a massa molecular do gás, e isso tem a tendência de contrabalançar a maior velocidade de bombeamento para os gases mais pesados. Note-se também que em um grande intervalo de pressões de entrada a velocidade de bombeamento é constante, decaindo marcadamente para pressões acima de  $10^{-3}$  (como já comentado acima), embora o motor mantenha a mesma velocidade de rotação até pressões ao redor de 1 mbar. Por outro lado, é necessário fazer notar que, embora haja um decréscimo na velocidade de bombeamento entre  $10^{-3}$  e  $10^{-1}$  mbar, ocorre simultaneamente um máximo no fluxo de massa  $Q = pS$  neste intervalo de pressões. Isto significa que as BTM's podem ser empregadas eficientemente em pressões de entrada relativamente altas, resultando em uma considerável diminuição no tempo para bombeamento de um sistema.

A velocidade de bombeamento da bomba de apoio pode ter um efeito significativo na velocidade de bombeamento de uma BTM na região de alta pressão, como mostrado pela Fig. 6.28.



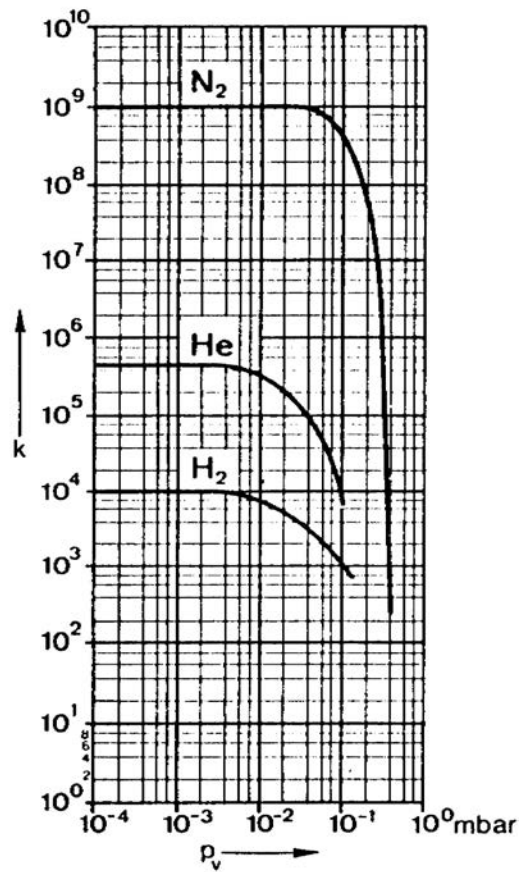


Fig. 6.26: Taxa de compressão como função da pressão de exaustão para vários gases, BTM de  $S = 1500$  l/s (fig. 7.16 Wutz pg 243)

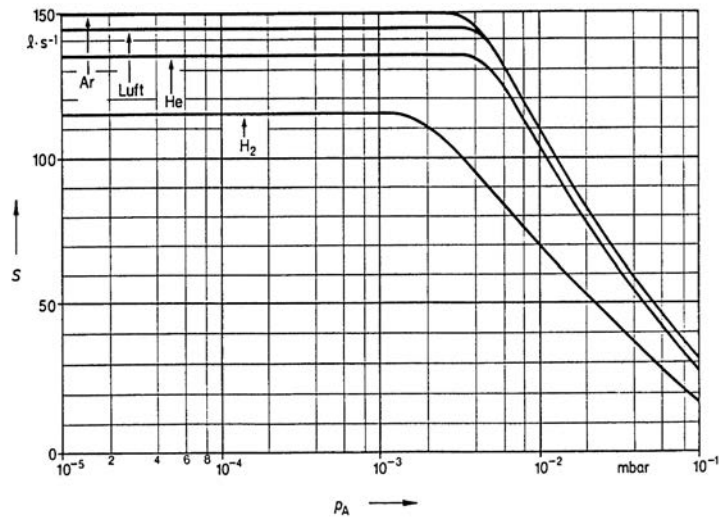


Fig. 6.27: Velocidade de bombeamento para diferentes gases em função da pressão na entrada da BTM (velocidade nominal de bombeamento de 145 l/s)

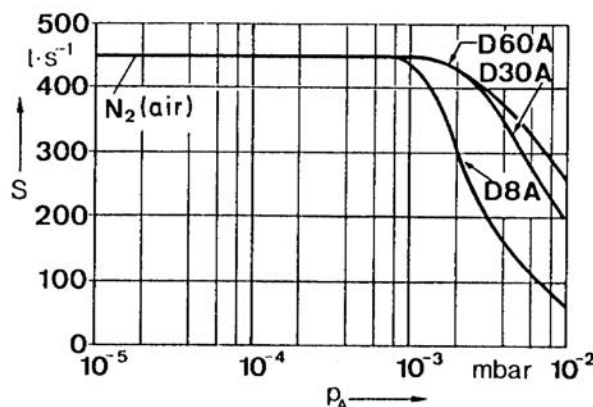


Fig. 6.28: Dependência da velocidade de bombeamento de uma BTM em função da capacidade da bomba de apoio (Fig. 7.13 Wutz pg 242)

Se a bomba de apoio tem uma capacidade muito pequena, então o efeito é o de estrangular a BTM (que no nosso exemplo tem velocidade de 450 l/s), como pode ser visto da curva marcada D8A, que corresponde a uma bomba de apoio de capacidade 8 m³/h. Quando se coloca uma bomba de apoio de capacidade 30 m³/h, vemos uma mudança significativa na velocidade de bombeamento em altas pressões. Passando para uma bomba de apoio de 60 m³/h, vemos que a melhoria não é muito significativa, indicando que, por razões econômicas, esta BTM deve funcionar com uma bomba de apoio de 30 m³/h.

A velocidade de bombeamento de uma BTM também depende da rotação do rotor, como mostrado pela Fig. 6.29 para uma bomba com velocidade nominal de bombeamento para o ar de 450 l/s. A frequência de rotação nominal para esta bomba é de 24.000 rpm, para a qual ela atinge a velocidade de bombeamento nominal de 450 l/s. Em rotações mais baixas a velocidade de bombeamento é correspondentemente menor, mas ainda é bastante considerável. Isto implica que mesmo durante o período de inicialização da bomba, quando ela está acelerando até a rotação de trabalho, ela possui grande capacidade de bombeamento, o que contribui significativamente para diminuir o tempo de bombeamento. Ao aumentarmos a velocidade de rotação, a velocidade de bombeamento correspondentemente aumenta.

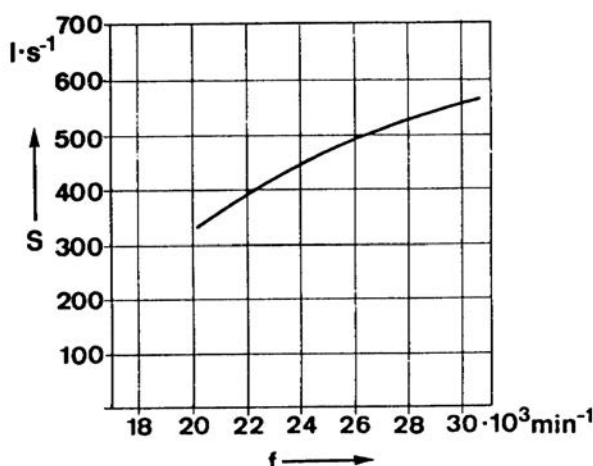


Fig. 6.29: Velocidade de bombeamento em função da velocidade de rotação (Fig. 7.15 Wutz pg 243)

No exemplo, ao aumentarmos para 30.000 rpm, a velocidade de bombeamento passa para 550 l/s. No entanto, esta maior velocidade requer mais dos rolamentos do rotor, de modo que para preservar o tempo de vida operacional da bomba recomenda-se operá-la na frequência indicada pelo fabricante.

## Projeto de BTM's

A velocidade de bombeamento e a taxa de compressão de uma BTM dependem fortemente da geometria do rotor e da velocidade de rotação. Várias geometrias rotor-estator foram desenvolvidas a partir do primeiro projeto de Becker. Estas novas geometrias, aliadas a maiores velocidades de rotação, permitiram rotores muito menores e mais leves.

Uma vez que o fluxo de massa é constante em cada estágio, as pás mais próximas à entrada de uma BTM são projetadas para ter uma alta velocidade de bombeamento e baixa compressão, enquanto que as pás mais próximas à exaustão são projetadas para ter alta taxa de compressão e baixa velocidade de bombeamento. Isto é ilustrado pela Fig. 6.30, que mostra os diferentes conjuntos de pás de uma BTM, e suas diferentes inclinações. Por razões econômicas é impraticável ter cada camada de pás com inclinações diferentes. Por isso, contrói-se conjuntos de 2 a 4 camadas com a mesma inclinação, cada qual projetada para uma velocidade de bombeamento e taxa de compressão.

As primeiras BTM's comerciais foram do tipo duplo fluxo (horizontais) com rotor duplo bombeando gás de uma entrada central para as laterais, onde era retirado pela bomba de apoio. BTM's verticais ou fluxo único, utilizando rotores simples, surgiram em 1969. Os rotores duplos permitem um projeto de rolamentos mais estáveis, mais vantajosos em termos de balanceamento e de baixo nível de vibrações. Os rotores simples apresenta menores perdas por condutância na entrada, enquanto que o tipo de rotor duplo apresenta perdas dos dois lados da entrada. Atualmente, poucos modelos de BTM's comerciais são de duplo fluxo, e em geral são bombas de altas velocidades de bombeamento.

De seu aparecimento até os dias de hoje a redução de tamanho de uma BTM foi espetacular. Isso foi possível graças ao aumento da velocidade circunferencial das pás, que passou de 150 m/s em 1958 a 400 a 500 m/s hoje, e também a mudanças na geometria do rotor. Evidentemente, altas velocidades de rotação implicam grandes cargas nos rolamentos ou na suspensão dos rotores.

Atualmente, a maior parte das BTM's são equipadas com rolamentos mecânicos lubrificados, ou por uma combinação de rolamento (suspensão) magnético na parte de alto vácuo e rolamento mecânico lubrificado na região de vácuo primário. Dependendo do diâmetro do disco, a velocidade de rotação pode atingir valores de 90.000 rpm, o que é possível por avanços no projeto de rolamentos e das técnicas de balanceamento dos rotores. Hoje são cada vez mais comuns os rolamentos com esferas cerâmicas (eventualmente chamados de rolamentos cerâmicos), cuja vantagem é que, devido à menor densidade das cerâmicas (nitreto de silício) em relação aos metais, as esferas cerâmicas são submetidas a menores tensões e forças centrífugas que as metálicas, o que leva a menor desgaste dos canais metálicos que as contém. Além disso, elas são mais duras que as metálicas e apresentam maior resistência à temperatura, apresentando maior estabilidade da forma esférica e desgaste mínimo delas e dos canais. Sua superfície é mais lisa, significando menor atrito, e a combinação de materiais diferentes (esferas cerâmicas/canais de aço) evita a formação de micro "escavações". Por isso, estes rolamentos são mais confiáveis mesmo em condições de baixa lubrificação.

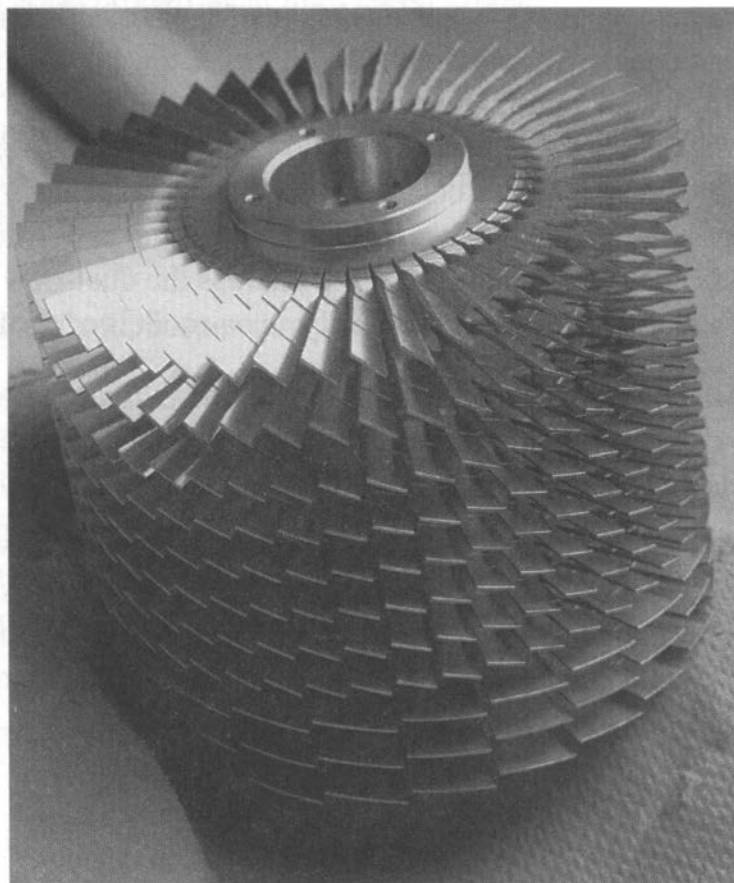


Fig. 6.30: Rotor com diferentes inclinações de pás de uma BTM (Fig. 5 Handbook pg 191)

Os lubrificantes para os rolamentos mecânicos devem satisfazer 3 condições: a) devem esfriar os rolamentos, porque, mesmo na região de vácuo primário, o calor deve ser transferido do canal interno para o externo pelo lubrificante; b) devem ter baixa pressão de vapor; c) devem ter boas propriedades lubrificantes em alta velocidade. Atualmente, a maior parte dos lubrificantes têm uma base sintética. Mesmo em baixas velocidades deve haver fluxo de lubrificante para troca de calor nos rolamentos, e para isso BTM's pequenas podem usar um sistema de "fuso", enquanto BTM's maiores usam sistemas de bombas para a circulação de lubrificantes. A utilização de rolamentos fechados lubrificadas internamente com graxas permite BTM's serem colocadas em qualquer posição. A utilização de "spindle bearings" permite o armazenamento de considerável quantidade de graxa, evitando a necessidade de re-engraxamentos por toda a vida útil da bomba.

Atualmente também se dispõe de BTM's com suspensão magnética em que todos os graus de liberdade do rotor podem ser controlados eletronicamente pela unidade de controle de velocidade através do monitoramento de sensores (de posição), o que permite o re-posicionamento contínuo do rotor. Assim, não há atrito e, portanto, desgaste, e o nível de vibração chega a ser uma ordem de grandeza menor que com o uso de rolamentos mecânicos. A Fig. 6.31 mostra o esquema de uma tal BTM. Muitos modelos de BTM's usam um arranjo híbrido, com suspensão magnética na região de alto vácuo e rolamento mecânico na região de vácuo primário.

As BTM's em geral têm o rotor do motor diretamente acoplado ao rotor da bomba, e o estator ao estator da bomba. Em geral, o motor é situado na região de vácuo primário. Três diferentes tipos de motores são usados: motor DC, motor AC e motor de histerese, todos acionados por conversores de frequência. O motor DC tem menor consumo de energia e também menores

perdas.

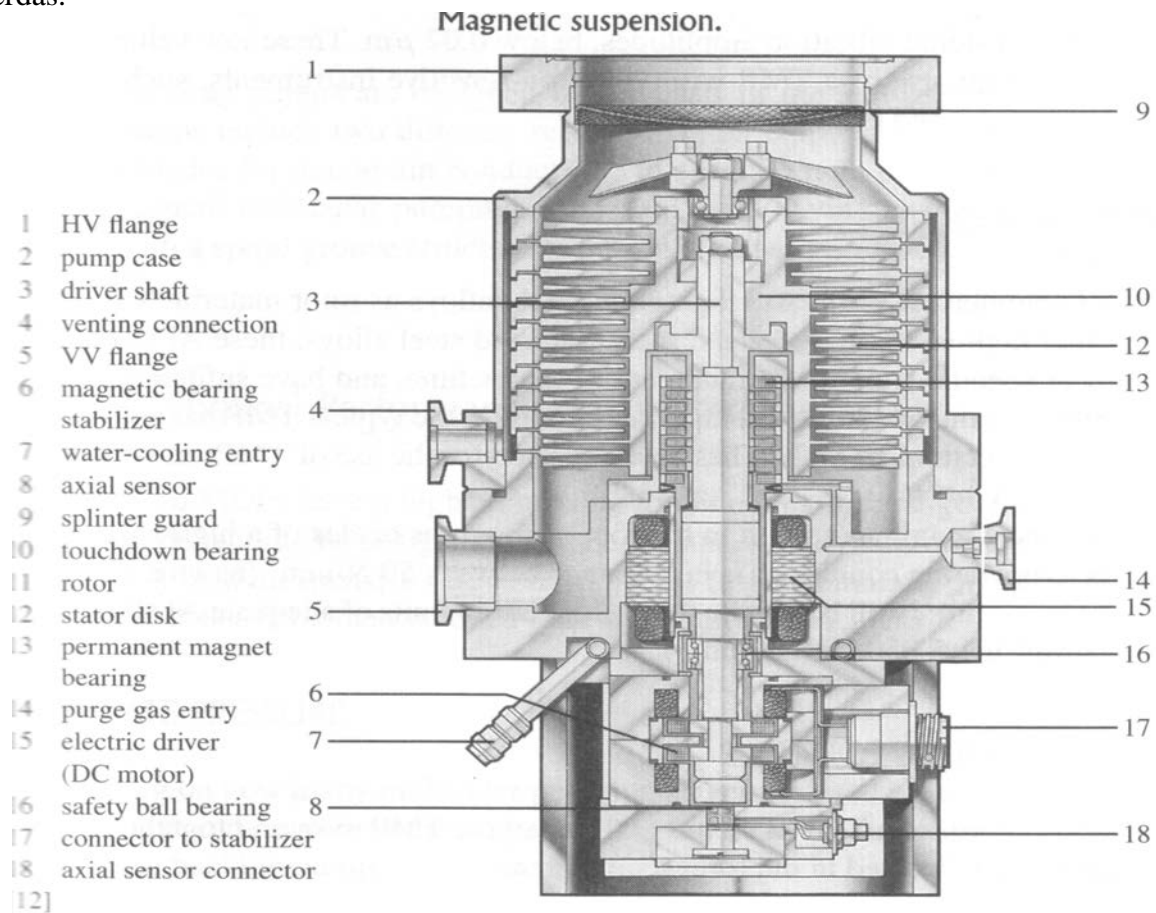


Fig. 6.31: Esquema de uma BTM com suspensão magnética (Fig. 6 Handbook pg 193)

## Bombas Híbridas (Turbomolecular e de Arraste Molecular)

Como já colocado acima, bombas turbomoleculares têm alta velocidade de bombeamento mas a máxima pressão na exaustão é relativamente baixa, ao redor de  $10^{-1}$  torr, enquanto que as de arraste molecular podem operar em pressões de exaustão muito maiores, ao redor de 10 torr ou acima, mas apresentam velocidades de bombeamento relativamente pequenas. Por esta razão, pensou-se na combinação de ambas, o que oferece a vantagem das altas velocidades de bombeamento num primeiro estágio turbomolecular, acoplada com a vantagem de altas taxas de compressão e altas pressões de exaustão de um segundo estágio de arraste molecular. Como resultado, têm-se a performance de uma BTM mas com pressões de exaustão duas ordens de grandeza maior, o que permite o uso de bombas secas, simples e baratas como bombas de apoio, conseguindo, mecanicamente, ultra-alto vácuo limpo a partir da pressão atmosférica. A Fig. 6.32 mostra o esquema de uma bomba híbrida.

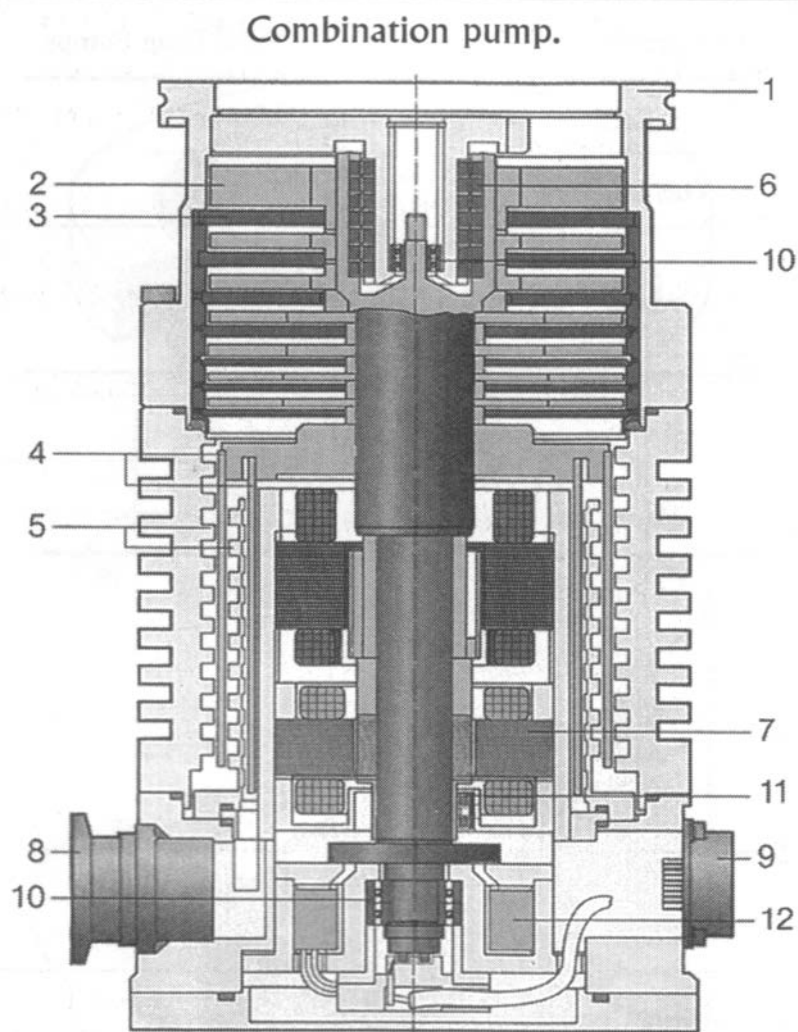


Fig. 6.32: Esquema de uma bomba híbrida (Fig. 8 Handbook pg 198)

Em geral estas bombas apresentam todos os elementos girantes em um único eixo, como mostrado na Fig. 6.32. Se estes elementos são colocados bastante próximos, o duto de gás formado de um para o outro será curto, assegurando alta condutância. Performances similares às das BTM e das bombas moleculares de arraste são obtidas para as bombas híbridas, sendo que para a maior parte das aplicações elas fornecem grandes fluxos de massa. Elas podem alcançar velocidades de bombeamento de 1500 l/s, com os modelos menores atingindo velocidades de até 90.000 rpm, e, dependendo da bomba de apoio, podem atingir pressões menores que  $10^{-10}$  torr. É importante evitar aquecimentos acontecendo entre componentes da bomba causados por estreitamentos de partes ou provenientes de atrito do gás, o que em geral requer o gerenciamento da temperatura da bomba. O arrefecimento das bombas pode ser feito por convecção ou com ar para os modelos de menor velocidade de bombeamento, e com água para os modelos de maior velocidade de bombeamento.



difundindo para o sistema bombeado nelas impingem e ficam retidas por condensação. A câmara do sistema a ser bombeado é ligada ao sistema de bombas de vácuo pela flange superior da armadilha de vapor. A parte inferior do corpo da bomba termina na placa PB que é o fundo da câmara de ebulição S, na qual o fluido é aquecido para prover o vapor que dá a ação de bombeamento para a bomba. Lateralmente é colocado o braço V do vácuo de apoio, que termina na flange F<sub>V</sub> para ligação à bomba de apoio. A parte do corpo da bomba acima do braço V é refrigerada por uma serpentina KR em que circula água, como na figura 6.33. Este arrefecimento pode ser feito também por uma camisa de água ou por circulação forçada de ar, utilizando-se um ventilador e aletas soldadas ao corpo da bomba. Dentro do corpo da bomba é colocado um sistema de bocais anelares (cilíndricos) ejetores de vapor de óleo. No caso da Fig. 6.33, temos quatro destes bocais, um de alta velocidade de bombeamento no topo, dois intermediários e um de alta pressão (estágios A a D). Comercialmente, temos bombas difusoras com menos ou com mais estágios.

O funcionamento da bomba difusora é ilustrado pela Fig. 6.34. O fluido da bomba é aquecido

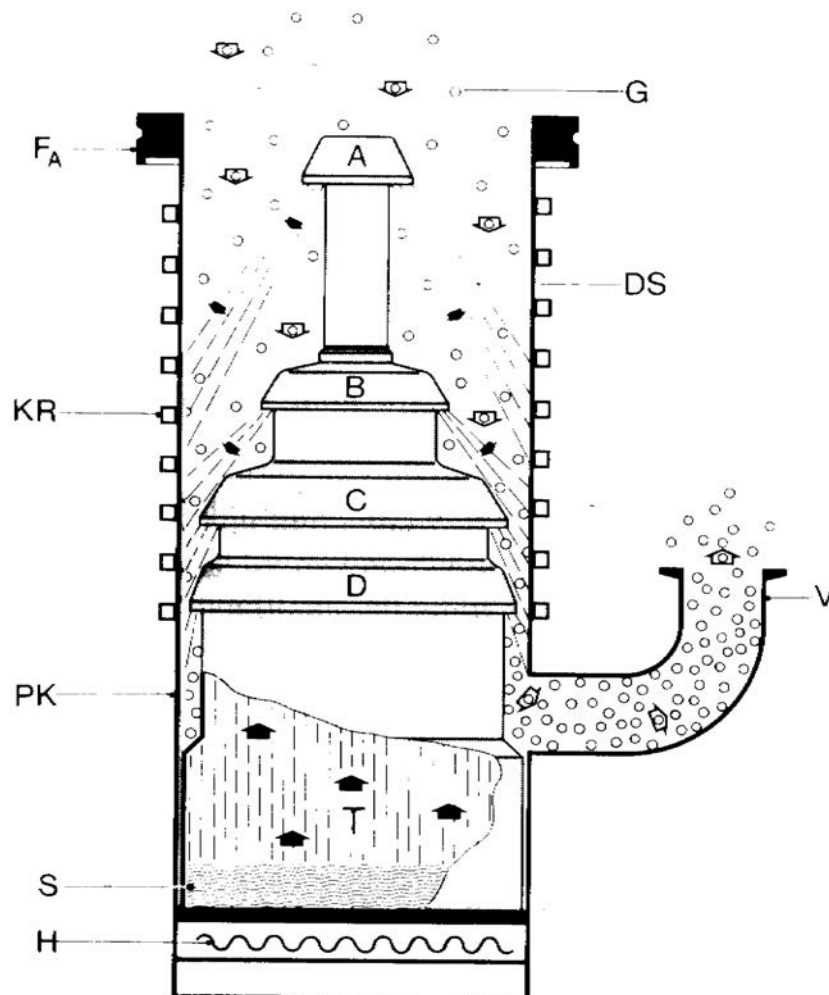


Fig. 6.34: Modo de operação de uma bomba difusora (Fig. 6.10 Wutz pg 208)

por um elemento aquecedor que pode ser externo ou interno à bomba, até a sua vaporização, produzindo vapor com pressão interna aos bocais ejetores A – D entre 1 e 10 torr. Esse vapor sobe ao longo do corpo interno da bomba até os bocais anelares A – D, e são ejetados por esses bocais (e suas tampas) para baixo em alta velocidade. Os jatos de vapor de fluido assim gerados expandem-se a partir dos bocais até atingirem a superfície interna refrigerada da bomba. Ao atingir a superfície fria



da bomba, o vapor condensa, e escorre, retornando ao ebulidor S, onde recomeça o ciclo. Dessa maneira, são geradas regiões de jatos anelares em forma cônica entre os bocais e a parede interna da bomba, nos quais as moléculas do fluido da bomba possuem velocidades supersônicas (Mach 3 a 8). As moléculas do gás a ser bombeado entram no topo da bomba pela flange  $F_A$  e encontram o jato de vapor do bocal A, no qual entram por difusão e então adquirem uma componente de velocidade na direção do fluxo do fluido da bomba por colisões. Deste modo, elas são dirigidas para próximo estágio, enquanto o vapor de óleo deste estágio condensa e sai do processo até ser novamente evaporado. Desta maneira, a pressão do gás é aumentada até atingir o último estágio, de onde são retiradas pela bomba de apoio.

À medida que o gás sendo bombeado é comprimido de um estágio para o seguinte, a taxa volumétrica de fluxo diminui correspondentemente, uma vez que o fluxo de massa é contante. Portanto, o conjunto interno de bocais é projetado de modo a dar uma área entre os bocais e a parede interna decrescente entre cada estágio de bombeamento.

Tabela 6.1: Fluidos de bombas difusoras (Tabela 5.1 Roth pg 225)  
Diffusion pump fluids.

Fluid	Chemical name	Molecular weight	Vapour pressure 25°C (Torr)	Boiling point at $10^{-2}$ Torr (°C)	Viscosity at 25°C (centistokes)	Ref.
Amoil S	i-diamyl sebacate	343.3	$10^{-6}$	111	—	(1)
Octoil	d-2-ethyl hexyl phtalate	390.3	$3 \times 10^{-7}$	122	75	
Octoil S	d-2-ethyl hexyl sebacate	426.3	$3 \times 10^{-8}$	1435	—	
Apiezon A	hydrocarbon	414	$2 \times 10^{-5}$	—	—	(2)
„ B	„	468	$4 \times 10^{-7}$	110	—	
„ C	parafinic hydrocarbon	574	$4 \times 10^{-9}$	125(265*)	295	
Silicone DC 702	Methyl polysiloxanes	530	$10^{-8}$	160	28	(3)
DC 703	„	570	$10^{-7}$	200	58	
DC 704	Phenyl polysiloxanes	484	$10^{-8}$	216*	47	
DC 705	„	546	$5 \times 10^{-10}$	243*	170	
Santovac 5/Conwalex 10	Mixed 5-ring polyphenil ether	447	$1 \times 10^{-9}$	288*	2500	(4)
Fomblin 425/9	Perfluoropolyether	2600	$5 \times 10^{-8}$	252**	180	(5)

(1) Bendix Corp., (2) Shell Chem. Co., (3) Dow Corning Corp., (4) Hickman (1962)., (5) Edwards Co.

\* Flashpoint.

\*\* Boiling Pt. at 1 Torr.

No início do uso das bombas difusoras o único fluido a ser usado era o mercúrio. Além da desvantagem do vapor de mercúrio ser altamente venenoso, o mercúrio apresenta pressão de vapor à

temperatura da água de arrefecimento relativamente alta –  $\approx 10^{-3}$  torr. Para manter uma pressão de vapor suficientemente baixa na câmara de vácuo é necessário a colocação de uma armadilha de baixa temperatura entre ela e a bomba. Atualmente bombas difusoras de mercúrio são usadas apenas em aplicações muito especiais, como em instrumentos de datação por  $C^{14}$  ou se a câmara a ser evacuada já contém vapor de mercúrio, como em retificadores a arco de mercúrio, situação em que não se requer uma armadilha refrigerada. Nos dias de hoje, os fluídos usados nas bombas difusoras são óleos minerais de alto peso molecular, óleos silicones e alguns éters polifenis. A Tabela 6.1 lista alguns dos óleos mais usados comercialmente.

Como mostrado na Tabela 6.1, existem muitos fluídos de alto peso molecular e com pressões de vapor extremamente baixas na temperatura da água de arrefecimento, e por isso em geral não há necessidade de armadilhas de baixa temperatura para se obter alto vácuo nas câmara sendo bombeadas. Por outro lado, uma considerável quantidade de moléculas do óleo de bombeamento migra para a câmara a partir do jato superior mais próximo à câmara, onde ocorre a sua condensação, o que é prejudicial para a maior parte das aplicações de alto vácuo. Esta retro-migração é quase toda prevenida (da ordem de 90%) usando-se uma capa-armadilha (cold cap baffle) imediatamente acima do bocal superior, como ilustrado pela Fig. 6.35, e resfriada por contacto térmico com a parede refrigerada da bomba.

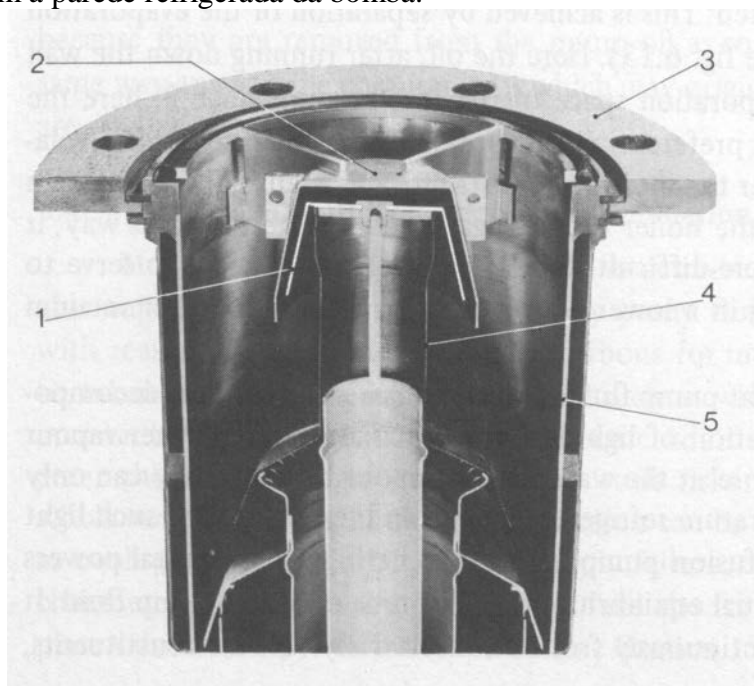


Fig. 6.35: capa-armadilha para uma bomba difusora (Fig. 6.11 Wutz pg. 209)

Para uma maior redução da retro-difusão do vapor de óleo para a câmara de vácuo, e para reduzir sua pressão de vapor na câmara à pressão de vapor na temperatura da água de arrefecimento, lança-se mão de armadilhas de vapor de placas, de discos ou do tipo chevron, refrigeradas com a água de arrefecimento, que são colocadas entre o topo da bomba e a câmara de vácuo (Fig. 6.36). Estas armadilhas possuem suas placas colocadas de modo que a linha de visada entre a bomba e a câmara sempre encontra uma de suas placas, o que torna extremamente provável o choque de uma molécula do óleo com uma das placas, e sua adesão a ela. Uma redução ainda mais efetiva é conseguida usando-se uma armadilha de vapor em que as placas são refrigeradas abaixo da temperatura ambiente, ou usando um refrigerador convencional, ou um não convencional como um refrigerador Peltier, ou utilizando nitrogênio líquido (ou armadilha criogênica); desse modo consegue-se obter condições de ultra-alto vácuo com bombas difusoras. No caso do uso destas armadilhas, o óleo que

as atinge fica tão espesso que não consegue fluir de volta à câmara de ebulição, o que exige o uso de uma capa-armadilha, refrigerada à temperatura da água de arrefecimento, de modo que a maior parte do óleo nela condensa e volta a escorrer para a câmara de ebulição.

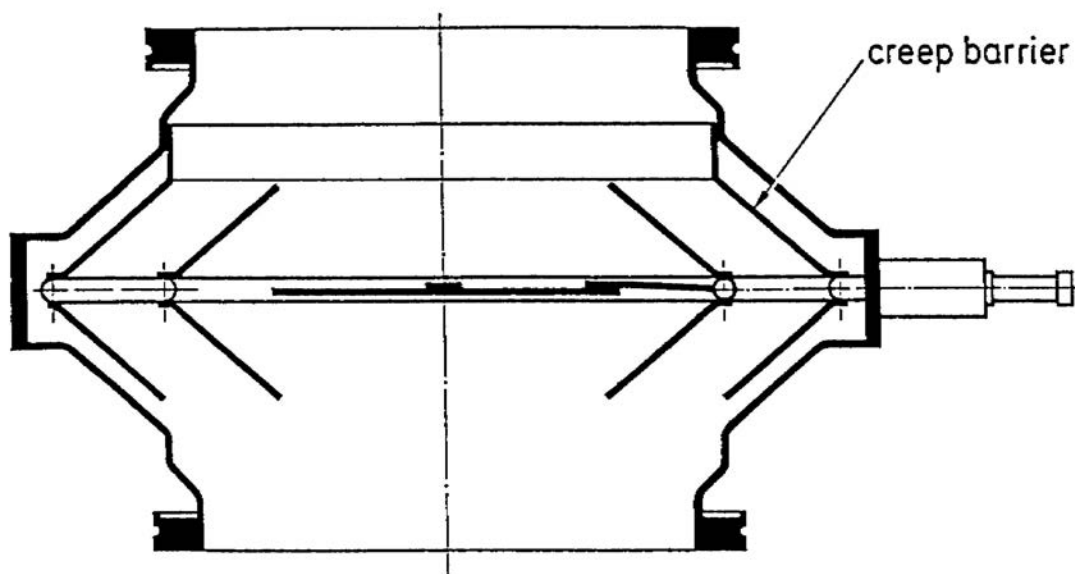


Fig. 6.36: Secção longitudinal de armadilha de vapor (Fig. 6.12 Wutz pg 210)

Para assegurar que o óleo depositado na armadilha de vapor flua para a câmara de vácuo por tensão superficial, usam-se barreiras contra este efeito consistindo de folhas finas de aço inox de baixa condutividade térmica ligando a carcaça da armadilha (não refrigerada) e a placa refrigerada da armadilha. Isto tem o efeito de fazer com que o filme de óleo na placa tenda a correr para a parte refrigerada, prevenindo a chegada do óleo à câmara de vácuo.

## Bombas difusoras fracionadoras

Ao contrário do mercúrio, os óleos de alto peso molecular não são substâncias uniformes, podendo apresentar-se como mistura de várias frações de menor peso molecular, e portanto, mais voláteis. O interesse, portanto, é fazer com que as frações menos voláteis (menor pressão de vapor) sejam utilizadas como vapor no estágio superior ou central, de mais baixa pressão da bomba. Isto é conseguido incorporando à bomba o princípio do fracionamento, ilustrado pela Fig. 6.37 para uma bomba de três estágios. Para esta aplicação, o espaço interno de cada estágio é separado por uma parede cilíndrica, de forma que o óleo evaporado em cada espaço anular alimenta apenas um bocal. O óleo condensado na superfície interna do corpo da bomba escorre para a câmara de ebulição, entrando primeiro no espaço de evaporação do terceiro estágio (de pressão mais alta), onde as frações mais voláteis e mais leves evaporam, deixando o líquido enriquecido nas frações menos voláteis; a seguir, o líquido assim enriquecido penetra no espaço do estágio intermediário, onde as demais frações leves evaporam, deixando o líquido que flui para a parte do primeiro estágio (central) com as frações mais pesadas, e portanto, de menor pressão de vapor. Desta maneira, a fração do óleo a eventualmente difundir para a câmara de vácuo será a que menor pressão de vapor apresentará.

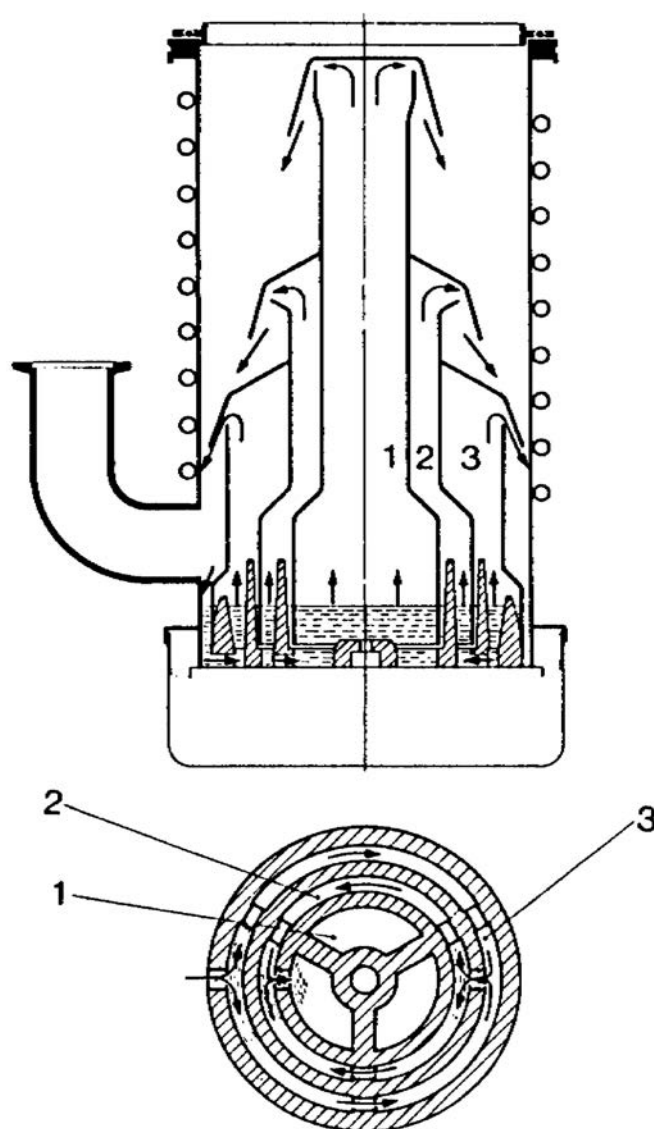


Fig. 6.37: Bomba difusora fracionadora de três estágios (Fig. 6.13 Wutz pg. 211)

Outro efeito que acontece com os óleos das bombas difusoras é a sua decomposição parcial provocada por efeitos térmicos e químicos durante a operação da bomba, resultando em frações muito leves, com alta pressão de vapor, que podem, se presentes no sistema, elevar a pressão final na câmara de vácuo várias ordens de magnitude em relação à pressão esperada da pressão de vapor do fluido original. Por isso, estas frações muito leves precisam ser retiradas do sistema, e isto é conseguido aquecendo-se a parede do corpo da bomba a aproximadamente  $150^{\circ}\text{C}$  acima da temperatura da água de arrefecimento. Este aquecimento, que é localizado abaixo do último estágio, é feito dimensionando-se corretamente a altura da espiral que conduz a água de arrefecimento em relação ao tubo que liga a bomba difusora à bomba de apoio, faz com que o óleo condensado que escorre pela parede perca, por evaporação, a fração leve quando atinge esta região aquecida, e esta porção re-evaporada nesta região é retirada do sistema pela bomba de apoio juntamente com o gás da câmara de vácuo. Esta característica também pode ser muito importante quando se está bombeando uma câmara que possui algum componente de alta pressão de vapor que se dissolve no óleo da bomba, e que é retirado imediatamente como se fosse uma fração leve do próprio óleo.

## Velocidade de bombeamento e pressão de apoio crítica

A velocidade de bombeamento de uma bomba difusora é determinada pelo tamanho da abertura de entrada e pelo assim chamado fator  $H_0$  (ver abaixo). Referindo-se à Fig. 6.34, designamos de área  $A$  ( $\text{cm}^2$ ) a área do anel formado pelo corpo da bomba e o bocal superior:

$$A = \frac{\pi D^2}{4} - \frac{\pi (D-t)^2}{4}, \text{ em que } D \text{ é o diâmetro da boca da bomba e } t/2 \text{ é a separação entre a}$$

parede do corpo da bomba e o bocal superior. De acordo com considerações hidrodinâmicas, é impossível a um gás de massa molecular  $M$  e temperatura  $T$  passar por essa área a um fluxo volumétrico excedendo

$$S_{\max} = 3.64 \sqrt{\frac{T}{M}} A \quad (7), \text{ que para o ar a } 20^\circ\text{C} \text{ resulta } S_{\max} = 11,6 \text{ A l/s. A razão entre a admitância,}$$

ou seja, a velocidade de bombeamento real  $S$  na entrada da bomba e o máximo fluxo volumétrico dado pela eq. 7 é conhecido como o fator  $H_0$  ou fator de velocidade, e designado  $H$ . Usualmente,  $H$  varia entre 0,30 e 0,45, com as bombas mais modernas atingindo valores de 0,5. Deste modo, a velocidade de bombeamento das bombas difusoras é dada por

$$S = H S_{\max} = 3,64 \sqrt{\frac{T}{M}} H \left( \frac{\pi}{4} \right) t (2D - t) \quad (8). \text{ Tomando } H = 0,4 \text{ e } t = D/3 \text{ (bombas difusoras}$$

grandes) a velocidade de bombeamento para o ar a temperatura ambiente é  $S \approx 2 D^2$  l/s. Ou seja, a título de exemplo, uma bomba com velocidade de bombeamento de 1000 l/s deve ter diâmetro da entrada de  $\approx 22,4$  cm, o que é muito aproximadamente comprovado pela prática.

Supondo que o fator  $H_0$  é independente do peso molecular do gás sendo bombeado, a eq. 8 diz que a velocidade de bombeamento de uma bomba difusora é inversamente proporcional à raiz quadrada da massa molecular do gás, ou seja, gases leves são bombeados com maior velocidade que os gases mais pesados. Isto é razoavelmente bem verificado na prática. A eq. 8 também implica que a velocidade de bombeamento é independente da pressão, o que é experimentalmente verificado para intervalos de pressão de várias décadas, como mostrado pela Fig. 6.38. Na máxima pressão na qual se inicia o processo de bombeamento pelo vapor (ponto A da Fig. 6.38a), a ação de bombeamento provoca um abaixamento da pressão, e portanto, da densidade molecular, o que por sua vez provoca diminuição da retro-migração, aumentando a velocidade de bombeamento. Esta continua a crescer até que a pressão é tal que a taxa de retro-migração no bocal superior já não é determinada pela densidade do gás de entrada, mas pela taxa à qual o gás é retirado do jato de óleo (ponto B, Fig. 6.38a). A partir daí, para pressões ainda menores, a velocidade de bombeamento permanece constante neste valor máximo, como descrito pela curva ABCD na Fig. 6.38a.

A pressão mínima que a bomba pode atingir é, em princípio, determinada pela pressão de vapor do fluido da bomba, e utilizando armadilhas refrigeradas, pressões significativamente mais baixas podem ser obtidas. Na prática, todavia, a pressão mínima é ditada também pelas características do sistema sendo bombeado, pois a velocidade de bombeamento torna-se nula quando a carga de gás (proveniente de degaseificação ou de vazamentos, ou de ambos) torna-se igual à máxima taxa à qual a bomba consegue retirar o gás. Esta situação mais realista é ilustrada pela curva ABCE da Fig. 6.38a, em que a velocidade de bombeamento torna-se muito baixa para pressões menores que  $5 \cdot 10^{-6}$  torr. A Fig. 6.38b ilustra o comportamento da velocidade de bombeamento para diferentes gases, incluindo as frações leves provenientes da decomposição do fluido da bomba. Notar que a mesma bomba apresenta diferentes velocidades de bombeamento para os diferentes gases e

também radicalmente diferentes pressões mínimas. Por outro lado, o comportamento de alta pressão é essencialmente o mesmo para todos os gases.

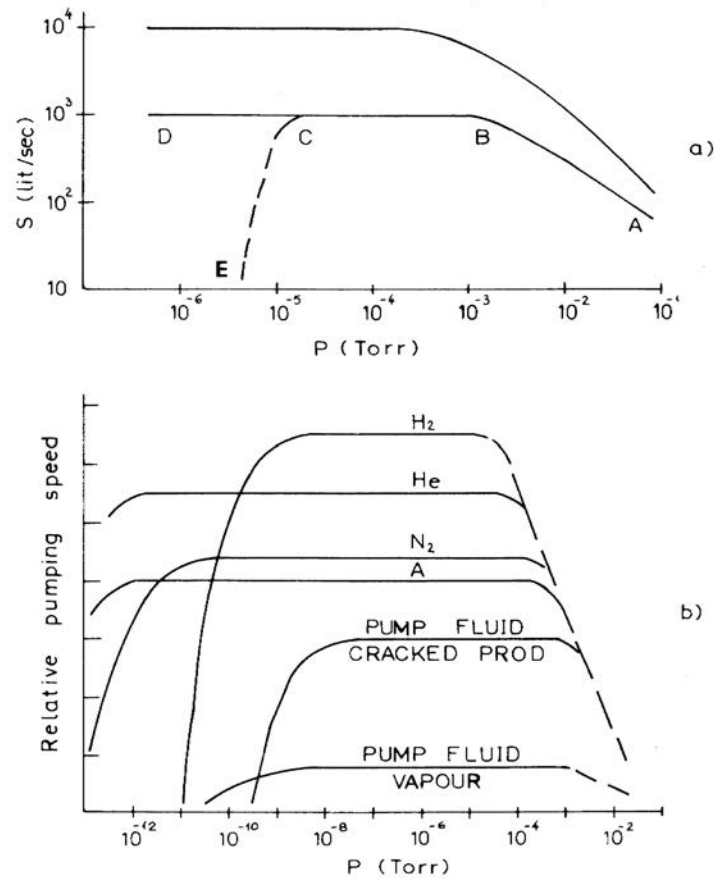


Fig. 6.38: Características típicas de velocidades de bombeamento de bombas difusoras (Fig. 5.30 Roth pg. 223)

A pressão  $p_A$  na entrada de uma bomba difusora também é uma função da pressão de apoio  $p_V$  fornecida pela bomba de apoio na sua exaustão, como ilustrado pela Fig. 6.39.

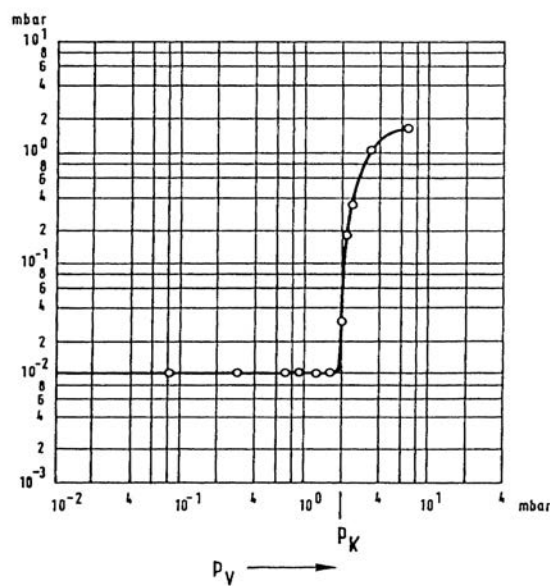


Fig. 6.39: Pressão de entrada como função da pressão de apoio (Fig. 6.15 Wutz pg. 213)

Como se observa,  $p_A$  é independente de  $p_v$  abaixo de uma determinada pressão de apoio, mas aumenta muito rapidamente para valores maiores, mas situados ao redor desta pressão de apoio crítica, o que indica que a ação de bombeamento da bomba colapsa completamente. O que acontece é que o vapor de óleo gerado não tem energia e densidade suficientes para prevenir que o ar presente na linha de exaustão flua para a câmara de vácuo. Nesse movimento, este retro-fluxo de ar arrasta o vapor de óleo consigo. Por isso, é essencial que o funcionamento da bomba difusora dê-se para valores de  $p_v$  menores que o valor crítico. Além disso, as bombas de apoio devem ser dimensionadas para ter capacidade de fluxo de massa equivalente ao maior fluxo de massa que a bomba difusora é capaz de retirar do sistema, caso contrário o conjunto não funcionará a contento.

## 5) Bombas de Condensação – Bombas criogênicas

As bombas criogênicas são bombas de aprisionamento que funcionam por adsorção e por adsorção seguida de condensação nas paredes frias da bomba. As primeiras bombas criogênicas foram concebidas a partir da década de 1930 usando líquidos criogênicos como nitrogênio líquido (LN2) e hélio líquido (LHe) para produzir refrigeração. Embora simples de construir, elas eram limitadas a uma única orientação (posição) e requeriam re-enchimento dos líquidos frequentemente. O grande feito na área de bombas criogênicas foi o desenvolvimento do refrigerador de Gifford-McMahon, em seguida associado ao uso de carvão ativado para a adsorção de hidrogênio, neônio e hélio, na década de 1960, que permitiu liberar as bombas da constante atenção sobre os líquidos criogênicos e também permitiu colocar as bombas em qualquer posição.

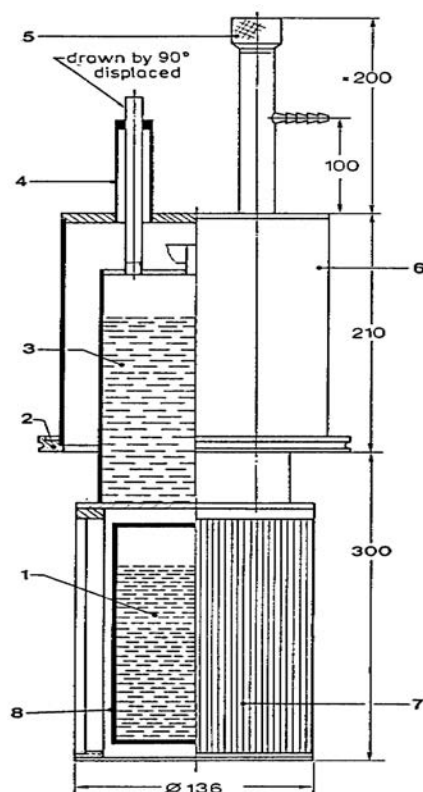


Fig. 6.40: Bomba criogênica tipo armadilha (Fig. 10.44 Wutz pg. 380)

Podemos dividir as bombas criogênicas em três tipos. O primeiro corresponde às bombas que contém um recipiente para o líquido criogênico, que tem que ser suprido intermitentemente de uma fonte externa. O segundo tipo corresponde às bombas em que o líquido criogênico flui continuamente a partir de um reservatório associado à bomba, e o terceiro tipo é aquele em que as baixas temperaturas são fornecidas por um refrigerador (em geral do tipo Gifford-McMahon) integrado à bomba. Vamos descrever em maior detalhe os três tipos.

A Fig. 6.40 ilustra o tipo mais simples de bomba criogênica, que corresponde, em princípio, a uma armadilha criogênica. A parede do recipiente interno que contém LHe prove a parede fria que faz o bombeamento.

Para manter o consumo de LHe baixo, esta parede é rodeada por uma barreira de radiação resfriada com LN<sub>2</sub>, em forma de veneziana opaca (opaque baffle). Quando a atmosfera contém componentes de mais alto ponto de ebulição, esta veneziana serve como uma bomba auxiliar para estes componentes. Bombas deste tipo encontram campo em aplicações muito especializadas, como por exemplo em aceleradores gigantes de partículas.

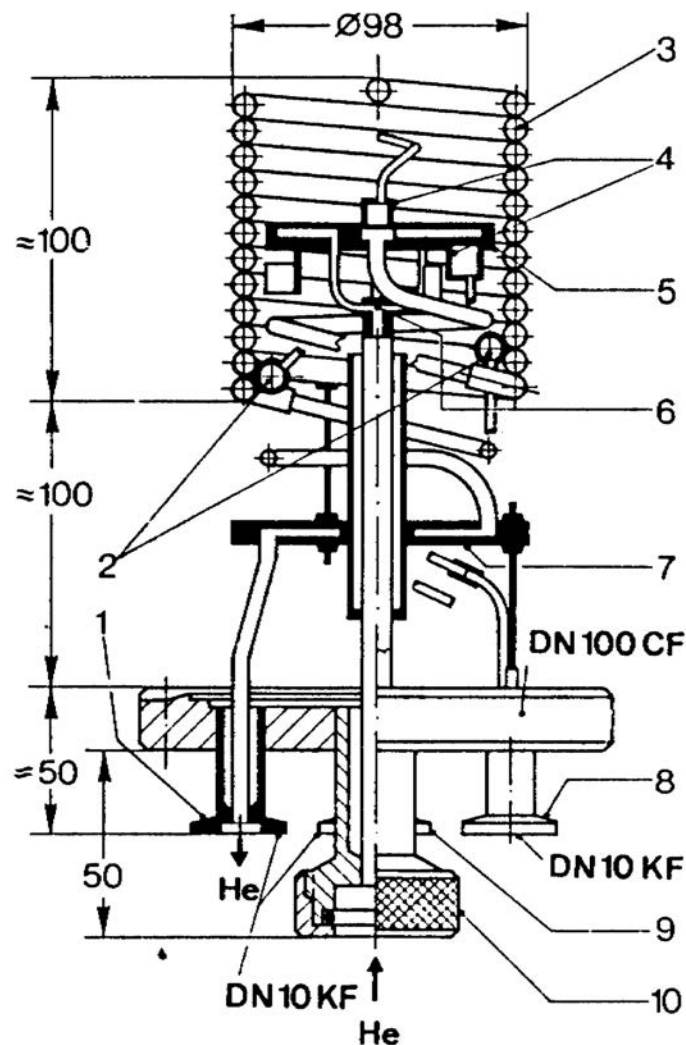


Fig. 6.41: Bomba criogênica de fluxo contínuo (Fig. 10.46 Wutz pg. 381)



A Fig. 6.41 ilustra o princípio de funcionamento do segundo tipo de bomba criogênica. Neste caso, a superfície interna 5 pode ser resfriada por circulação de He até 2,5 K, enquanto que a superfície cilíndrica 3 pode atingir temperaturas no intervalo de 18 a 20 K, e simultaneamente serve como uma barreira de radiação para a superfície 5. Em condições de ultra-alto-vácuo, a superfície 5 pode condensar hidrogênio, enquanto a superfície 3 pode condensar os demais gases de pontos de ebulição mais altos. Esta bomba apresenta velocidade de bombeamento de 2000 l/s para hidrogênio e 5000 l/s para nitrogênio com um consumo de 1 l/h de LHe. A Fig. 6.42 ilustra uma bomba criogênica de grande porte usada em câmara de simulação espacial.

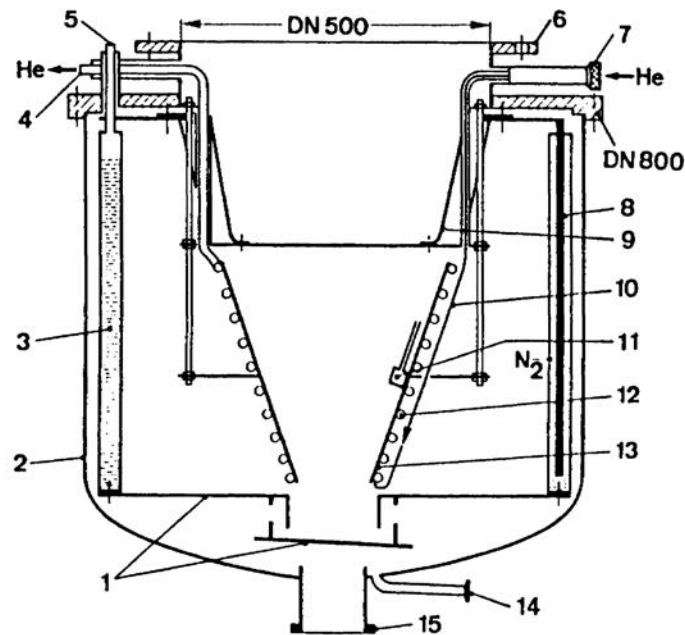


Fig. 6.42: Bomba criogênica para simulação espacial (Fig. 10.47 Wutz pg. 382)

Esta bomba retira ar e vapor d'água da câmara até uma pressão mínima da ordem de  $10^{-6}$  torr, com velocidade de bombeamento de 12000 l/s para nitrogênio em uma placa fria mantida a 20 K com consumo de 1 l/h de LHe. Para esta bomba, as placas que servem de blindagem de radiação são resfriadas por LN2.

A Fig. 6.43 ilustra uma bomba criogênica com refrigerador. A carcaça da bomba é usualmente de aço inox ou de alumínio, possuindo uma flange para conexão ao sistema a ser bombeado. No exemplo mostrado, o refrigerador de dois estágios é soldado ou ligado a esta carcaça. Peças massiças de cobre (niquelado) são ligadas aos dois estágios do refrigerador de modo a propiciar uma troca de calor eficiente entre estes estágios e os arranjos de aletas condensadoras. Uma blindagem térmica de cobre na forma de um balde, pintado de preto na superfície interna, é ligada ao primeiro estágio do refrigerador. Mantido a 65 K ou acima, esta blindagem absorve o calor que chega da câmara. Sua superfície externa é niquelada para reduzir a transferência de calor por radiação da parede externa. Na sua extremidade faceando a câmara de vácuo, é colocado um sistema de aletas circulares em forma de venezianas (chevron circular) feitas de cobre niquelado e mantidas, por contacto com o balde, a aproximadamente 65 K também. Este conjunto serve como bomba auxiliar para vapor d'água.

Dentro do volume delimitado pelo balde e o conjunto superior de venezianas localiza-se um segundo conjunto de aletas circulares, feitas de cobre niquelado, e termicamente ligadas ao segundo

estágio do refrigerador, que atinge temperaturas entre 10 e 20 K, e que serve como bomba de condensação para gases como argônio, nitrogênio e outros gases provenientes da câmara. Uma grande parte das superfícies destas aletas é recoberta com carvão ativado, que funciona como uma terceira bomba de adsorção, agora para os gases hidrogênio, neônio e hélio. A bomba ilustrada na Fig. 6.43 tem o refrigerador solidário a ela, mas isso em geral não é necessário, pois a configuração Gifford-McMahon permite a separação física entre o compressor e os estágios frios, de modo que pode-se ter o corpo da bomba com os estágios do refrigerador, e o compressor, à parte, sendo a eles conectado via tubulação flexível e comprida.

Este tipo de bomba criogênica pode ser produzida em vários tamanhos padronizados, com velocidades de bombeamento variando de 800 a 18000 l/s para nitrogênio, e, com dimensionamento apropriado das superfícies recobertas com carvão ativado, velocidades de bombeamento similares para hidrogênio.

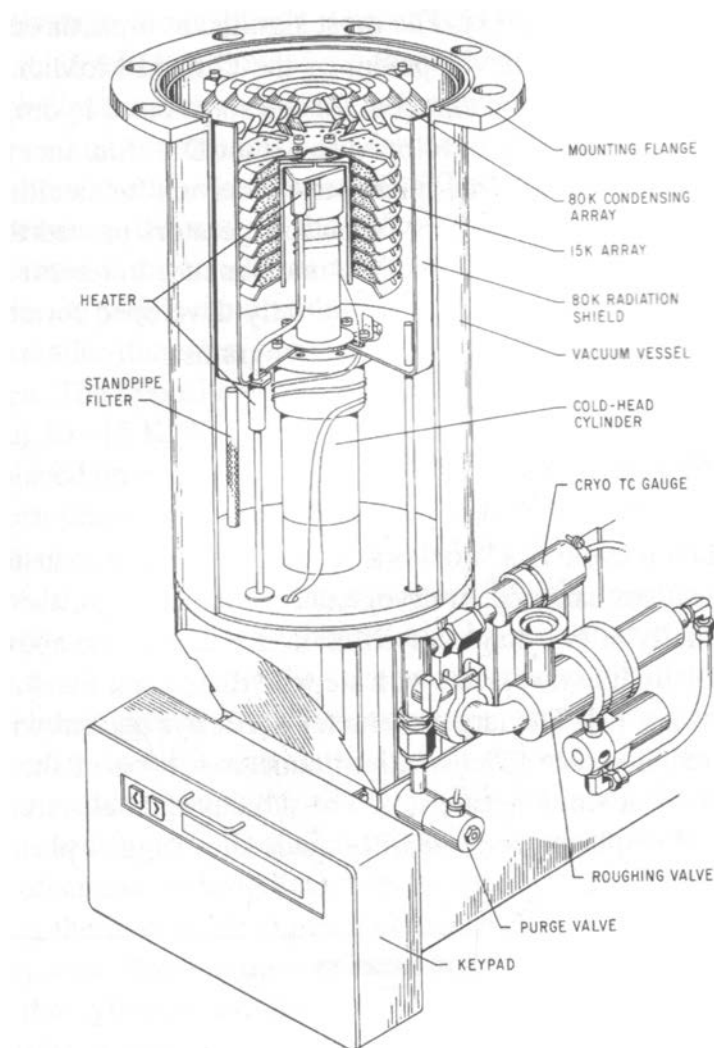


Fig. 6.43: Bomba criogênica com refrigerador (Fig. 2 Handbook pg. 151)

A primeira grande aplicação comercial deste tipo de bomba criogênica foi substituir bombas difusoras em evaporadoras de alto vácuo, onde o grande atrativo é a obtenção de vácuo da ordem de  $10^{-7}$  torr livre de contaminação com óleo em processos de evaporação catódica e evaporação térmica tanto na área eletrônica quanto na de óptica fina. Outras aplicações apareceram, onde o interesse é

sempre alta velocidade de bombeamento e vácuo limpo de contaminação.

Estas bombas podem operar desde pressões de  $5 \cdot 10^{-3}$  torr até  $10^{-11}$  torr, e são omnívoras, ou seja, adsorvem todos os gases muito rapidamente. O fator que coloca a mínima pressão possível para estas bombas é a pressão de vapor dos condensados na temperatura das placas em que estão condensados.

## Bombas de Sorção

### Bombas de adsorção:

Como já colocado anteriormente, alguns materiais como zeolitas e carvão ativado apresentam uma área superficial muito grande comparada com o que seria de se esperar da área geométrica que os delimita. A origem destas imensas superfícies internas é a própria estrutura cristalina no caso das zeolitas, como ilustrado pela Fig. 6.44, e a grande quantidade de poros originados da estrutura vegetal no caso dos carvões ativados.

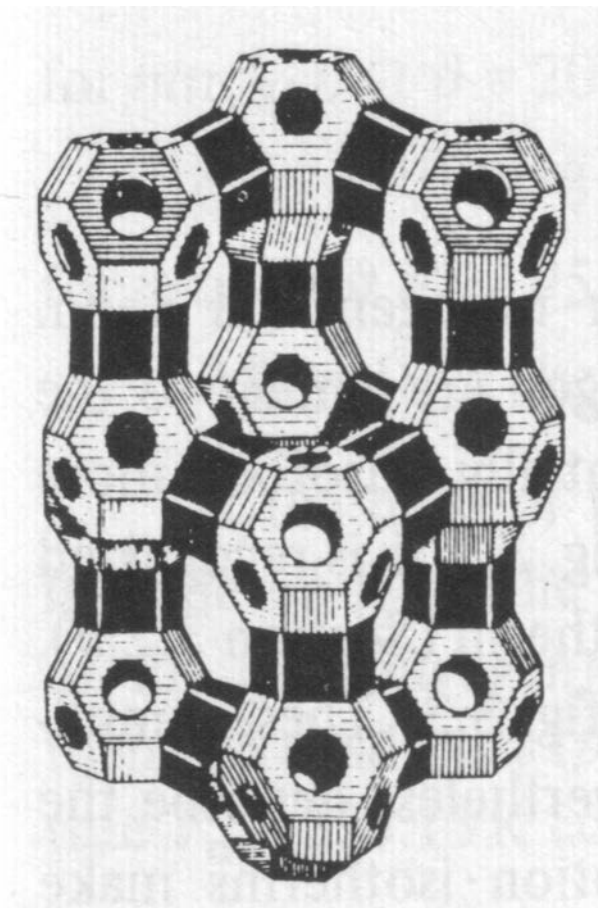


Fig. 6.44: Esquema da estrutura de uma zeolita tipo X (Fig. 8.2 Wutz pg. 257)

Estas áreas têm valores da ordem de  $1.000 \text{ m}^2/\text{g}$ , onde a massa é a do material. Estas áreas imensas podem, obviamente, armazenar, por adsorção em baixas temperaturas, uma considerável quantidade de gás. Basta lembrar do Cap. III que a formação de uma monocamada adsorvida tem uma densidade molecular superficial de  $1 \cdot 10^{15}$  moléculas/ $\text{cm}^2$  para se ter uma idéia da quantidade de gás

que cada grama de material adsorçor pode armazenar (supondo sempre a formação de uma monocamada completa). Usualmente, as bombas de adsorção utilizam zeolitas como elementos adsorçores.

A adsorção de gases em superfícies depende não apenas da temperatura mas também da pressão do gás, como ilustrado pela Fig. 6.45 para o caso de zeolita 13X. Dessa figura fica muito claro que a adsorção de gases nobres como neônio e hélio, presentes no ar atmosférico em pequenas quantidades (ver Tabela II, Cap. 1), mesmo na temperatura de LN2, é muito pequena, de modo que, se o sistema é bombeado a partir da pressão atmosférica, pode-se conseguir uma pressão parcial de  $N_2$  e dos demais gases muito baixa, no campo de ultra-alto-vácuo, mas a pressão total do sistema ficará ao redor da pressão parcial destes dois gases,  $10^{-2} - 10^{-3}$  torr. Por isso, é recomendado sempre que o sistema seja inicialmente bombeado por uma bomba mecânica, mesmo ao risco de contaminação por hidrocarbonetos, para reduzir a pressão parcial destes dois gases de modo a que sua influência no vácuo final seja pequena ou desprezível. Isto significa que a mínima pressão a ser conseguida destas bombas depende do tipo de processo realizado, podendo situar-se entre  $10^{-2} - 10^{-3}$  torr quando se inicia o bombeamento a partir da atmosfera, ou podendo atingir valores de ultra-alto-vácuo se ocorrer bombeamento primário.

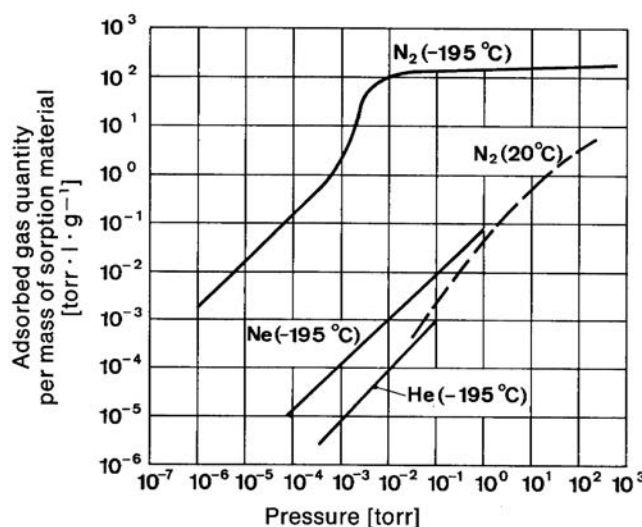


Fig. 6.45: Curvas de adsorção para zeolita 13X (Fig. 28.1 Manual Leybold, pg. 28)

A velocidade de bombeamento destas bombas é dependente tanto da natureza do gás quanto do recobrimento da superfície, e, portanto, varia com o tempo de uso da bomba. Os melhores valores são obtidos para nitrogênio,  $CO_2$ ,  $H_2O$  e hidrocarbonetos.

A construção destas bombas é muito simples, consistindo de um recipiente em alumínio ou aço inox, internamente aletado para uma boa troca de calor, no qual é colocado o material adsorçor, como zeolita 13X. O recipiente é conectado ao sistema de vácuo através de um pescoço e uma flange, tendo uma válvula intermediária. O recipiente possui uma saída de regeneração que funciona também como válvula de segurança, e possui três alças que permitem o acoplamento de um recipiente de LN2. A Fig. 6.46 ilustra um corpo de bomba.

Fig. 6.46: Secção esquemática de uma bomba de adsorção (Fig. 27.2 Manual Leybold pg. 27)

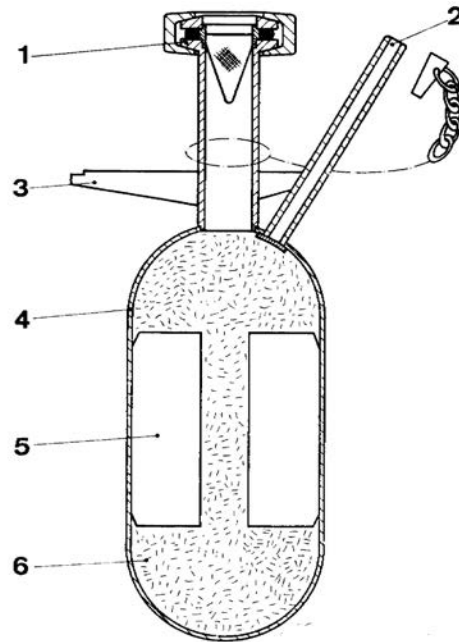


Fig. 27.2. Section through an adsorption pump  
1 Inlet port; 2 Degassing port (safety outlet); 3 Support; 4 Pump body;  
5 Thermal conducting vanes; 6 Adsorption material (e.g. zeolite).

A utilização das bombas em geral é aos pares, como ilustrado pela Fig. 6.47. O sistema é inicialmente ligado à bomba que está resfriada pelo LN<sub>2</sub>, que fica ligada ao sistema até a saturação. A seguir, sua válvula é fechada, o recipiente de LN<sub>2</sub> é passado para a outra bomba, cuja válvula é aberta ao sistema. Por sua vez, a válvula de regeneração da bomba em aquecimento é aberta para uma bomba de apoio e ela é aquecida através de uma cinta térmica até a temperatura ambiente, de modo que todo o gás adsorvido é liberado e retirado pela bomba primária. Se houve adsorção significativa de água, a zeólita é aquecida entre 250 e 350°C durante várias horas para poder ser regenerada. A segunda bomba é utilizada até sua saturação, e substituída pela primeira, e assim o sistema funciona o quanto for necessário.

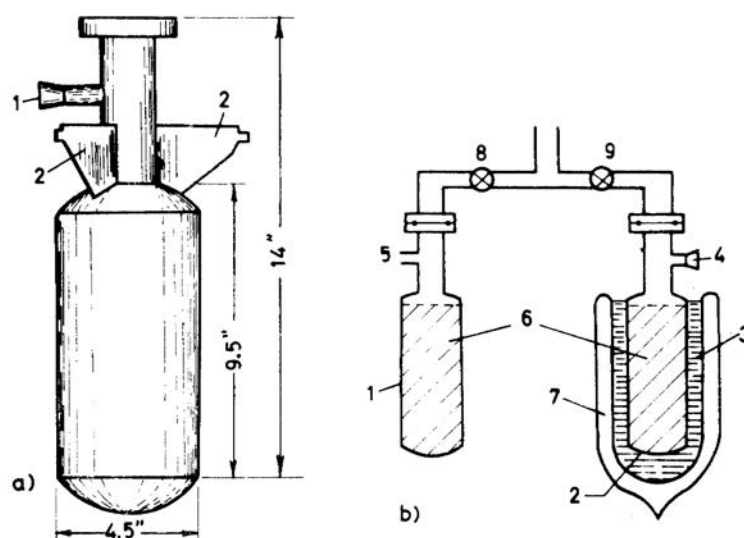


Fig. 6.47: Esquema de uso de duas bombas adsorçoras (Fig. 5.48 Roth pg 245)

## Bombas de Aprisionamento Químico (Getter Pumps)

Nesta secção vamos tratar de bombas de aprisionamento químico, que, diferentemente das bombas criogênicas e de sorção, que utilizam aprisionamento físico, utilizam uma reação química entre os gases e a substância absorçora para o aprisionamento destes gases. A utilização de aprisionadores químicos para a melhoria ou manutenção de vácuo em sistemas selados é conhecida desde os primórdios da tecnologia de alto vácuo (ver "Descrição Histórica" e Tabela I no Cap. I), e corresponde ao uso de substâncias colocadas dentro das câmaras de vácuo que são "ativadas" para a absorção dos gases "ativos" nestas câmaras formando ligações químicas relativamente fortes com eles. O termo "ativado" atribuído às substâncias aprisionadoras significa que estas substâncias apresentam-se usualmente incapazes de absorver gases por terem suas superfícies bloqueadas para a reação química de aprisionamento por uma camada de reação que torna essa superfície inerte aos gases, pois deles fica isolada. O processo de ativação corresponde a aquecer estas substâncias a uma temperatura tal que permita aos gases reagidos na superfície migrarem, por difusão, para o interior da substância, deixando a superfície livre para reagir com os gases da atmosfera. Em geral, usam-se como substâncias aprisionadoras materiais que dissolvem os próprios óxidos, como titânio, ou cujos óxidos sejam voláteis, como no caso do molibdênio.

O mecanismo de reação gás-metal citado acima acontece com vários gases, como o oxigênio, o nitrogênio, o monóxido de carbono e dióxido de carbono, que são denominados gases ativos. É preciso citar também que o caso do hidrogênio é diferente, pois este gás é aprisionado por difusão para dentro dos materiais aprisionadores formando uma solução sólida quando em pequenas quantidades (ou formando hidretos quanto em quantidades maiores) e em temperaturas relativamente baixas. Por outro lado, o hidrogênio pode deixar o material em temperaturas mais altas, de modo que, em geral, é necessário utilizar o aprisionador químico em temperaturas altas para o aprisionamento dos demais gases, e depois, abaixar sua temperatura para a absorção do hidrogênio remanescente. Uma outra categoria de gases encontrados residualmente em câmaras de vácuo são os hidrocarbonetos, como o metano, cuja adsorção pode ser física em baixas temperaturas, como a temperatura ambiente, ou podem ser absorvidos em altas temperaturas por quebra da molécula em hidrogênio e carbono, o primeiro absorvido por difusão e o segundo por reação com o aprisionador. Mecanismo similar ocorre com o vapor d'água. Os gases nobres não são aprisionados.

Foi citado acima o uso de aprisionadores químicos em sistemas de vácuo selados, e este uso ainda é muito intenso, como por exemplo em tubos de raios catódicos para TV ou monitores de computadores. No entanto, um dos desenvolvimentos modernos é a aplicação dos aprisionadores químicos em forma de bombas de vácuo, em geral destinadas ao intervalo de ultra-alto-vácuo. Vamos discutir, sem muitos detalhes, ambas as aplicações.

No caso de tubos eletrônicos fechados, como válvulas e tubos de TV e de monitores de computadores, sempre se procura o melhor vácuo antes de selá-los, inclusive com o aquecimento para degaseificação. No entanto, após a selagem, sempre há evolução de gás por dessorção das paredes ou mesmo de filamentos e seus suportes quando aquecidos para o funcionamento do tubo. Por isso, a tendência é a pressão aumentar e comprometer o funcionamento do tubo. O aumento de pressão pode ser prevenido pelo uso de um aprisionador, ou seja, uma substância que é evaporada ou ativada por aquecimento e que faz a absorção destes gases evoluídos durante o funcionamento do tubo.

## Tipos de aprisionadores

É comum hoje a classificação dos aprisionadores em dois tipos, os evaporáveis e os não-evaporáveis. Em princípio todo material aprisionador pode ser usado como evaporável ou como não evaporável, e, na prática, temos vários exemplos, como o Ti. No entanto, por razões práticas, alguns materiais são usados preferencialmente como evaporáveis, enquanto outros são usados como não evaporáveis.

No caso dos aprisionadores evaporáveis, o material é evaporado por aquecimento a uma temperatura suficientemente alta para provocar sua sublimação (ou fusão e evaporação) dentro da câmara de vácuo, de modo a formar um filme na superfície da câmara de vácuo. Este processo de evaporação corresponde, simultaneamente, ao processo de ativação do aprisionador. Imediatamente após a evaporação, o material começa sua função de absorver os gases ativos, ou seja, inicia sua função de bomba de sorção, cuja velocidade e capacidade de sorção dependem da superfície geométrica da câmara e da superfície real do filme, que por sua vez depende das condições de evaporação. A Tabela 6.2 mostra os principais materiais que servem como aprisionadores evaporáveis, bem como os não evaporáveis. Historicamente, o fósforo é usado na fabricação de lâmpadas incandescentes, e os metais alcalinos terrosos apresentam boas propriedades de aprisionamento, mas os mais usados na prática são o bário e o titânio.

Tabela 6.2: Principais materiais usados como aprisionadores

<i>Evaporáveis</i>	<i>Não-evaporáveis</i>
Fósforo vermelho	Zircônio
Estrôncio	Titânio
Cálcio	Háfnio
Bário	Tório
Titânio	Terras Raras
	Ligas à base de Zr e Ti

## Filmes aprisionadores de Bário

Deveríamos, aqui, estarmos referindo-nos a bombas de sublimação de bário, mas como, na maior parte das aplicações, ocorre apenas uma evaporação formando um filme de bário em tubos que são selados, vamos nos referir a filmes aprisionadores de bário, embora, a rigor, tenhamos uma bomba de sublimação de uma única ação de formação de filme. Se houvesse dispositivo para a evaporação de diversos filmes, ou de operação contínua, teríamos uma bomba de sublimação como ocorre com o titânio (ver abaixo). Devido à sua altíssima reatividade, bário nunca é usado puro, mas em forma de liga. A de maior sucesso é o composto intermetálico  $\text{Al}_4\text{Ba}$ , com ponto de fusão de  $1100^\circ\text{C}$ , e que, quando aquecido sob vácuo entre  $900$  e  $1100^\circ\text{C}$ , decompõe-se permitindo a evaporação do Ba. Este composto em forma de pó prensado é usado em anéis de aço, como esquematizado na Fig. 6.48. Quando o composto é usado sózinho, o material chama-se aprisionador endotérmico, pois o processo de decomposição e evaporação requer energia. Este tipo de anel leva a problemas de funcionamento, pois o alumínio liberado do composto pode reagir com o metal do anel, levando a produtos fundidos que podem prejudicar o tubo em que está, além de co-evaporar com o bário, prejudicando sua performance. Por isso, introduziu-se a mistura do pó do composto com pó

de Ni, de modo que, sob aquecimento, ocorre a reação do Ni com o composto, formando uma liga de NiAl e liberando o bário para evaporação. Este material é denominado exotérmico, pois a reação de decomposição é exotérmica, de modo que o anel pode ser ativado em temperaturas mais baixas que o anterior (800°C).

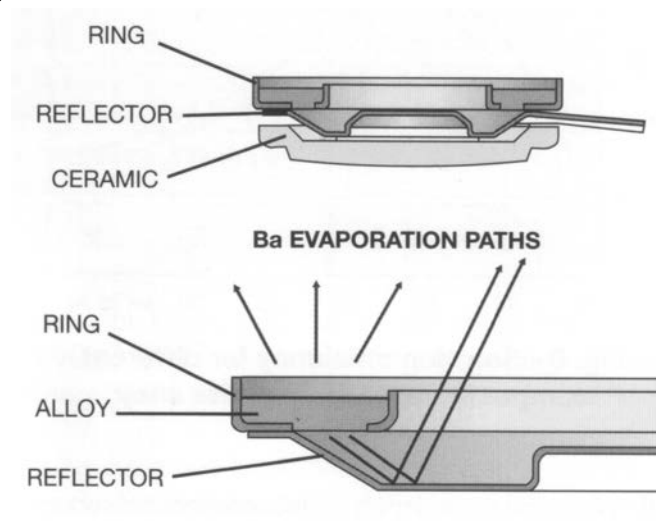


Fig. 6.48: Esquema de um anel para a liberação de bário (Fig. 3 Tech paper 202)

Os aprisionadores à base de Ba foram e são importantíssimos na tecnologia eletrônica. O seu uso permitiu o desenvolvimento de válvulas eletrônicas de longa duração, e é ainda hoje usado em todo tubo eletrônico. A Fig. 6.49 mostra, no lado esquerdo, uma antiga válvula com a parte superior



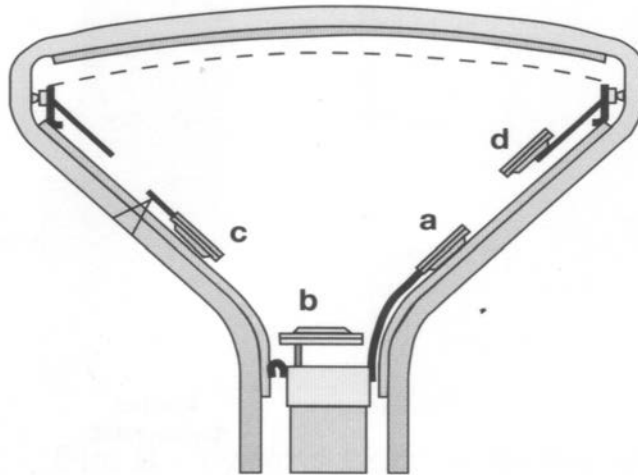
Fig. 6.49: Válvula eletrônica com anel contendo bário como aprisionador (Fig. 1 Tech. Paper 202)

escurecida pela deposição de um filme de bário após o selamento do tubo. O lado direito mostra o posicionamento do anel dentro da válvula eletrônica.

Os anéis dispensadores de bário também são fundamentais para o funcionamento de longo prazo de tubos de TV e monitores de computadores. No caso dos monitores coloridos, o uso dos aprisionadores de bário com anéis como mostrados na Fig. 6.49 elevou a vida útil destes aparelhos de 100 h para 10.000 h. A Fig. 6.50 mostra as diversas posições em que os anéis podem ser colocados no tubo de TV para a formação dos filmes de bário.

Fig. 6.50: Exemplos de montagem de anéis em tubos de TV. a – montagem tipo antena; b –





montagem no canhão; c – montagem botão anodo; d – montagem na blindagem magnética (Fig. 4 Tech paper 202)

Um parâmetro importante para caracterizar os aprisionadores é a velocidade de bombeamento, que em geral é dada como função da pressão. No caso dos aprisionadores, todavia, a velocidade de bombeamento praticamente não depende da pressão do gás, mas sim da capacidade de absorção do aprisionador (em geral, medida em torr.l). Por esta razão, a velocidade de bombeamento é dada sempre em função desta última grandeza. No caso dos filmes de bário, a Fig. 6.51 mostra as velocidades de bombeamento para alguns dos gases ativos de uma câmara de vácuo.

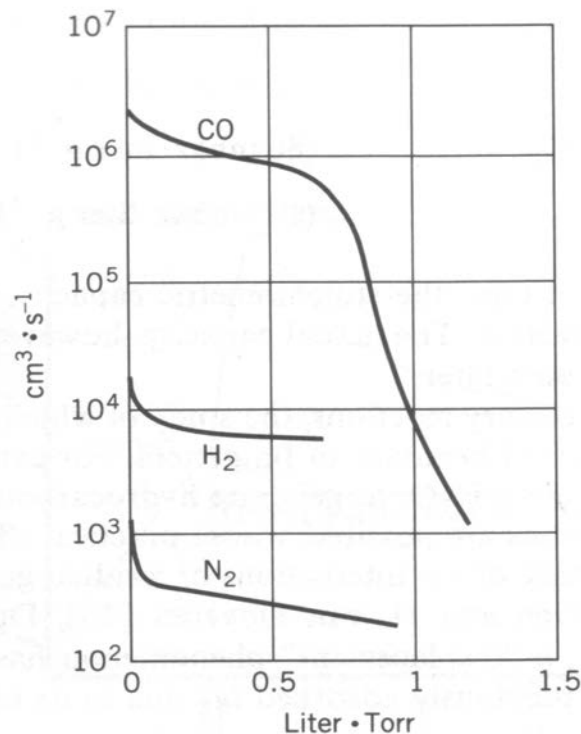


Fig. 6.51: Velocidade de bombeamento de um filme de bário para três gases. (Fig. 5.14 Lafferty pg. 280)

É evidente que a quantidade de bário a ser evaporada deve ser calculada com base na carga total de gás esperada por degaseificação das paredes da câmara.

As curvas da Fig. 6.51 são típicas, e foram obtidas evaporando aproximadamente 80 mg de Ba dentro de um tubo de TV com uma superfície de alguns milhares de cm<sup>2</sup>. A velocidade de bombeamento é maior para o CO e menor para o N<sub>2</sub>, sendo que as curvas podem ser diferentes dependendo das condições de evaporação, embora a tendência geral mostrada na Fig. 6.51 seja mantida. Em particular, são bastante afetados por essas condições os valores iniciais da velocidade de bombeamento, medidos como probabilidades iniciais de adesão à superfície, como mostrado a seguir na Tabela 6.3 para diferentes condições de deposição e diferentes autores.

Tabela 6.3: Valores de probabilidade inicial de adesão para filmes de Ba

<i><b>Gases</b></i>	<i><b>Probabilidade inicial de adesão</b></i>
Hidrogênio	$1.10^{-3}$
	$4,17.10^{-5}$
	$1.10^{-4}$
Nitrogênio	$3.10^{-4}$
	$5.03.10^{-5}$
	1
	$4.10^{-1}$
Monóxido de Carbono	$1.2.10^{-2}$
	$2.7.10^{-2}$
	$2.8.10^{-2}$
	0,3
Oxigênio	0,4
	0,6
Dióxido de Carbono	0,6
Vapor d'água	0,6

## Bombas de sublimação de Titânio

Titânio pode ser evaporado ou sublimado em uma superfície para formar, como no caso do bário, um filme altamente reativo, capaz de absorver uma grande variedade de filmes. Comparado com o bário, o titânio tem uma pressão de vapor muito menor para as mesmas temperaturas. Como um exemplo, para 1000°C a pressão de vapor do titânio é da ordem de  $10^{-9}$  mtorr, enquanto a do bário é da ordem de 1 mtorr. Para alcançar a pressão de vapor de  $10^{-3}$  mtorr, o titânio precisa ser aquecido a 1500°C, o que significa que dispositivos de potência devem ser usados.

Em geral filmes recém evaporados de vários metais exibem boas propriedades de absorção para diversos gases. A Fig. 6.52 ilustra isso através da probabilidade de adesão (ou reação) para o

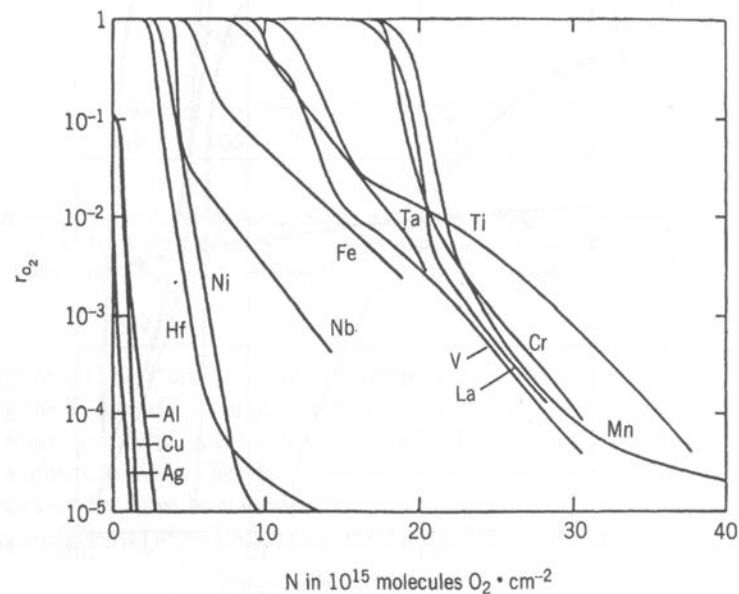


Fig. 6.52: Probabilidade de adesão para o oxigênio para diferentes filmes metálicos como função da quantidade já absorvida (Fig. 5.28 Lafferty, pg. 291)

oxigênio para diversos filmes metálicos evaporados. A velocidade de bombeamento é diretamente proporcional à probabilidade de adesão ou reação, e é dada em função da quantidade já absorvida. Vemos que, para filme fresco, a velocidade de bombeamento é alta e razoavelmente constante, começando a diminuir à medida que mais gás é absorvido, até, eventualmente, atingir a saturação do filme, quando então é necessário evaporar mais uma camada, para restabelecer a capacidade de bombeamento. Comparado com os demais, vemos que o titânio é muito bom absorvedor mesmo quando já contém uma quantidade relativamente grande de gás absorvido. Devido a isso, e devido também a outros fatores, o titânio é escolhido como o melhor material para absorção de gases em alto vácuo, e portanto, para a fabricação de bombas denominadas de sublimação. Em geral, o processo de sublimação é controlado usando fontes de potência convenientes que permitem o ajuste da taxa de sublimação ou ciclos de sublimação às necessidades do sistema de vácuo, que em geral deve apresentar alta superfície para receber o filme evaporado.

Para as bombas de sublimação de Ti a velocidade de bombeamento é expressa em termos da probabilidade de adesão em função do recobrimento da superfície, expresso em moléculas/cm<sup>2</sup> (notar que a relação entre quantidade de gás e quantidade de gás adsorvido na superfície é de  $2,2 \cdot 10^{19}$  moléculas  $\cong$  1 mtorr.l). A Fig. 6.53 mostra dados típicos.

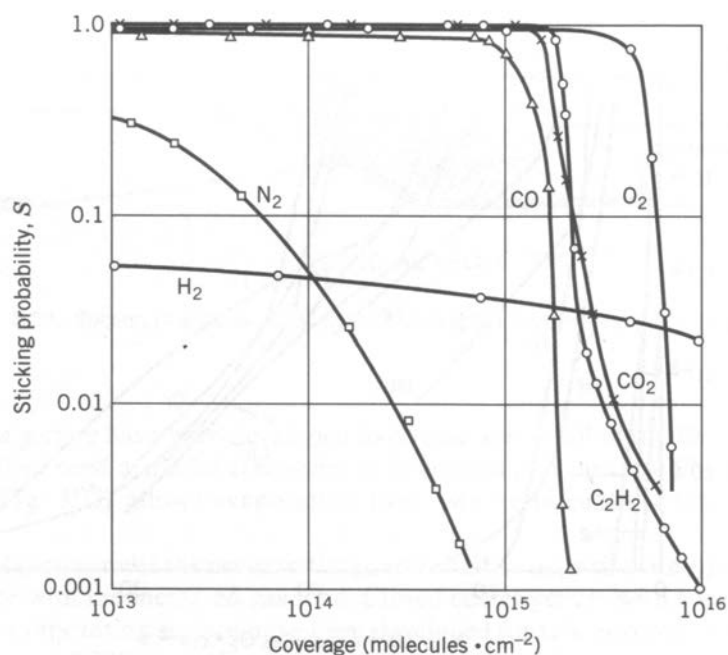


Fig. 6.53: Probabilidade de adesão de diversos gases em um filme de Ti à temperatura ambiente (Fig. 5.29, Lafferty, pg 292)

Vemos que para os gases mais reativos como oxigênio e monóxido de carbono a velocidade de bombeamento é aproximadamente constante para uma quantidade relativamente grande de gás, correspondendo a aproximadamente 10 monocamadas para o caso do oxigênio, e depois cai abruptamente, indicando a saturação do filme. No caso do nitrogênio a capacidade de bombeamento cai continuamente, levando a uma capacidade de bombeamento da ordem de uma monocamada, enquanto no caso do hidrogênio temos uma velocidade de bombeamento aproximadamente constante e uma grande capacidade de bombeamento, que é reflexo da alta difusividade do hidrogênio no titânio e da alta capacidade de armazenamento deste gás neste material. Para contornar o problema da saturação do filme, é necessário refazê-lo com uma nova evaporação, ou então manter uma pequena, mas contínua evaporação durante a operação da bomba.

Como no caso do bário, a capacidade de absorção de filmes de titânio depende fortemente da temperatura do substrato de deposição do filme, e também da temperatura de absorção do filme. Isto é ilustrado pela Fig. 6.54, na qual vemos que a melhor condição de absorção de CO é para um filme depositado em substrato mantido na temperatura do LN2, com absorção nesta mesma temperatura. Estes resultados se explicam pelo fato de que filmes depositados em substratos a baixa temperatura são mais porosos que os depositados em temperaturas mais altas, e, portanto, exibem maiores superfícies disponíveis para absorção. A Tabela 6.4 dá valores da probabilidade de adesão e da capacidade de absorção para filmes de Ti operando na temperatura ambiente ou na temperatura do LN2. Em todos os casos observa-se um significativo aumento da probabilidade de adesão, que no caso do hidrogênio chega a aumentar de um fator ao redor de 7. Isto não é acompanhado de um aumento na capacidade de absorção, pois o mecanismo de retirada do hidrogênio é por difusão, que é um fenômeno termicamente ativado. No entanto, no caso do CO, um aumento da probabilidade de adesão de 35 % é acompanhado de um aumento na capacidade de absorção variando de 7 a 32

vezes. Vemos, portanto, que quando for possível, deve-se trabalhar com o filme de Ti em baixas temperaturas.

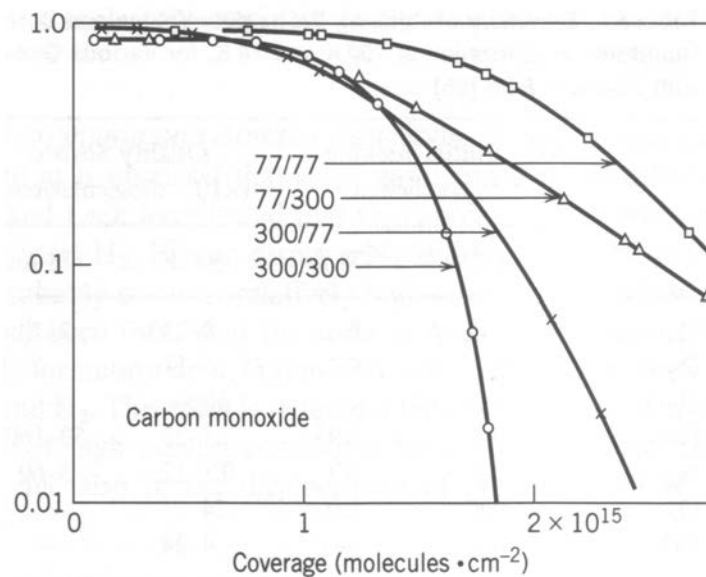


Fig. 6.54: Efeito da temperatura do substrato para evaporação de Ti, e temperatura de absorção para CO. Os números rotulando as curvas indicam temperatura do substrato e temperatura de absorção, respectivamente. (Fig. 5.30a Lafferty, pg. 293)

Tabela 6.4: Probabilidade de adesão e capacidade de absorção para diversos gases à temperaturas ambiente de de LN2 para filmes de Ti.

<i>Gás</i>	<i>Probabilidade de adesão</i>		<i>Quantidade absorvida (10<sup>15</sup> moléculas/cm<sup>2</sup>)</i>	
	300 K	77 K	300 K	77 K
Hidrogênio	0,06	0,4	8 - 230	7 - 70
Deutério	0,1	0,2	6 - 11	-
Vapor d'água	0,5	-	30	-
Monóxido de Carbono	0,7	0,95	5 - 23	50 - 160
Nitrogênio	0,3	0,7	0,3 - 12	3 - 60
Oxigênio	0,8	1.0	24	-
Dióxido de Carbono	0,5	-	4 - 24	-

Quando vários gases são absorvidos, observa-se que alguns gases, ao serem absorvidos, podem fazer com que outros sejam dessorvidos do filme, levando ao seu acúmulo na câmara de vácuo. A esse fenômeno damos o nome de deslocamento. Em geral, o oxigênio desloca todos os demais gases, CO pode deslocar o metano, nitrogênio e hidrogênio; hidrogênio pode deslocar nitrogênio e metano, e nitrogênio desloca apenas o metano. Este fenômeno ocorre em geral para altas coberturas (ou absorções), e pode ser remediado pela formação de novos filmes por evaporação.

Observa-se também o fenômeno de descolamento ou delaminação (desfolhamento) do filme de titânio, que ocorre quando o filme começa a ficar muito espesso (entre 60 e 75  $\mu\text{m}$ ) e as tensões acumuladas ao longo de sua espessura provocam fratura de camadas finas superiores, que se soltam

do corpo do filme. Este descolamento pode provocar a liberação de hidrogênio, provocando aumentos indesejáveis de temperatura. Para evitar isso, é necessário limpar a superfície do titânio já depositado quando o filme atingir estas espessuras.

Para as bombas, as fontes de vapor de titânio podem ser de diferentes tipos, como as de filamento de titânio, aquecido por passagem direta de corrente elétrica (também chamadas de fontes resistivas), fonte aquecida por radiação e fonte aquecida por feixe de elétrons. Em geral o titânio é usado em forma de liga, como no caso de fonte filamentar, em que ele é usado em forma de liga com Mo ou Ta, para melhorar suas propriedades mecânicas e também a resistividade elétrica. A Fig. 6.55 mostra uma fonte filamentar típica.

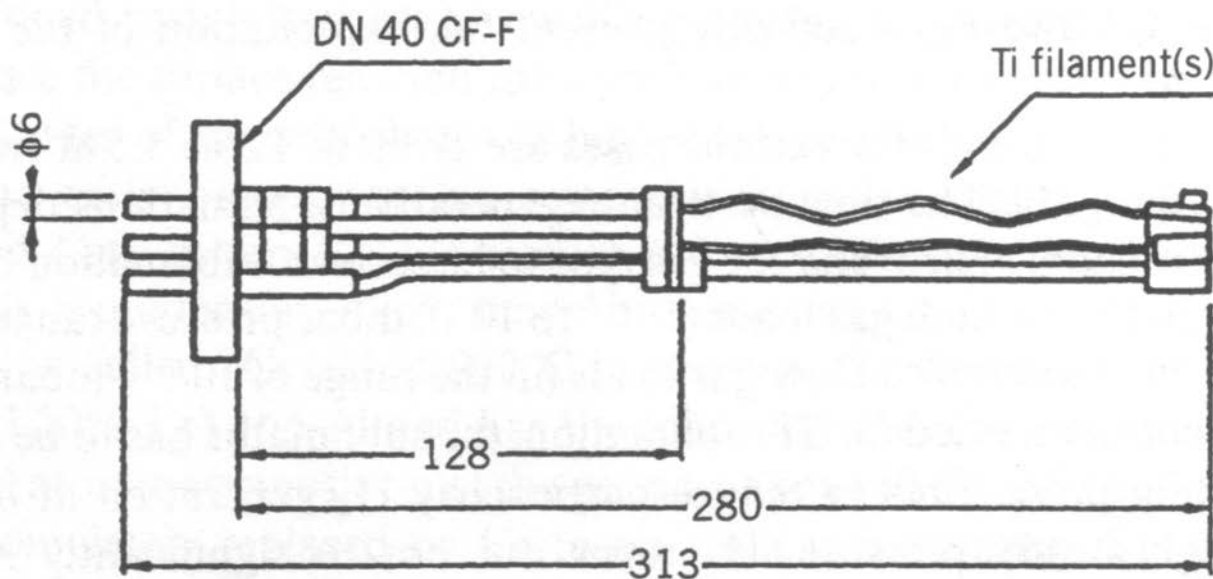


Fig. 6.55: Fonte filamentar de titânio. (Fig. 5.32 Lafferty, pg. 295)

Os fios de Ti, em forma de hélice, são esticados entre dois terminais fixados a uma flange. Como exemplo, para um fio de 2 mm de diâmetro usa-se corrente entre 40 e 50 A para se obter uma taxa de evaporação por unidade de comprimento do fio de 0,02 g/(h.cm). Em geral três ou mais hélices são colocadas no mesmo suporte, e quando o suprimento de titânio de uma hélice é esgotado, inicia-se o uso de outra. Se há necessidade de uma taxa maior de evaporação, pode-se usar duas hélices simultaneamente. Note que esta geometria permite fácil manutenção da fonte, permitindo a substituição rápida e fácil dos fios de Ti. No caso de canais estreitos e longos, como é o caso em anéis de armazenamento de elétrons em aceleradores de partículas, por exemplo, a fonte de Ti pode ser um fio fino e comprido, formando uma bomba linear.

No caso de fonte de titânio aquecida por radiação, uma peça esferoidal de titânio é aquecida pela radiação de um filamento ou fio de tungstênio colocado no seu interior, como ilustrado pela Fig. 6.56. Este tipo de fonte permite uma regulagem fina da taxa de evaporação do titânio através da regulagem da corrente de aquecimento do aquecedor de tungstênio.

No caso de fontes aquecidas por feixe de elétrons temos uma montagem mais complexa, mas em geral temos um maior suprimento de titânio, o que permite a essas bombas serem usadas por maior tempo sem abrir o sistema de vácuo para substituição da fonte. Estas bombas são formadas por um bloco ou tarugo de titânio (anodo) que é aquecido por elétrons emitidos por uma fonte termoiônica de elétrons (catodo), em geral sem necessidade de defletores do feixe, ou condicionadores da forma deste feixe, requerendo apenas um sistema de controle da corrente eletrônica para manter constante a taxa de evaporação.

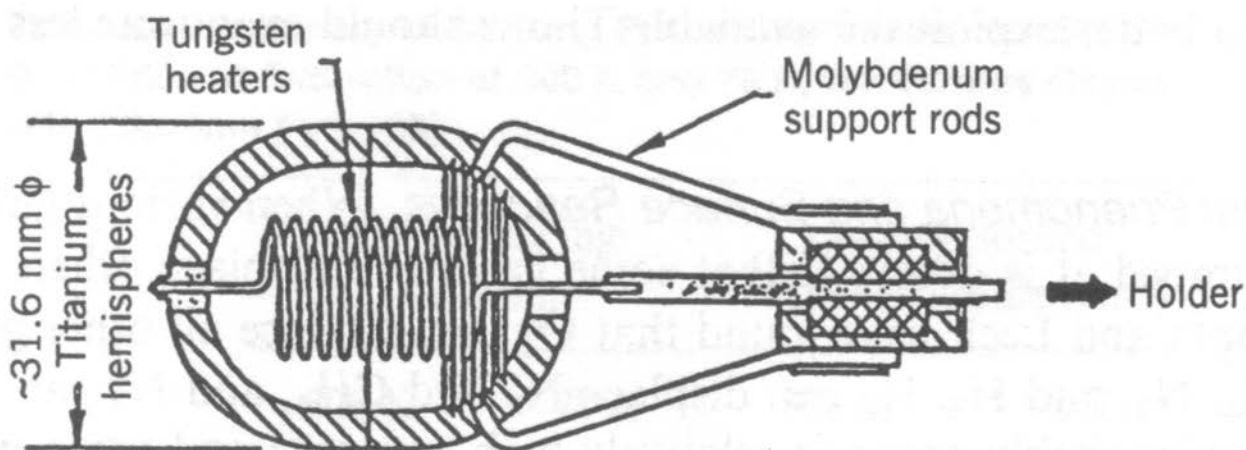


Fig. 6.56: Fonte de titânio aquecida por radiação (Fig. 5.33 Lafferty, pg. 296)

Como a evaporação se dá na maior parte dos casos no estado sólido, estas fontes podem ser montadas em qualquer posição; somente no caso excepcional de se requerer uma taxa muito alta de evaporação pode-se usar a fonte aquecida por feixe de elétrons para fundir o titânio, e isso exige o funcionamento da fonte na posição vertical.

A Fig. 6.57 mostra esquematicamente uma bomba de sublimação de titânio com fonte resistiva e com paredes resfriadas com LN2.

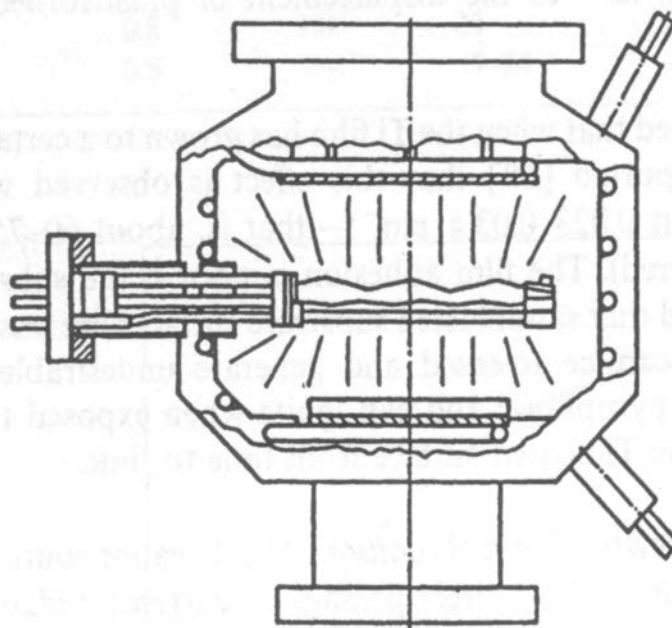


Fig. 6.57: Esquema de uma bomba de sublimação de Ti com fonte resistiva e paredes resfriadas com LN2. (Fig. 5.34 Lafferty, pg. 296)

Vemos que este tipo de bomba é relativamente simples, não tendo partes móveis, e, como usam o fenômeno de adsorção, devem ter paredes com grande área para a deposição do filme, algumas vezes em forma de telas separadas da parede do corpo da bomba. Por outro lado, devem ter também armadilhas (blindagens) para impedir o vapor de Ti de alcançar a câmara de vácuo, evitando, todavia, a formação de impedâncias que diminuam a velocidade de bombeamento da bomba.

A tabela 6.5 dá a velocidade de bombeamento para diversos gases para duas temperaturas de condensação do Ti, 20°C e -196°C, que é a temperatura de ebulição do nitrogênio líquido.

Tabela 6.5: Velocidades de bombeamento típicas (l/(s.cm<sup>2</sup>)) por unidade de área de filmes de Ti

<i>Temperatura</i>	<i>Gás</i>							
	H <sub>2</sub>	N <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>	CO	CO <sub>2</sub>	H <sub>2</sub> O	CH <sub>4</sub>	Inertes
20°C	3	4	9	9	8	3	0	0
-196°C	10	10	11	11	9	14	0	0

Vemos que o metano e os gases nobres não são bombeados, e por essa razão, as bombas de sublimação de Ti são, usualmente, utilizadas em associação com outras bombas, como por exemplo as bombas turbomoleculares, uma vez que estas bombas têm uma boa velocidade de bombeamento para a maior parte dos gases, apresentando uma performance mais pobre no caso do hidrogênio, para o qual a bomba de sublimação funciona muito bem. Por isso, esse tipo de combinação é particularmente conveniente, podendo atingir pressões finais da ordem de 10<sup>-12</sup> torr.

## Bombas de aprisionadores não evaporáveis em volume

Muitas aplicações de vácuo envolvem altas temperaturas e/ou altas voltagens, o que torna o emprego de filmes de bário ou titânio impraticável. Por isso, foram desenvolvidos os materiais denominados de aprisionadores não evaporáveis em volume, que correspondem a utilizar materiais de alta reatividade com os principais gases de uma câmara de vácuo, mas em forma de pedaços, não em forma de filmes. Como colocado acima na Tabela 6.2, muitos materiais usados como filmes aprisionadores também são usados como aprisionadores em volume, mas a prática mostrou que os melhores materiais são ligas de Ti e Zr, que podem ser binárias ou de ordem maior.

Uma das ligas de maior sucesso comercial tem a composição de 84 %peso de Zr e 16 %peso de Al, e é conhecida como St101, sendo muito usada em tubos eletrônicos. Ela pode ser apresentada em diversos formatos, como pílulas e anéis sinterizados de diversos tamanhos, e também recobrendo tiras de constantan ou ferro com camadas de pó da liga de espessuras típicas no intervalo entre 50 e 100 µm, como mostrado esquematicamente na Fig. 6.58. Esta geometria permite uma grande área de material absorvedor, e também a construção de bombas destes aprisionadores, como discutido abaixo. Quando da construção dos dispositivos contendo o aprisionador não evaporável, o material apresenta-se sem a capacidade de absorção, devido ao fato de que sua superfície já reagiu com a atmosfera, formando uma camada reagida inerte que impede a continuação da absorção. Por isso, a liga St101 deve ser ativada em temperaturas no intervalo de 700 a 900°C, e o seu funcionamento se dá de modo ótimo em temperaturas no intervalo de 350 a 450°C. Durante a ativação, os materiais adsorvidos na camada externa difundem-se para o interior do material absorvedor, deixando a superfície limpa, e o hidrogênio sai do material, contribuindo para o aumento da pressão do sistema, mas é imediatamente reabsorvido quando a temperatura do absorvedor é abaixada para a temperatura de trabalho.

Surgiu a necessidade de se ter ligas absorvedoras que pudessem ser ativadas em temperaturas mais baixas, e que pudessem mostrar uma boa performance de absorção na temperatura ambiente. Para isso foi desenvolvida uma liga ternária de composição Zr 70 %peso, V 24,6 %peso e Fe 5,4 %peso, comercialmente denominada St707, que é ativável em temperaturas entre 400 e 500°C, e que mostra boa absorção na temperatura ambiente e mesmo em temperaturas criogênicas. Esta liga, como acontece com a St101, também pode ser apresentada em diversos formatos, incluindo as tiras



metálicas. Uma aplicação industrial notável é na manutenção de vácuo em garrafas térmicas de aço inox, atualmente tornando-se bastante populares, além de criostatos industriais, aceleradores de partículas, coletores solares, etc.

Evidentemente, outras ligas foram desenvolvidas como aprisionadores não evaporáveis em volume, visando aplicações particulares. Assim, uma liga de Zr-Fe foi desenvolvida para absorver todos os gases ativos menos nitrogênio, para aplicações em lâmpadas, assim como uma liga de Zr-Ni para absorver grandes quantidades de vapor d'água sem liberar hidrogênio (mantendo baixíssima pressão de vapor de  $H_2$ ). Além disso, visando a facilidade de reativação, foi desenvolvido um aprisionador poroso com aquecedor interno, como mostrado na Fig. 6.59.

Após um certo tempo de uso, a superfície das partículas que fazem o aprisionador podem se tornar saturadas, impedindo a absorção de mais gás. Quando isso acontece, o material pode ser reativado, aquecendo-o nas temperaturas adequadas durante intervalos de tempo adequados, e ele volta a poder absorver os gases ativos.

O fato de se poder construir as tiras de absorvedores mostradas na Fig. 6.58 tanto com a liga St101 como com a St707, permitiu o desenvolvimento de bombas de vácuo com grande velocidade de bombeamento e grande capacidade de armazenamento de gases para trabalho na região de alto vácuo e ultra-alto vácuo. Dois modelos (projetos, designs) foram desenvolvidos. O primeiro em forma de cartucho, que é construído com as tiras contendo a liga absorvedora dobrada em forma de sanfona (ou fole) enrolada em forma cilíndrica oca, dentro da qual é colocado um aquecedor que permite tanto a ativação do material absorvedor quanto a operação da bomba na temperatura requerida pela liga. A Fig. 6.60 mostra o esquema deste tipo de bomba, e a Fig. 6.61 mostra uma fotografia de um cartucho utilizado pela bomba.

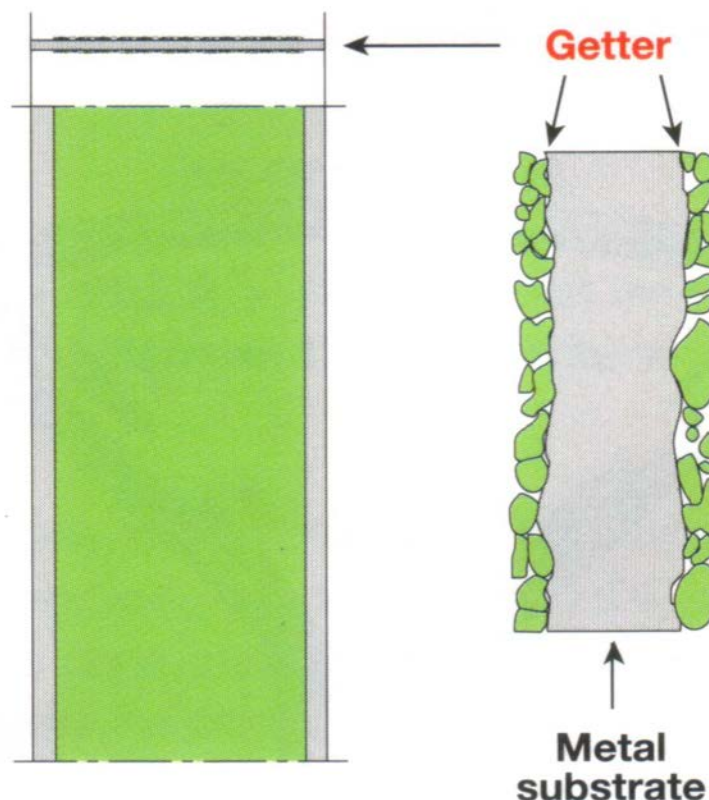


Fig. 6.58: Tira metálica recoberta com aprisionador não evaporável (Fig. 7 Technical paper 202)

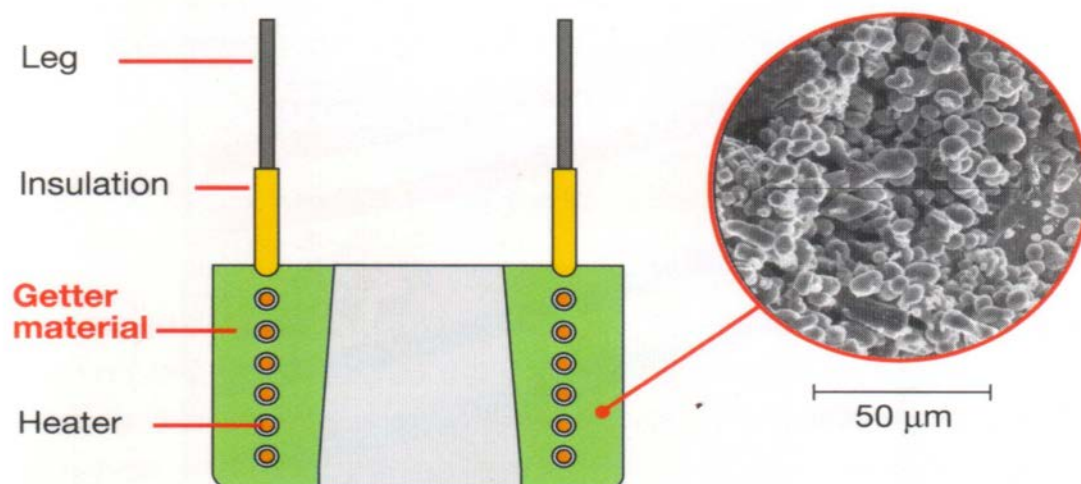


Fig. 6.59: Esquema de aprisionador poroso com aquecedor interno. (Fig. 8 Technical paper 202)

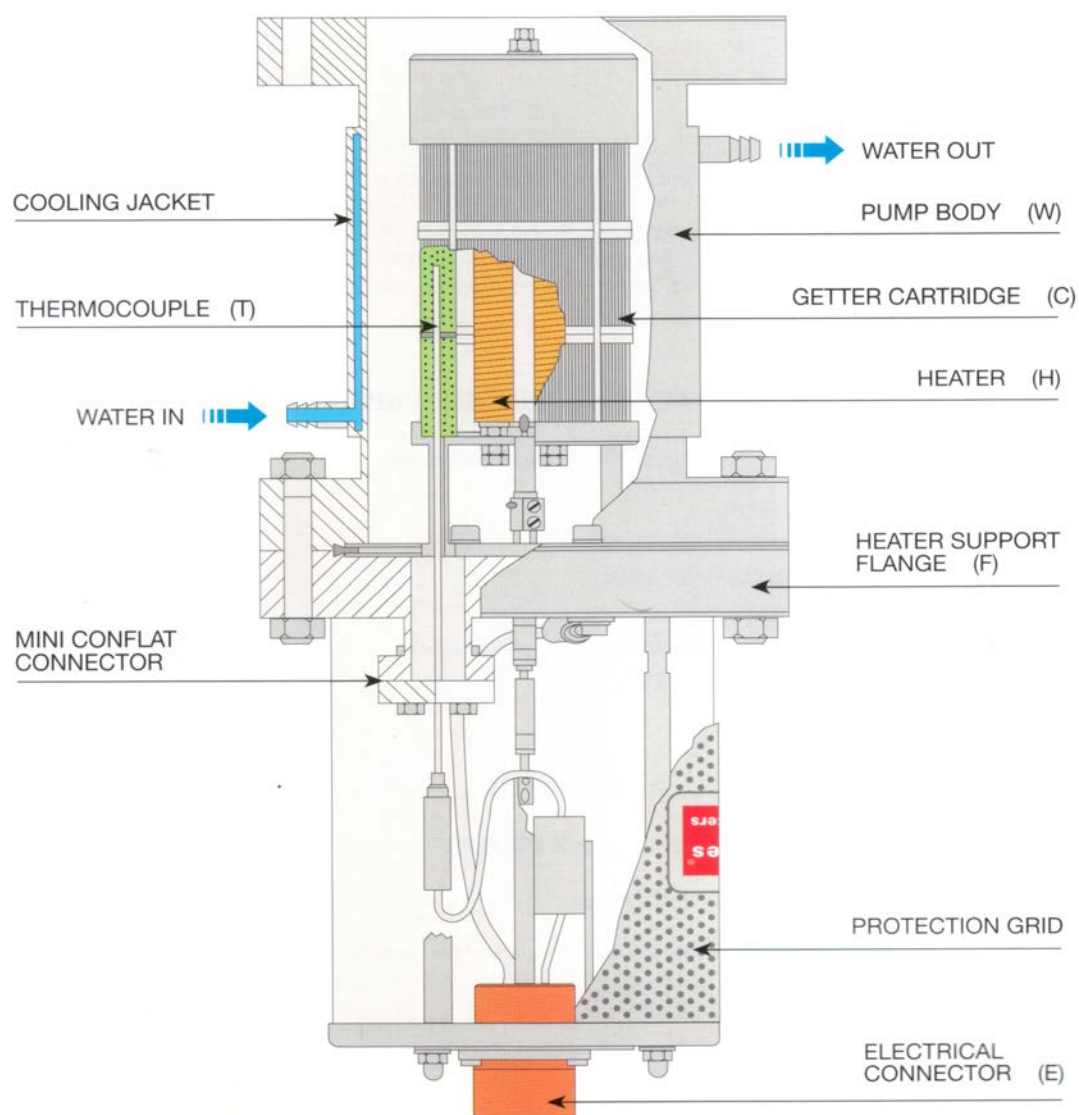


Fig. 6.60: Esquema de bomba de sorção utilizando aprisionador não evaporável de cartucho. (Fig. 1 Catálogo Sorb-AC Saes Getters)



Fig. 6.61: Fotografia de cartucho para bomba de sorção utilizando aprisionador não evaporável.  
(Fig.2 Catálogo Sorb-AC Saes Getters)

Typical Pump Characteristics			
Alloy Type		St 101	St 707
Getter Alloy Mass (g)		75	100
Getter Surface (cm <sup>2</sup> )		2600	2600
Pumping Speed (l/s)	H <sub>2</sub>	260	240
	CO	95	85
Sorption Capacity ( torr. l )	H <sub>2</sub> Room Temperature	750	1000
	H <sub>2</sub> High Temperature	Depends on the equilibrium pressure	
	CO Room Temperature	1.7	1.7
	CO Total	675	900



Tabela 6.6: Características técnicas da bomba de sorção utilizando aprisionador não evaporável de cartucho (GP 100 série MK4 da firma Saes Getters) (Tabela do Catálogo Sorb-AC Saes Getters)

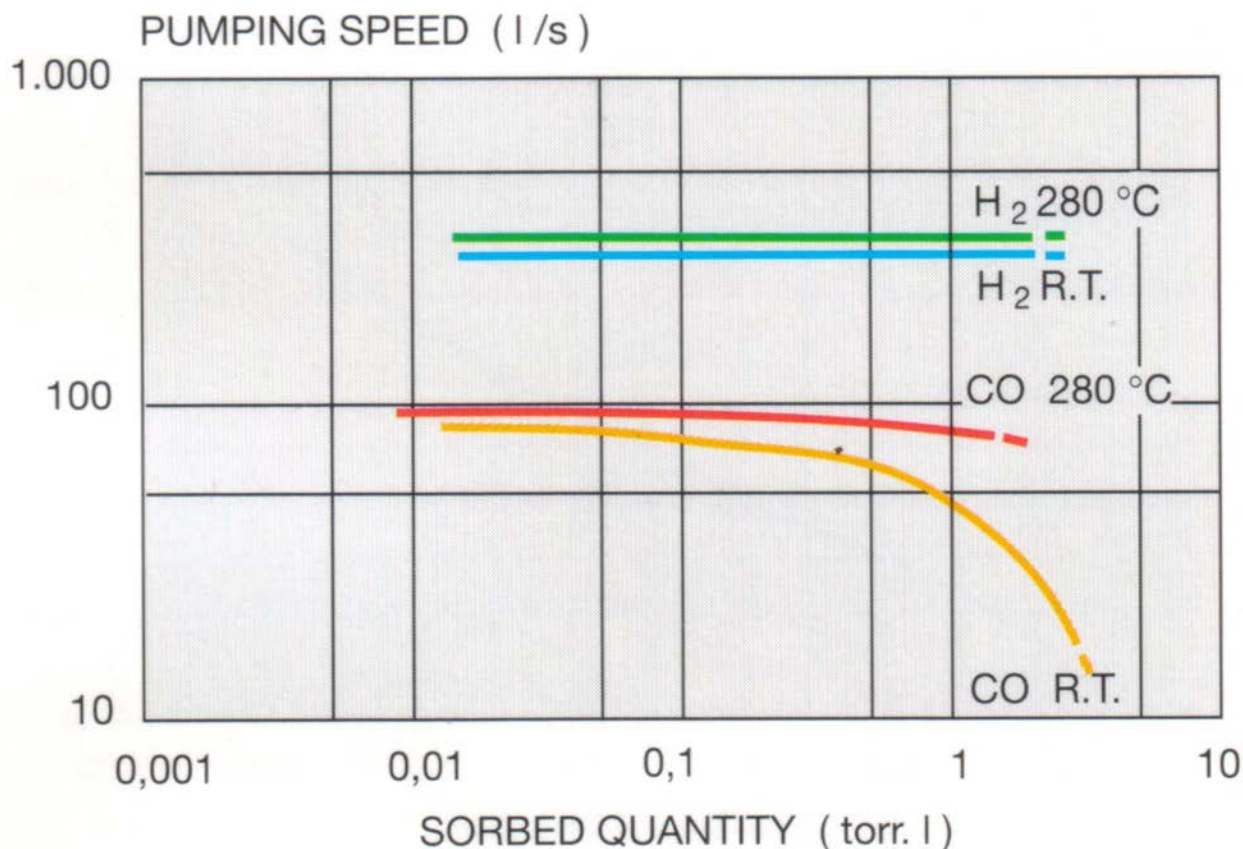


Fig. 6.62: Velocidade de bombeamento de bomba de sorção utilizando aprisionador não evaporável de cartucho (GP 100 série MK4 da firma Saes Getters). (Fig. do Catálogo Sorb-AC Saes Getters)

O corpo da bomba na altura do cartucho é resfriado com uma camisa d'água, e a temperatura do cartucho é medida e regulada através de um termopar nele embebido. Obviamente, a bomba pode ser reativada para uso várias vezes. A Tabela 6.6 coloca dados de uma bomba comercial tipo cartucho, e a Fig. 6.62 mostra gráfico com a velocidade de bombeamento da mesma bomba feita com a liga St707.

O segundo modelo de bomba de sorção utilizando aprisionador não evaporável lança mão de módulos contendo a fita dobrada em forma de pregas retangulares suportadas por um elemento isolante e conectadas a terminais que permitem a sua montagem em quadros (frames) ou painéis, de modo a oferecerem uma grande área de absorção e também uma grande quantidade de material absorvedor. A Fig. 6.63 mostra dois destes módulos, e a Fig. 6.64 mostra um esquema de painel para a montagem destes módulos.

Estes módulos absorvedores podem ser usados per se para serem colocados em espaços relativamente pequenos, servindo como bombas não localizadas, concepção que é bastante usada em aceleradores de partículas, onde o espaço de bombeamento é bastante limitado e, por esta razão, apresenta grandes problemas de impedância para o bombeamento localizado. A própria tira, sem dobras, pode ser utilizada como bomba linear, como ilustrado na Fig. 6.65 para o anel de confinamento para o Large Electron Positron Collider (LEP) que está em operação em Genebra desde 1989, operando com pressões da ordem de  $10^{-12}$  torr (estas bombas lineares são auxiliadas por bombas de aprisionamento iônico (ver abaixo), que bombeiam os gases que não podem ser

absorvidos por elas).

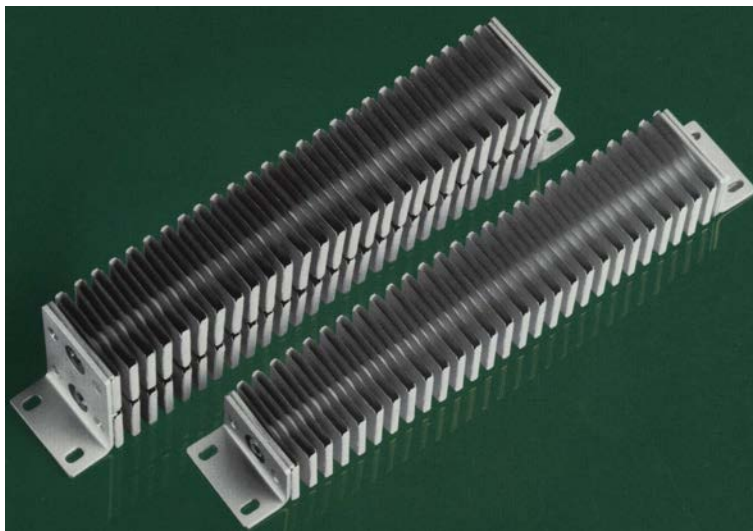


Fig. 6.63: Fotografia de módulos para bomba de sorção utilizando aprisionador não evaporável (Foto da capa do catálogo Sorb-AC Getter Wafer da firma Saes Getters)

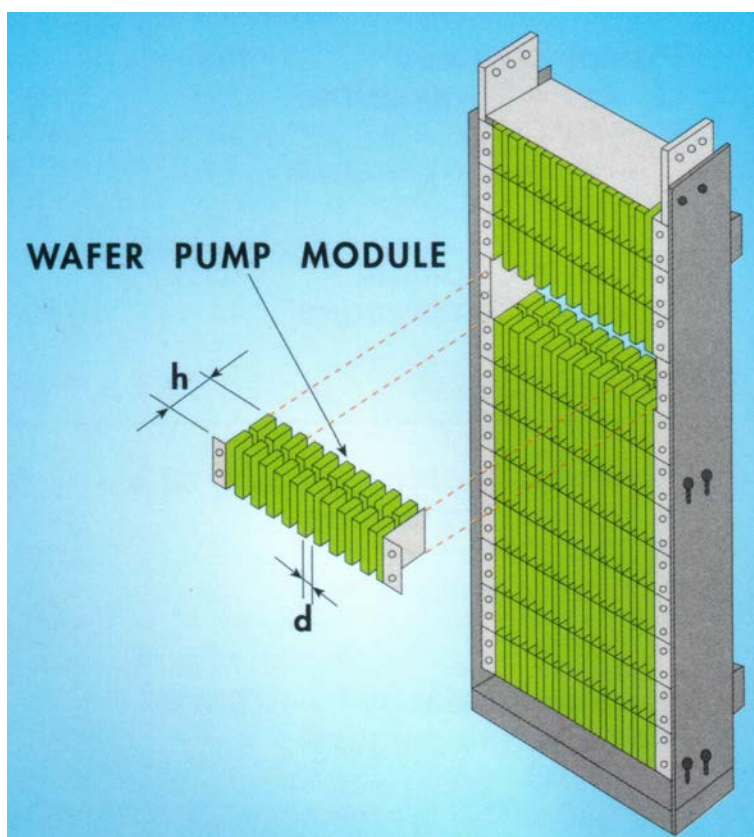


Fig. 6.64: Esquema de painel de montagem de módulos para bomba de sorção utilizando aprisionador não evaporável (Fig. 5 do catálogo Sorb-AC Getter Wafer da firma Saes Getters)

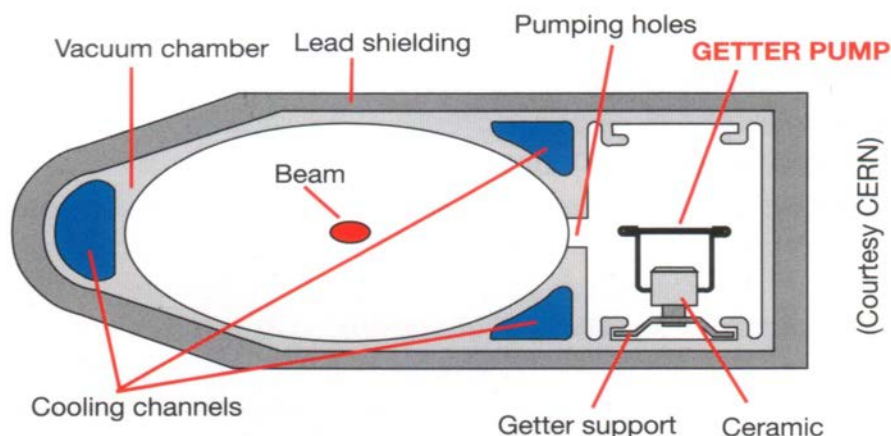


Fig. 6.65: Esquema da câmara de dipolo do LEP Collider em Genebra com bomba linear formada por tira de aprisionador não evaporável. (Fig. 17 Technical Paper 202)

Um último desenvolvimento na área de bombas lineares para aceleradores e para trabalho em ultra-alto vácuo, iniciado em 1995 e ainda em desenvolvimento, corresponde aos filmes aprisionadores não evaporáveis. Este tipo de trabalho foi iniciado dentro do projeto do acelerador Large Hadron Collider (LHC) que está sendo construído pelo CERN. Ao contrário dos filmes de bário, que são simultaneamente evaporados e ativados, e dos filmes de titânio, que são descontínuos ou continuamente evaporados, temos aqui o conceito de filmes relativamente espessos (1 a 10  $\mu\text{m}$ ) obtidos por evaporação catódica (sputtering) na superfície interna dos tubos que compõem as câmaras dos aceleradores (em geral de aço inox ou de alumínio). Utiliza-se uma liga com boas propriedades de absorção, sendo que a mais estudada recentemente é uma liga ternária contendo 30 at% Ti, 20 at% Zr e 50 at% V. A deposição da liga nas paredes internas da câmara de interesse transforma essa parede de uma fonte de gás (por dessorção) em um absorvedor de gás, e como a superfície pode ser muito grande, a quantidade de material absorvedor é comparável com a quantidade contida nas tiras acima descritas. Uma das propriedades de maior interesse desta liga é que ela pode ser ativada em temperaturas relativamente baixas, entre 180 e 250°C, mais tipicamente a 200°C, que é a máxima temperatura de recozimento para câmaras de alumínio.

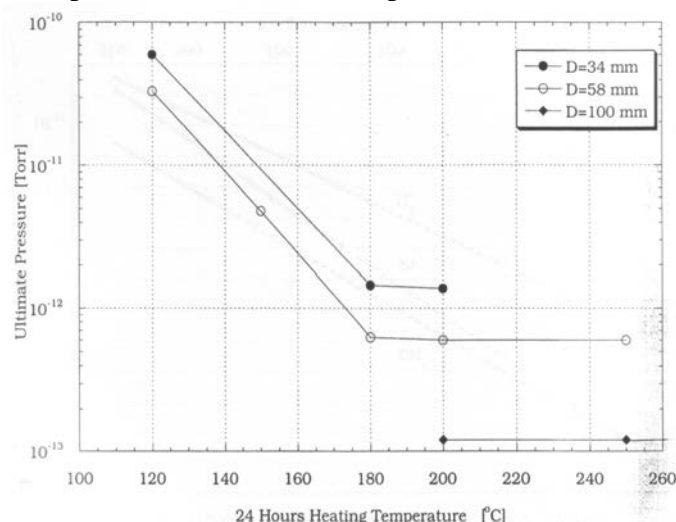


Fig. 6.66: Pressões finais em câmaras teste de diferentes diâmetros após ativação durante 24 h a diferentes temperaturas. (Fig. 1 paper Benvenuti, Vacuum 60, 2001, pag 281).

Ou seja, isto permite a montagem do anel de armazenamento e a ativação do filme aprisionador

durante o estágio de recozimento do anel para poder atingir ultra-alto vácuo. Tal como os demais materiais aprisionadores acima apresentados, esta liga também não absorve os gases nobres e metano, requerendo o auxílio de bombas de aprisionamento iônico (ver abaixo). No entanto, testes mostram que estes filmes podem fazer com que as câmaras atinjam pressões abaixo de  $10^{-12}$  torr, tipicamente  $10^{-13}$  torr, com claras indicações de pressões na faixa de  $10^{-14}$  torr. A Fig. 6.66 mostra resultados de pressões finais atingidas em câmaras teste de diferentes diâmetros após ativação do filme por 24 horas a diferentes temperaturas de ativação. Note que o resultado para a câmara de maior diâmetro é notável.

## Bombas Iônicas

As bombas de aprisionamento acima descritas não bombeiam os gases nobres nem os gases quimicamente inativos, como o metano. Por isso, surgiu a necessidade de se ter bombas de aprisionadores associadas a um mecanismo que também levasse ao aprisionamento destes tipos de gases, o que levou ao desenvolvimento das bombas de aprisionamento iônico, descritas a seguir.

Podemos obter uma ação de bombeamento quando um gás é ionizado e os ions positivos resultantes são acelerados para uma placa polarizada negativamente, de modo que estes ions são efetivamente retirados do ambiente em que estavam. O termo geral bombas iônicas abrange os tipos de bombas em que moléculas de gás são bombeadas após serem ionizadas e em seguida transportadas em uma dada direção por um campo elétrico. A ionização pode ser produzida por colisões com elétrons emitidos por um filamento quente (bomba de catodo quente) ou elétrons em uma descarga gerada por catodo frio (bomba de catodo frio). Como será visto no próximo capítulo, diversos medidores de vácuo funcionam segundo estes princípios, e também apresentam o efeito de bombeamento iônico, e podem ser utilizados para bombear sistemas pequenos e fechados. As velocidades de bombeamento conseguidas por estes tipos de bombas são relativamente pequenas, e por isso é usual associá-las a um material que realiza a ação de sorção, levando a bombas conhecidas como bombas de sorção iônicas. Em geral, o material absorçor forma um aprisionador, mais comumente o titânio, e estas bombas também são chamadas de bombas de aprisionamento iônico.

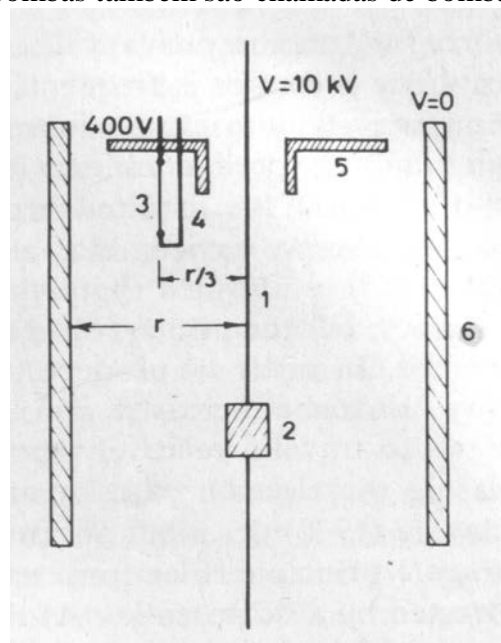


Fig. 6.67: Esquema de bomba tipo Orbitron: 1) arame de W (anodo); 2) cilindro de Ti; 3) filamento emissor de elétrons; 4) contacto para catodo auxiliar; 5) placa; 6) parede (catodo). (Fig. 5.38 Roth,

A vaporização do material (sublimação) pode ser térmica ou por evaporação catódica, o que leva a outro conjunto de denominações, bombas iônicas evaporadoras e bombas iônicas por evaporação catódica. As bombas comerciais costumam ser destes dois tipos.

Um tipo relativamente simples de bomba iônica é a denominada Orbitron, cujo esquema é mostrado na Fig. 6.67. Neste tipo de bomba iônica elétrons são usados tanto para ionizar as moléculas do gás como para aquecer o material aprisionador, levando à sua evaporação e consequente deposição nas paredes da bomba, onde ocorre a absorção dos gases. A geometria da bomba é tal que leva ao estabelecimento de um campo elétrico radial entre o anodo cilíndrico central e a parede da bomba que funciona como catodo, com elétrons sendo emitidos por um catodo situado entre o anodo central e a parede da bomba (ver Fig. 6.67). Estes elétrons seguem longas trajetórias em forma de rosetas ao redor do anodo, antes de atingí-lo, colidindo repetitivamente com moléculas do gás, ionizando-as. Estas moléculas ionizadas são então aceleradas em direção ao catodo onde acabam implantadas. É este mecanismo de aceleração de moléculas ionizadas e sua implantação no catodo, onde o material aprisionador continuamente se deposita, que permite tanto o bombeamento de gases reativos quanto dos gases nobres ou não reativos como o metano. As velocidades de bombeamento para este tipo de bomba iônica são relativamente pequenas, principalmente para os gases nobres. No entanto, são muito convenientes quando não se pode ter campos magnéticos nos sistemas de vácuo. Caso contrário, as bombas descritas a seguir apresentam melhor desempenho.

Um exemplo de bomba iônica evaporadora é dado pela Fig. 6.68, em que um carretel com um fio de Ti é acionado externamente de modo a fazer com que a ponta do fio toque um cilindro aquecido de W, de onde o Ti é evaporado e atinge o catodo, ou a parede da bomba, onde se condensa, formando um filme aprisionador. Os elétrons emitidos pelo filamento circular atingem o cilindro de W, aquecendo-o a aproximadamente 2000°C, o que causa a rápida evaporação do Ti. A grade também é polarizada de modo a atrair elétrons emitidos pelo filamento, e no caminho para ela estes elétrons ionizam as moléculas do gás, que são aceleradas em direção à parede da bomba e aí se implantam. Utilizando uma taxa de evaporação de Ti de 5 mg/min, obtém-se velocidades de bombeamento de 3000 l/s para H<sub>2</sub>, 2000 l/s para N<sub>2</sub> e 5 l/s para Ar a pressões entre 10<sup>-5</sup> e 10<sup>-6</sup> torr.

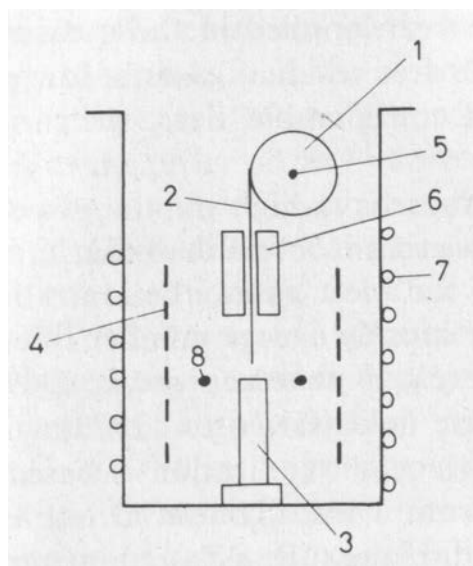


Fig. 6.68: Esquema de bomba iônica evaporadora: 1) carretel com fio de Ti; 2) fio de Ti; 3) cilindro aquecido de material refratário (W); 4) grade; 5) eixo do carretel acionado externamente; 6) guia do fio de Ti; 7) espiral de resfriamento com água; 8) filamento emissor de elétrons (Fig. 5.37 Roth, pg. 235)



Em geral, as bombas iônicas evaporadoras apresentam menores velocidades de bombeamento para os gases inertes que as bombas iônicas de evaporação catódica (ver abaixo). Para aumentar sua performance, usa-se aumentar o fluxo de elétrons de alta energia, mas que caminham pequenas distâncias, ou então aumentando as trajetórias dos elétrons utilizando-se um campo apropriado.

## Bombas iônicas por evaporação catódica

Em uma bomba iônica por evaporação catódica o efeito de absorção é obtido de um filme do material absorvor que é evaporado e depositado em uma superfície conveniente por evaporação catódica, com as moléculas do gás sendo ionizadas por uma descarga gerada por catodo frio e implantadas no catodo por campos elétricos apropriados. Este tipo de descarga é chamada de descarga Penning, e é a mesma utilizada em medidores de vácuo de catodo frio (ver próximo capítulo). A Fig. 6.69 mostra o arranjo típico de uma célula das bombas denominadas tipo diodo. Temos dois catodos de Ti planos e paralelos e um anodo cilíndrico, cujo eixo é perpendicular às placas catódicas, imersos em um campo magnético paralelo ao eixo do anodo cujo valor está entre 0,1 e 0,2 T. Estabelece-se uma voltagem de trabalho entre anodo e catodos da ordem de 6 kV, gerando um plasma (descarga elétrica) entre eles. Dois efeitos fornecem a ação de bombeamento. O primeiro é o bombardeamento iônico dos íons gerados por choques com os elétrons da descarga nos catodos, onde ficam implantados. Estes íons viajam essencialmente em linhas retas, pois suas massas muito grandes fazem com que seus movimentos sejam pouco influenciados pelo campo magnético, e penetram nos catodos tipicamente 10 camadas atômicas. O contrário se dá com os elétrons, cujas trajetórias são fortemente influenciadas pelo campo magnético, que as alongam, aumentando sobremaneira a probabilidade de ionização das moléculas gasosas antes de serem capturados pelo anodo. O esquema de implantação de gases é efetivo para todos os gases, inclusive os inertes e quimicamente inativos.

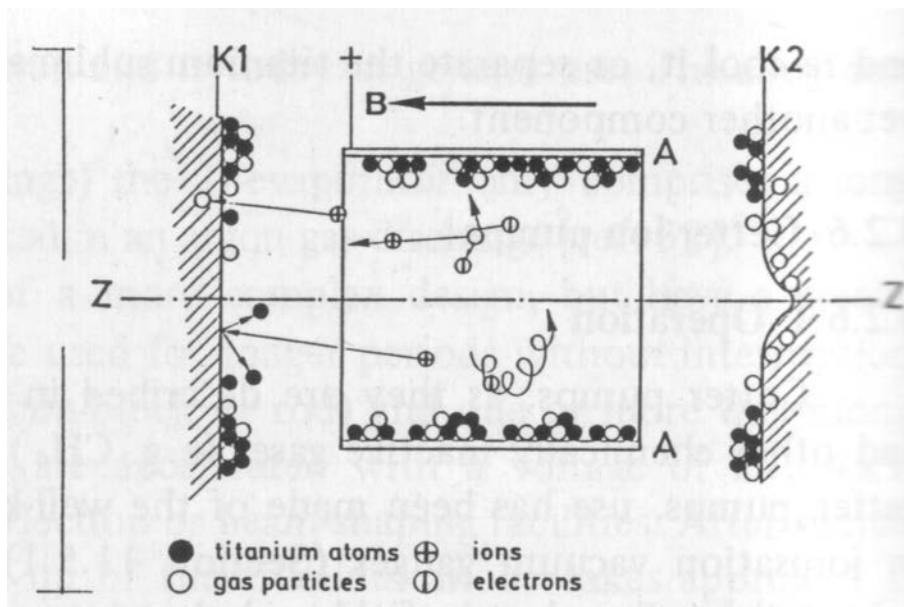


Fig. 6.69: Esquema da célula de bomba iônica por evaporação catódica tipo diodo: K1 e K2, placas catodos de Ti; A, anodo cilíndrico; B: campo magnético; em A e nas regiões fronteiriças de K1 e K2, filme aprisionador com partículas de gás implantadas. Na região central de K2 (e de K1, não mostrada) partículas de gás implantadas. (Fig. 8.13 Wutz, pg. 278)

O segundo efeito de bombeamento deve-se à formação de um filme aprisionador de Ti, que é obtido por evaporação catódica quando os íons acelerados em direção aos catodos os atingem e arrancam átomos de Ti, e os fazem depositar no anodo. Estes filmes têm a propriedade aprisionadora já descrita acima para a bomba de sublimação de Ti.

Temos, portanto, que este tipo de bomba funciona segundo dois processos, o de absorção por filme ativo de Ti, que é sublimado por evaporação catódica, e a implantação iônica nos catodos, que é particularmente importante para os gases nobres e inativos. Este segundo mecanismo dá a vantagem destas bombas em relação às bombas de sublimação e às de aprisionamento.

As capacidades de bombeamento e de absorção de uma única célula são pequenas, e por isso estas bombas são construídas como conjuntos de células, como mostrado pela Fig. 6.70.

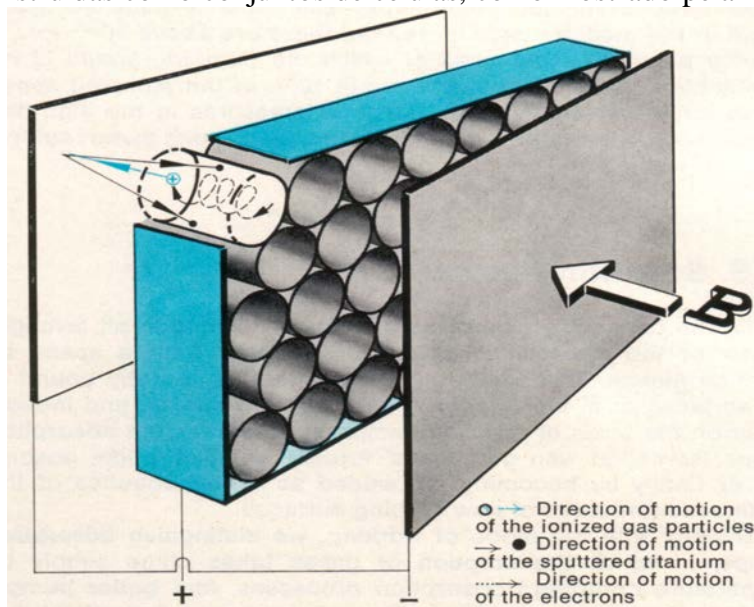


Fig. 6.70: Esquema de conjunto de células de bomba iônica de evaporação catódica tipo diodo (Fig. 28.2 Manual Leybold, pg. 28)

Para este tipo de geometria catodo-anodo, a descarga provoca a erosão do catodo na sua região central, como mostrado pela Fig. 6.69, devido a um efeito de focalização dos íons acelerados ao redor do eixo do anodo. Este efeito de erosão, que leva à formação do filme absorçor no anodo, leva também à retirada de íons já implantados nesta região, de modo a diminuir a eficiência de aprisionamento dos gases inertes ou inativos. Este efeito leva também à existência da assim chamada instabilidade do argônio, que corresponde a aumentos de pressão em forma de picos que duram algumas frações de minutos e que se repetem periodicamente com períodos de dezenas de minutos. Estes picos de pressão de argônio são acompanhados de picos de pressão de hidrogênio, que acontecem com pequenos atrasos em relação aos de argônio, como mostrado pela Fig. 6.71.

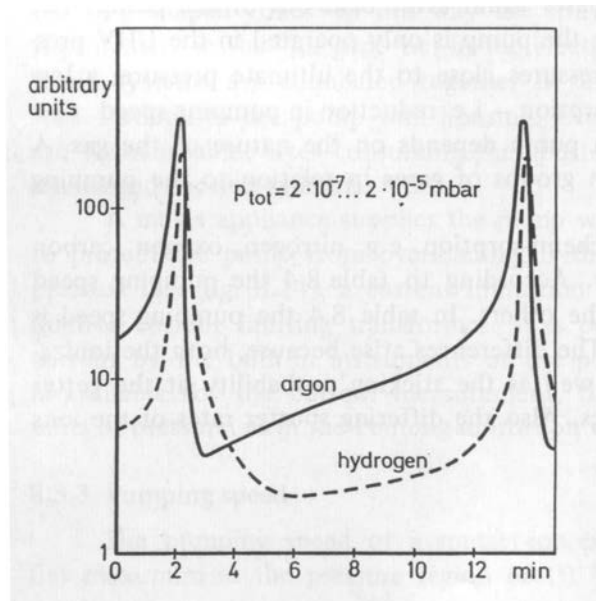


Fig. 6.71: Instabilidade de Ar em bombas iônicas tipo diodo (Fig. 8.18 Wutz, pg. 282)

Os picos de argônio são causados pela retirada dos átomos já implantados no catodo, que voltam a ser implantados em seguida pela ação da descarga, levando a este padrão periódico de picos de pressão.

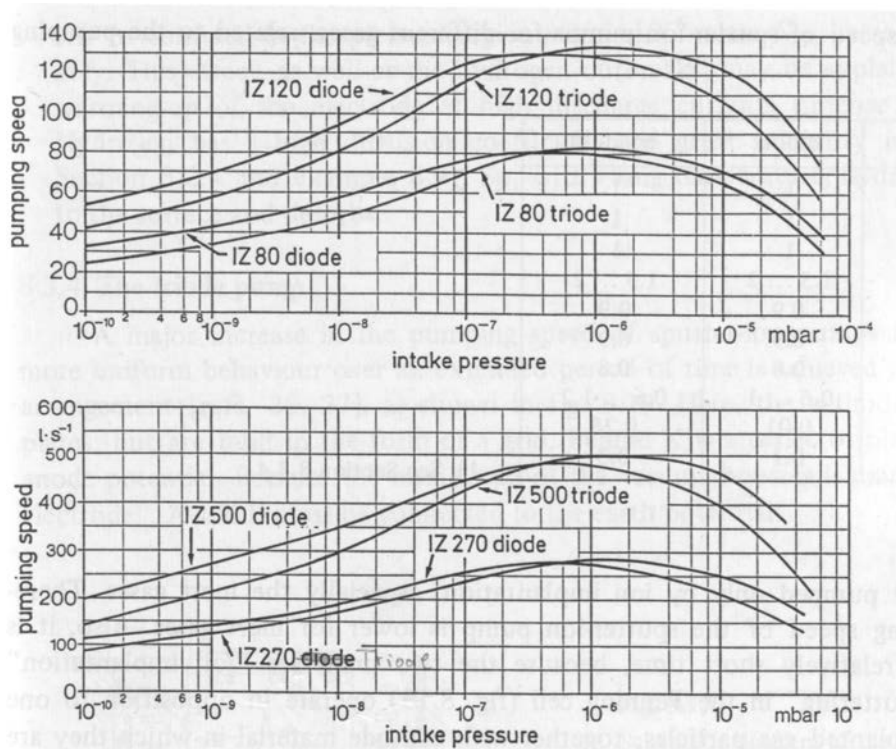


Fig. 6.72: Velocidades de bombeamento para ar como função da pressão de entrada para diversas bombas iônicas (Fig. 8.17 Wutz, pg 281)

No caso do hidrogênio, os picos são causados pelo aquecimento periódico do catodo pela maior incidência iônica, o que leva à liberação do hidrogênio por difusão, e sua reabsorção por difusão também quando os catodos esfriam quando do abaixamento da corrente iônica. Isto explica também

o pequeno atraso observado entre os picos de argônio e os do hidrogênio.

A Fig. 6.72 mostra a velocidade de bombeamento de diversas bombas iônicas tipo diodo e também tipo triodo. Vemos que a velocidade de bombeamento depende da pressão em todo o intervalo medido, apresentando um máximo largo na região de  $10^{-6}$  torr. A velocidade de bombeamento muda com o tempo de uso da bomba, dependendo, portanto, da carga de gás já absorvida pela bomba. Após diminuição da performance da bomba pelo uso, parte desta performance pode ser reobtida por aquecimento da bomba como um todo, enquanto é bombeada por outra bomba, para a retirada de gases implantados nas superfícies da bomba. Obviamente, os efeitos de saturação da bomba demoram mais a ocorrer se ela é operada apenas em baixas pressões, como por exemplo na região de ultra-alto-vácuo.

Para prevenir o problema de desgaste localizado dos catodos nas bombas iônicas tipo diodo, bem como as instabilidades de argônio e hidrogênio, introduziu-se o esquema de bombas triodo, para o qual consegue-se também maiores velocidades de bombeamento. A Fig. 6.73 ilustra o esquema deste tipo de bomba.

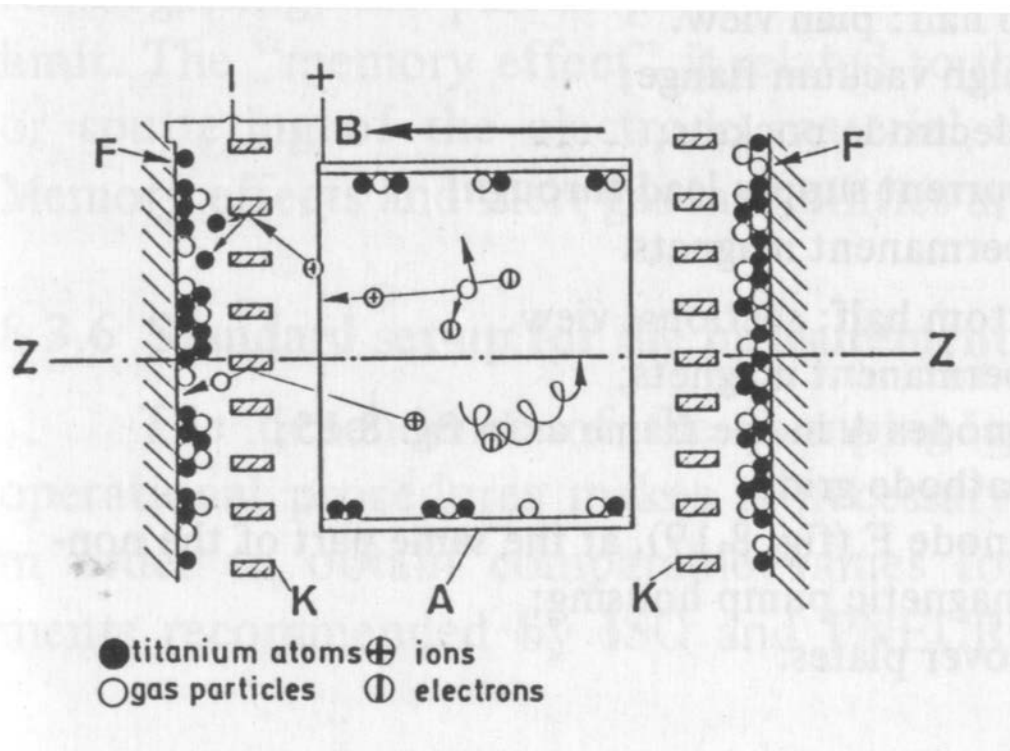


Fig. 6.73: Esquema de bomba iônica tipo triodo: K: catodo em forma de grade; A: anodo cilíndrico; F: coletores; B: campo magnético (Fig. 8.19 Wutz pg. 283)

Temos que o catodo não mais está na forma de uma placa maciça, mas de uma grade, atrás da qual é colocada uma placa coletora, que é polarizada na mesma voltagem do anodo. Nesta geometria, a descarga fica impedida de ocorrer entre K e F, ficando confinada à região do anodo A. Os íons gerados na descarga são acelerados em direção à grade K com um ângulo oblíquo, praticamente não penetrando-a, mas realizando uma ação de arrancar íons, o que dá origem à evaporação catódica, com deposição de Ti na placa coletora F, e em menor escala, no anodo A. Este filme tem a propriedade aprisionadora dos filmes de Ti, dando origem ao efeito de bombeamento dos gases ativos. Os íons que incidem em K e ganham um elétron, ficando neutros, perdem muito pouca energia cinética, e podem implantar-se em F, dando origem ao bombeamento dos gases inertes. Por outro lado, os íons que não perdem sua carga não podem atingir F por causa do forte campo elétrico aí estabelecido, e voltam para a região de descarga, podendo neste retorno atingir K e arrancar mais

átomos de Ti, provocando novamente o efeito de evaporação catódica, com filme depositado no anodo e em F. Embora a incidência de átomos neutros em F possa causar algum efeito de evaporação catódica, esse efeito é pequeno, de modo que o arranjo da célula em forma de triodo diminui drasticamente o efeito de arrancar os íons implantados, elevando a performance da bomba para o bombeamento dos gases inertes e inativos. Além disso, o efeito de evaporação catódica em K é grande, o que também melhora a performance da bomba triodo em relação à bomba tipo diodo para todos os gases. Como no caso da bomba tipo diodo, várias células são agrupadas, formando a bomba, como mostrado pela Fig. 6.74.

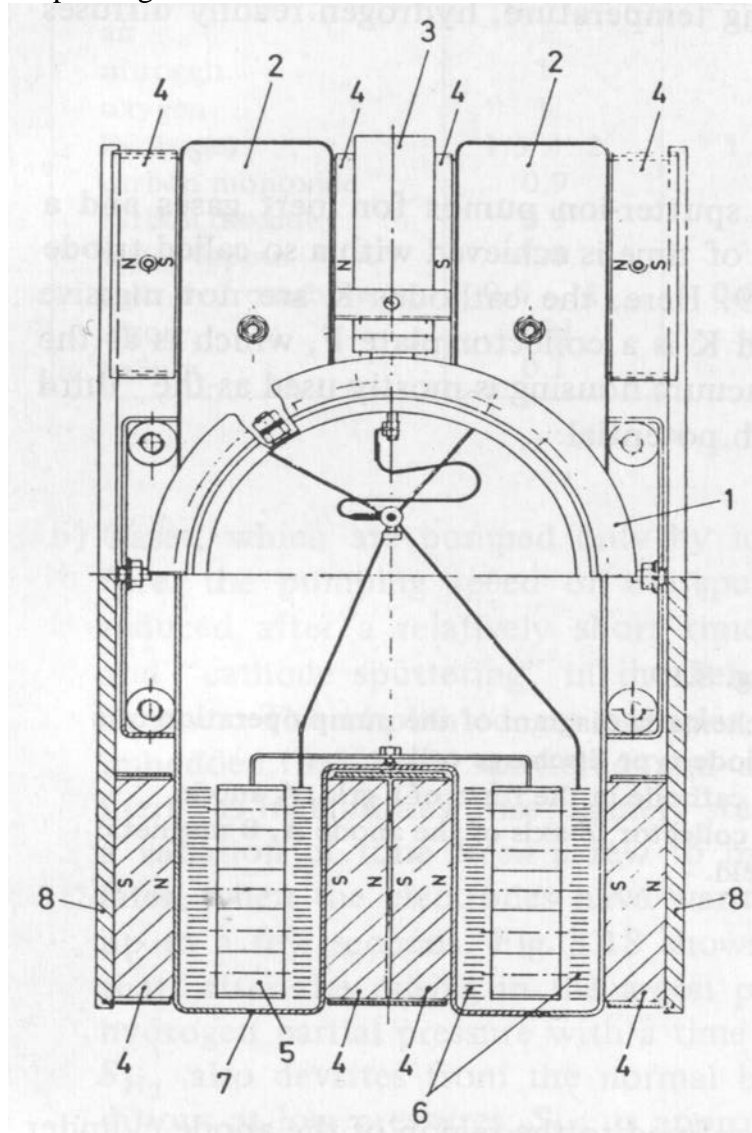


Fig. 6.74: Esquema de bomba iônica tipo triodo. Vista de topo, metade superior: 1) flange para alto vácuo; 2) bolsões de eletrodos; 3) conector elétrico de corrente; 4) ímãs permanentes. Vista em corte, metade inferior: 4) ímãs permanentes; 5) anodos A (comparar com Fig. 6.72); 6) grade catodo; 7) parede da bomba, anodo F (ver Fig. 6.72); 8) placas de fechamento. (Fig. 8.20 Wutz, pg 284)

A performance e a velocidade de bombeamento para diversas bombas tipo triodo são mostradas na Fig. 6.72.

O princípio de bombeamento por aprisionamento de moléculas implica que a história da operação da bomba fica registrada nas suas camadas absorvidas. Quando a composição do gás a ser

bombeado é mudada, por exemplo quando a bomba é instalada em outro sistema, ou quando o processo no sistema é mudado, moléculas de espécies gasosas que não pertencem ao novo sistema ou processo podem aparecer em medidas de gases residuais, devido a dessorção destas camadas. Este efeito é chamado de efeito memória da bomba, e é particularmente notável no caso dos gases nobres, como o argônio e o hélio. O efeito memória é menor no caso das bombas tipo triodo.

## Capítulo VII

### Medidores de Vácuo

Colocou-se no Cap. I que a equação de estado para um gás ideal é dada por  $P = n k T$  (1) (veja eq. 2 Cap. I), em que  $P$  é a pressão do gás,  $n$  é a densidade molecular,  $k$  é a constante de Boltzmann e  $T$  a temperatura absoluta. Esta equação é fundamental para a medição de vácuo, por causa da relação direta em pressão e a densidade molecular. Alguns medidores como manômetros de líquido e de membrana capacitiva medem diretamente a pressão, e por isso muitas vezes são denominados medidores diretos. Outros, como os medidores de ionização e de condutividade térmica, são sensíveis à densidade molecular, e por isso são denominados de medidores indiretos, uma vez que é necessário usar a eq. 1 acima para converter a medida em pressão. Os medidores diretos fornecem o valor de pressão independentemente do tipo de gás, ou seja, são insensíveis ao tipo de gás. Ao contrário, os medidores indiretos, ao serem sensíveis à densidade molecular através de alguma propriedade física do gás, são sensíveis à natureza do gás.

O intervalo de pressões englobado hoje pela tecnologia de vácuo estende-se desde valores ao redor da pressão atmosférica até valores no campo de ultra-alto-vácuo, com valores ao redor de  $10^{-16}$  torr, ou seja, deve cobrir uma faixa de 19 décadas de medida. Evidentemente, é impossível ter um único instrumento para cobrir um intervalo tão grande de medidas, o que leva a termos uma multitude de instrumentos com características muito diferentes para os intervalos de medida em que são empregados. Em sistemas de vácuo é usual a utilização de diversos medidores, cada um para uso em um intervalo específico de medida, desde a pressão atmosférica até a pressão de trabalho. Apenas um número limitado de efeitos sensíveis à pressão ou à densidade molecular estão disponíveis para serem usados como princípios de medidores de vácuo. Entre eles, podemos citar:

- deslocamento de uma coluna líquida, de um diafragma ou outro elemento deformável pela força originando-se em um diferencial de pressão;
- arraste viscoso em um elemento em movimento;
- condutividade térmica
- ionização por elétrons, radiação nuclear ou fótons de lasers, medida por corrente ou por luz emitida;

Técnicas usadas raramente ou de interesse histórico incluem: transmissão de som, espalhamento de átomos neutros de um feixe molecular; filamento rapidamente aquecido e medida pelo método de adsorção/dessorção; e movimento browniano. A Tabela 7.1 abaixo coloca uma classificação dos medidores de vácuo, explicitando a propriedade física envolvida, o tipo de medidor, e o tipo de pressão medida, se total ou parcial, se independente do tipo de gás ou não.

Ao se selecionar um medidor de vácuo para uma aplicação específica, é necessário levar em conta os seguintes critérios:

- o intervalo de pressão a ser medido
- se se deseja pressão total ou pressão parcial
- se a leitura do medidor pode ser dependente da natureza do gás da atmosfera da câmara de vácuo
- a precisão da medida
- tipo de montagem do medidor
- finalmente, mas não menos importante, o custo do medidor.

A Fig. 7.1 dá os diversos intervalos de medida para a maior parte dos medidores de vácuo colocados na Tabela 7.1.

Tabela 7.1: Classificação de medidores de vácuo

<i>Propriedade Física Envolvida</i>	<i>Tipo de Medidor</i>		<i>Tipo de Pressão</i>
Pressão exercida pelo gás	Mecânico	Bourdon	Total, independente do tipo de gás
		Diafragma	
	Coluna líquida	Tubo em U	
		Tubo inclinado	
		Diferencial	
	Compressão de gás	Medidor McLeod	Parcial, não condensável
Viscosidade do gás	Medidor por decremento		Total; depende da natureza do gás
	Girante		
	Medidor por Ressonância		
Taxa de transferência de momentum	Radiômetro, medidor de Knudsen		Total; aproximadamente independente da natureza do gás
Condutividade térmica	Medidor Pirani		Total; depende da natureza do gás
	Medidor de Termistor		
	Medidor de Termopar		
Ionização	Tubo de descarga		Total; depende da natureza do gás
	Medidor de catodo quente		
	Medidor de Bayard-Alpert		
	Medidor tipo extrator ou supressor, Medidor de Helmer		
	Medidor Defletor, Magnetron		
	Medidor Penning (catodo frio)		
	Medidor magnetron invertido		
	Medidor de Redhead		
	Medidor Alphanon		
	Analísadores de pressão parcial		Parcial



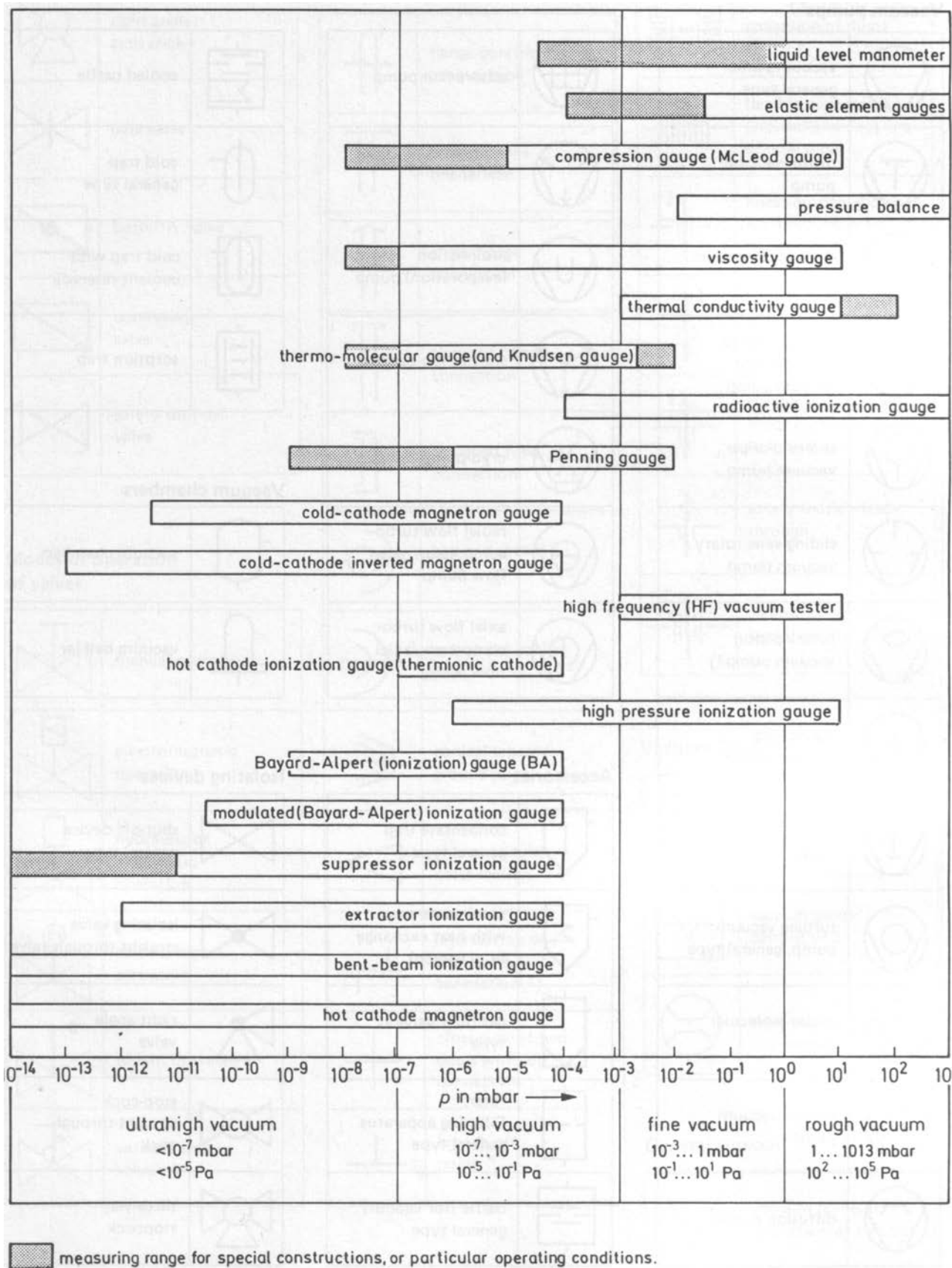


Fig. 7.1: Intervalo de medida de diversos medidores de vácuo (Tabela 16.12 Wutz, pg. 621)

## Medidores de Vácuo Mecânicos

A Fig. 7.2 mostra uma montagem para a medida direta de pressão. Uma membrana M de área A separa os volumes 1 e 2 nos quais temos as pressões  $p_1$  e  $p_2$  respectivamente. A força na

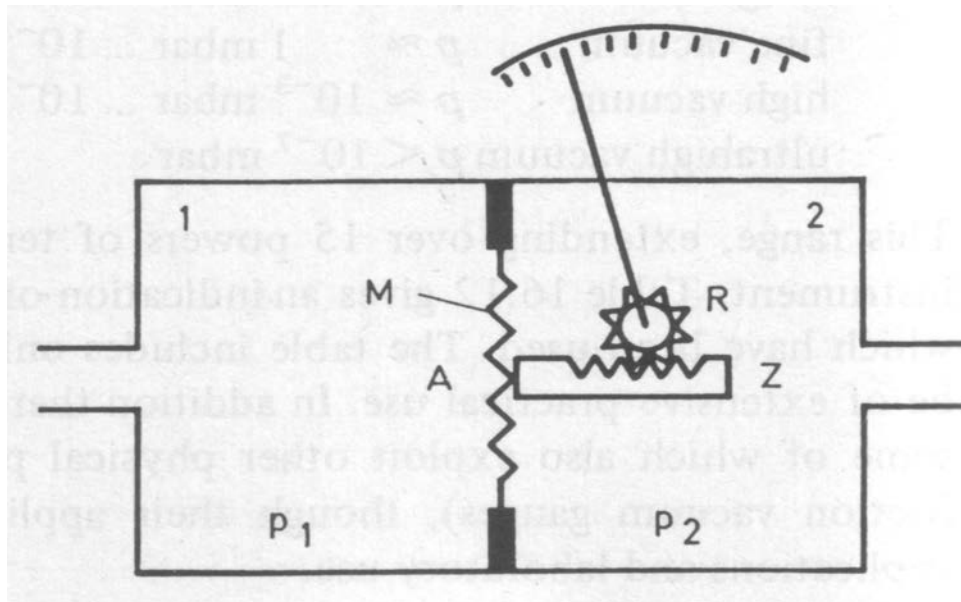


Fig. 7.2: Esquema de medidor de pressão por meio de deflexão de membrana (Fig. 11.1 Wutz pg. 394)

membrana é dada pela expressão  $F = (p_1 - p_2) A$  (2). Esta força dá origem a uma deflexão da membrana, que é convertida por meio de engrenagens de precisão na deflexão de um ponteiro, que pode ser calibrado para dar a leitura direta da diferença de pressão  $p_1 - p_2$ . Se o volume 2 é evacuado a uma pressão  $p_2 \ll p_1$ , a indicação do ponteiro pode dar a medida direta da pressão  $p_1$ .

Medidores de vácuo mecânicos construídos segundo este princípio ou outros similares, bem como os medidores de nível líquido (ver abaixo) basicamente medem a diferença de pressão entre dois pontos ou sistemas. Em princípio uma dessas pressões pode ser desprezivelmente pequena (pressão zero), como já colocado no caso de se evacuar uma das câmaras do medidor de membrana, que passa a funcionar como pressão de referência. Este tipo de medidores apresenta leituras de pressão que são independentes da natureza dos gases. Existe também a possibilidade da câmara de referência estar aberta à atmosfera, e neste caso a pressão de referência é a pressão atmosférica, que é variável, ou a câmara de referência pode estar ligada a um dispositivo que permita variar a pressão de referência de acordo com a conveniência de algum processo, em cujo caso temos o que denominamos de referência ajustável, ou medidor diferencial.

## Medidores tipo Bourdon

Um primeiro tipo de medidor mecânico é o medidor tipo Bourdon, cujo esquema é mostrado na Fig. 7.3.

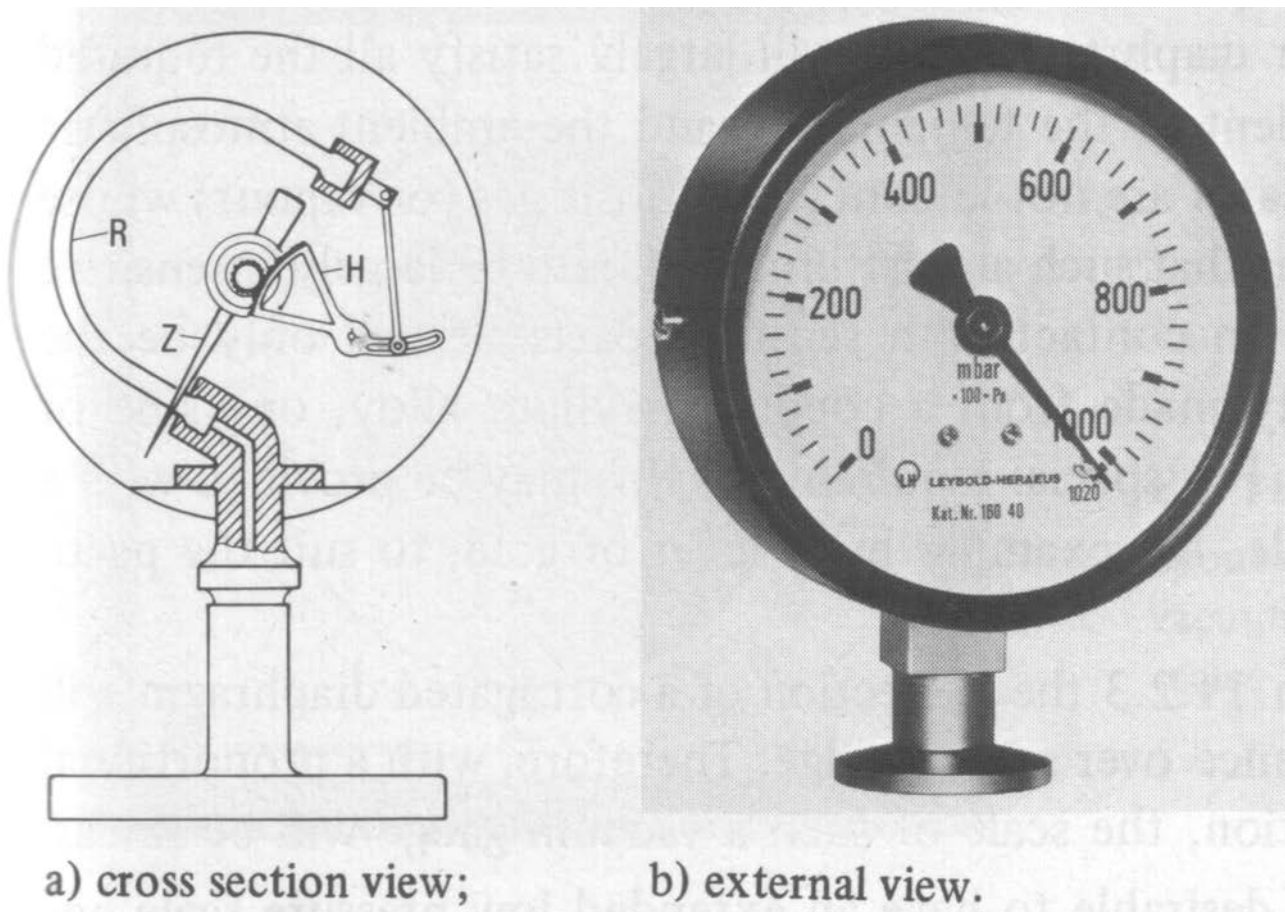


Fig. 7.3: Esquema e fotografia de medidor tipo Bourdon. (Fig. 11.2 Wutz pg 395)

O elemento sensor é um tubo de secção transversal elíptica em forma de arco circular, em que uma das extremidades é ligada à câmara de vácuo e a outra ponta, selada, é ligada a um sistema de engrenagens que transforma a deflexão provocada por uma diferença de pressão entre o interior e o exterior (a pressão de referência é a atmosférica) na indicação de um ponteiro em uma escala. Este tipo de medidor é muito robusto, e muitas vezes é usado tanto para medir vácuo como para medir pressões, num mesmo indicador, constituindo o que se denomina de manovacuômetro. Intervalo de medida típico é de 760 a 0 torr, com precisão de 1 torr (ou menos, em medidores especiais).

## Medidores tipo cápsula

Outro tipo de medidor mecânico é o do tipo cápsula, desenvolvido para evitar a dependência da medida na pressão atmosférica, e cujo esquema é mostrado na Fig. 7.4. O medidor contém um diafragma de paredes finas e corrugadas, hermeticamente selado após ser evacuado, que é colocado dentro de uma câmara que, por sua vez, é colocada em contacto com a câmara do sistema cuja pressão se deseja determinar. Um mecanismo de alavancas e engrenagens transforma o movimento das paredes da cápsula quando a pressão na câmara que a contém varia, no movimento de um ponteiro indicador. Notar que esse mecanismo de alavancas e engrenagens, e o ponteiro indicador, ficam localizados na câmara que fica em contacto com a câmara do sistema cuja pressão se quer medir. Isto pode ser uma desvantagem por causa da possibilidade de sistemas contendo gases

corrosivos ou vapores condensáveis, que podem afetar o mecanismo de transdução de pressão. Uma vantagem deste tipo de medidor é que a indicação de pressão é linear para um grande intervalo de pressões.

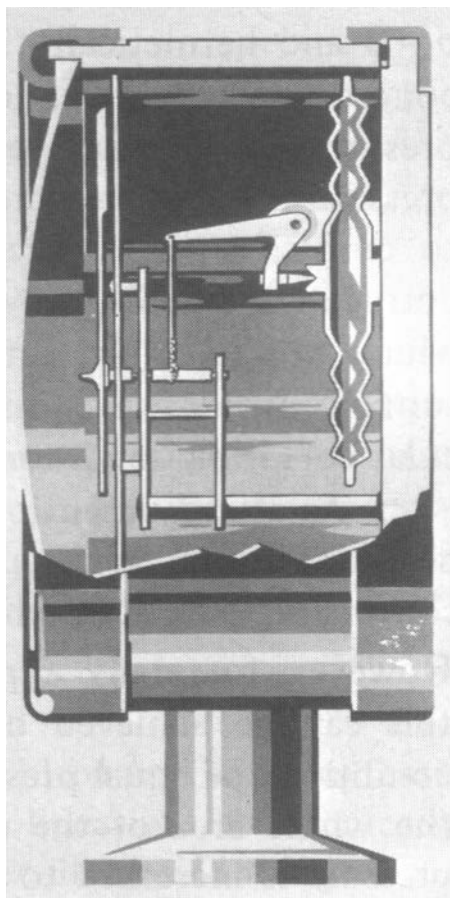


Fig. 7.4: Esquema de medidor de vácuo tipo cápsula (Fig. 11.3 Wutz pg. 395)

## Medidores tipo diafragma

Ainda outro tipo de medidor mecânico é o medidor tipo diafragma, que pode ter diversas versões. Uma primeira versão é descrita pela Fig. 7.5. Como já mencionado acima quando falamos sobre o medidor de cápsula, a deflexão de um diafragma corrugado é linear na pressão em um grande intervalo de pressões, e com um sistema de transmissão também proporcional, a relação entre indicação e pressão será linear praticamente em todo o intervalo de medida. No entanto, para diversas aplicações deseja-se uma indicação não linear, de modo que alguns intervalos da escala sejam amplificados em relação a outros, como por exemplo, nas pressões mais baixas. Isto pode ser conseguido usando-se o seguinte artifício. Para o intervalo mais baixo de pressões, no qual as pressões são aproximadamente iguais em ambos os lados do diafragma, faz-se com que todo o diafragma responda às variações de pressão. Quando a pressão sobe até, digamos, 15 torr, a primeira corrugação do diafragma deformado encontra a placa base e aí enconsta, deixando, portanto, de responder a aumentos de pressão. Isto é equivalente a uma diminuição da área de medida, ou, de outra maneira, corresponde a um aumento a constante de mola do diafragma e a uma mudança (diminuição) da sua sensibilidade. Este esquema pode voltar a acontecer quando a pressão atinge novo patamar, digamos 50 torr, e assim sucessivamente, de acordo com o projeto do medidor. Com

isso, obtém-se uma escala que é não linear e é muito expandida nos intervalos escolhidos. Um exemplo da aplicação destas idéias é o medidor comercial de diafragma mostrado na Fig. 7.6.

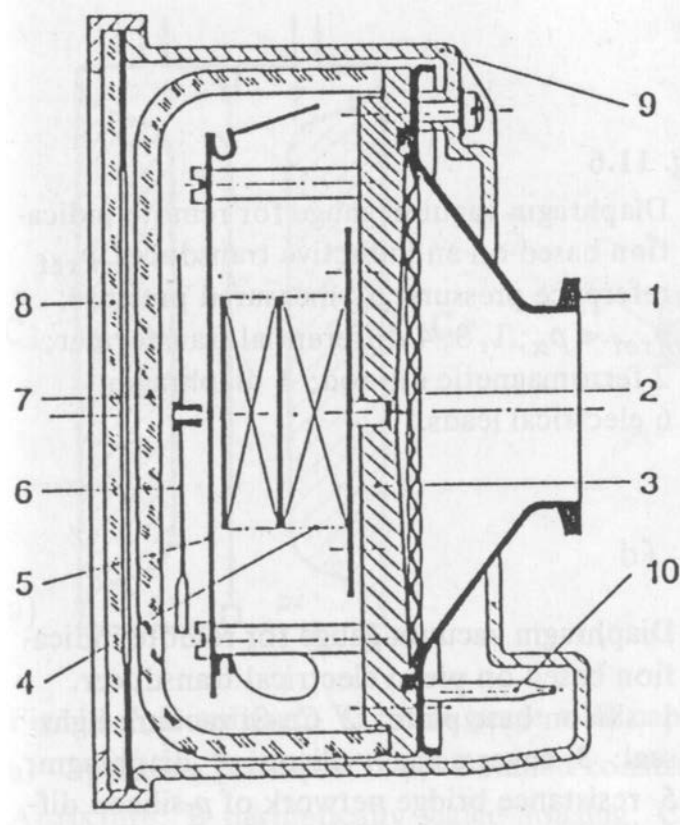


Fig. 7.5: Esquema de um medidor de vácuo tipo diafragma. 1) flange de conexão ao sistema de vácuo; 2) diafragma corrugado; 3) placa de base; 4) sistema de transmissão do movimento do diafragma; 5) escala de pressão; 6) ponteiro; 7) tampa de vidro selada a vácuo; 8) placa frontal da carcaça; 9, 10) tubo para evacuação inicial, selado (Fig. 11.4 Wutz pg. 397)

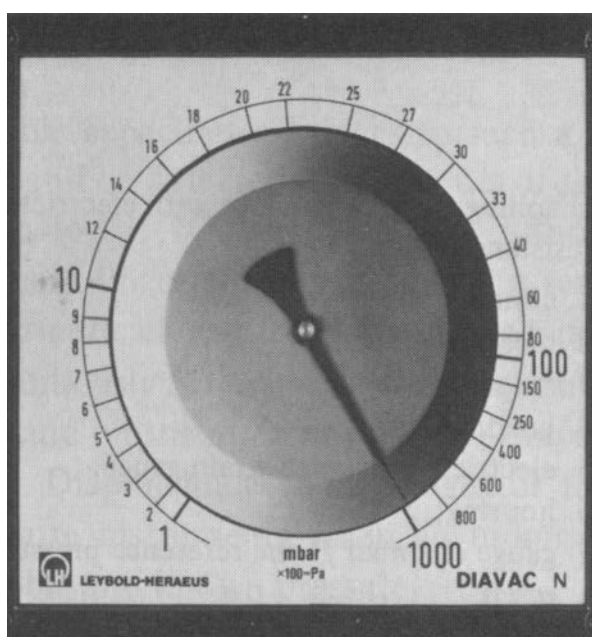


Fig. 7.6: Vista frontal de medidor tipo diafragma com escala não linear de pressão. (Fig. 11.5 Wutz pg. 397).

Os medidores de diafragma são particularmente convenientes para a adaptação de dispositivos que transformem a deformação da membrana em um sinal elétrico. Uma das abordagens para isso é usar a membrana como transdutor capacitivo, como será detalhado abaixo. Outras duas abordagens de transdução são a indutiva e a piezo-resistiva. O caso da transdução indutiva é ilustrado pela Fig. 7.7.

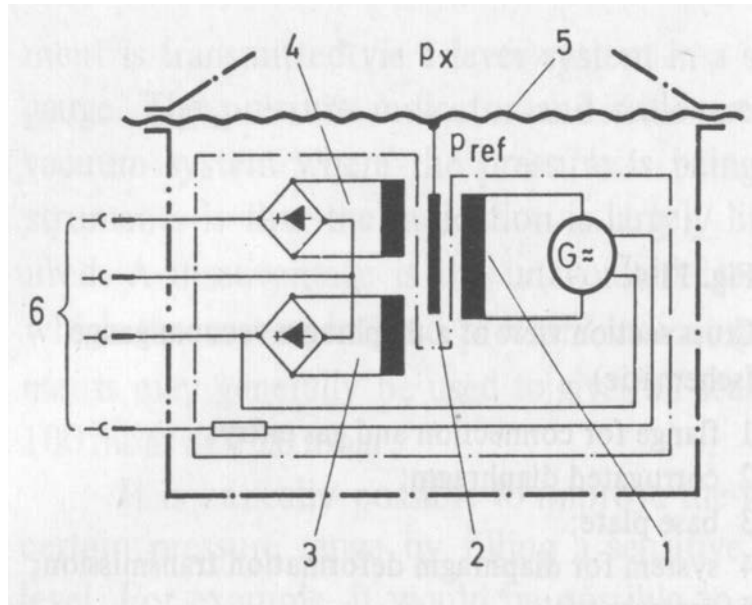


Fig. 7.7: Medidor de membrana com transdutor indutivo.  $p_{ref}$  = pressão de referência;  $p_x$  = pressão a ser medida; 1, 3 4 – transformador diferencial; 2 – núcleo ferromagnético; 5 – diafragma; 6 – conexões elétricas. (Fig. 11.6a Wutz pg. 398)

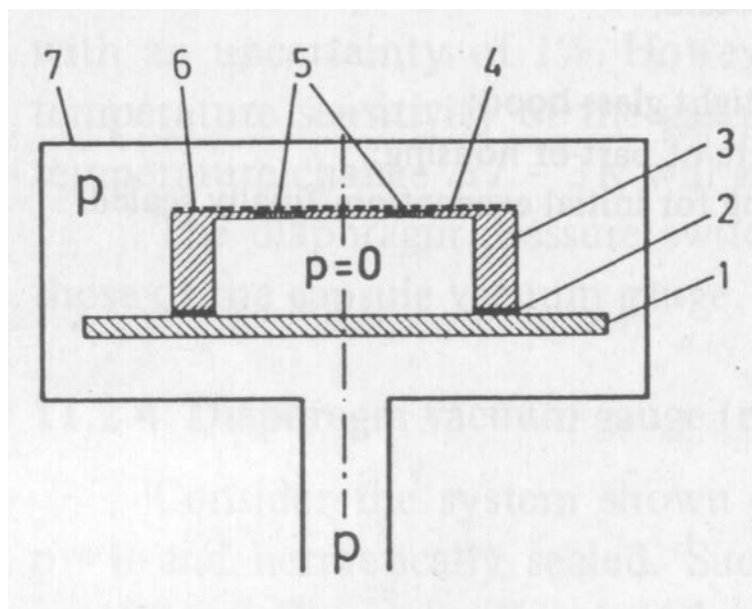


Fig. 7.8: Medidor de membrana com transdutor piezo-resistivo. 1 – placa base de silício; 2 – selo de vácuo de Cu-Si; 3 – cobertura de silício tipo n; 4 – diafragma; 5 – ponte resistiva de silício tipo p; 6 – camada protetora flexível; 7 – envoltória. (Fig. 11.6b Wutz pg. 398)

Um núcleo ferromagnético é acoplado rigidamente ao diafragma, movendo-se solidariamente a ele, e dentro das bobinas de um transformador diferencial, que é composto por uma bobina excitadora

percorrida por uma corrente alternada, e duas bobinas sensoras ligadas em série-oposição, de modo que quando a barra ferromagnética está centrada simetricamente, o sinal resultante é nulo, e quando o núcleo afasta-se da posição central, um sinal proporcional ao deslocamento aparece entre os terminais destas duas bobinas.

O caso da transdução piezo-resistiva é ilustrado pela Fig. 7.8. O elemento sensor é uma fina membrana de silício na qual a ponte resistiva contendo os sensores piezo-resistivos (strain-gages), que são construídos por difusão de silício tipo p na própria membrana. Esta ponte é feita balancear-se para baixas pressões ( $p < 1$  torr), e à medida que a pressão na câmara varia, a membrana de silício deforma-se, desbalanceando a ponte resistiva, cujo

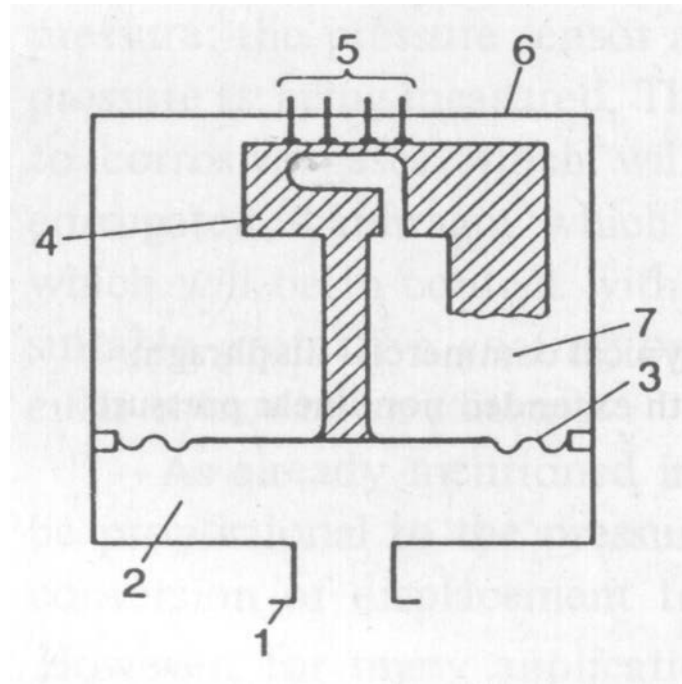


Fig. 7.9: Esquema de medidor de membrana com célula de carga e respectiva ponte de sensores piezo-resistivos. 1 – flange de conexão; 2 – volume de medida; 3 – diafragma; 4 – viga defletora (célula de carga); 5 – sensores piezo-resistivos (strain gages); 6 – invólucro; 7- câmara na pressão de referência ( $p = 0$ ). (Fig. 11.6c Wutz pg. 398)

sinal é proporcional à pressão. Com isso, consegue-se boa indicação de pressão no intervalo de 760 a 1 torr, com um sensor que é bastante robusto e muito pequeno (tipicamente, volumes internos destes sensores são da ordem de  $1 \text{ cm}^3$ ).

Uma versão mais moderna destes sensores emprega a tecnologia de sensores de força piezo-resistivos, denominados células de carga, usados para balanças e outros dispositivos para medida de força e torque. Esta abordagem é ilustrada na Fig. 7.9. O funcionamento deste tipo de sensor corresponde à transmissão da força sentida pela membrana a uma célula de carga sensível, cuja deformação é monitorada por uma ponte de sensores piezo-resistivos (strain gages), de modo muito similar ao funcionamento de uma balança comercial. Novamente, a câmara do sensor é evacuada a uma pressão mínima, que serve de referência e de zero para a ponte dos sensores piezo-resistivos. Estes sensores em geral são apresentados com intervalo de medida entre 0 e 2000 mbar.

## Medidores de diafragma tipo capacitivos

Dentre os medidores usando diafragma destacam-se os medidores tipo capacitivos, por causa da sensibilidade e estabilidade que se consegue com eles, além dos intervalos de medida bastante estendidos. A Fig. 7.10 mostra o esquema de funcionamento deste tipo de medidor.

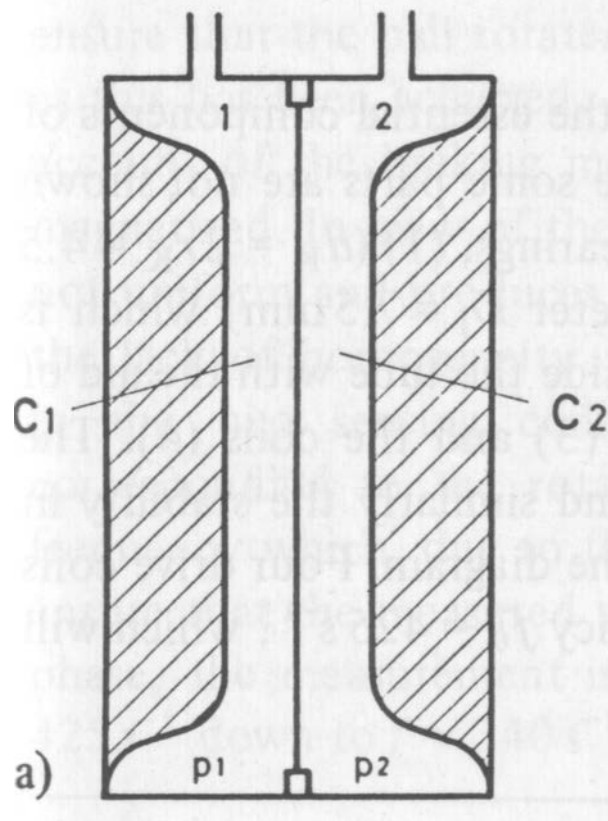


Fig. 7.10: Esquema de medidor de membrana capacitiva. (Fig. 11.7 Wutz pg. 399)

Temos duas câmaras  $C_1$  e  $C_2$  com pressões  $p_1$  e  $p_2$  separadas por uma membrana metálica. As paredes das câmaras também são metálicas, e estão afastadas da membrana por uma pequena distância. A membrana e cada uma destas paredes forma um capacitor, e se a separação entre elas é igual, são dois capacitores de mesma capacitância. Estes capacitores são colocados em braços opostos de uma ponte AC (tipo Kelvin, por exemplo), de modo que o sinal de ambos anula a saída da ponte. Quando uma das pressões muda, ocorre uma deflexão da membrana, levando-a a se aproximar de uma parede e a se afastar da outra, o que faz com que as capacitâncias variem em sentidos opostos, o que dá um sinal duplo na ponte AC. Por causa disso, estes sensores podem ter altíssima sensibilidade. A Fig. 7.11 mostra um esquema da construção de um sensor capacitivo comercial. Como indicado nesta figura, estes medidores podem ser construídos em forma diferencial ou absoluta. No primeiro caso, uma das câmaras é ligada a uma câmara cuja pressão na pressão de referência, e a outra é ligada à câmara cuja pressão se deseja comparar com a da câmara de referência. No segundo caso, a câmara de referência é evacuada a uma pressão muito abaixo da menor pressão a ser medida, e então selada. Estes medidores, por causa da altíssima sensibilidade, apresentam problemas de deriva térmica, e por isso, em geral são feitos trabalhar em temperaturas fixas e controladas ligeiramente acima da temperatura ambiente, como 40 ou 50°C. Medidores deste tipo podem trabalhar desde fundos de escala de 25.000 torr até 1 torr, e neste último caso, podem medir até  $10^{-5}$  torr, embora, nestes baixos intervalos, o erro na medida possa atingir 30 %.



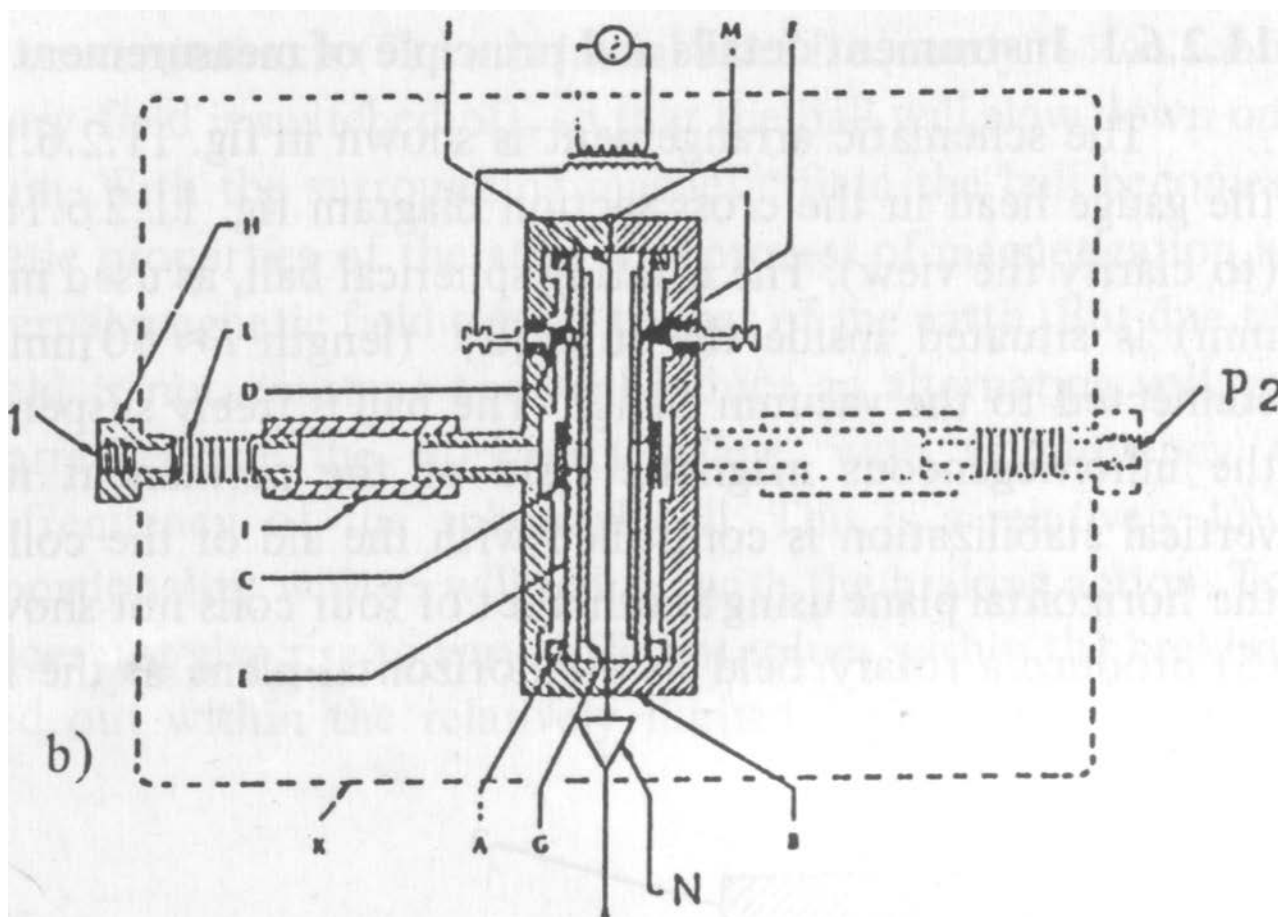


Fig. 7.11: Esquema de construção de sensor capacitivo comercial (Fig. 11.7b Wutz pg. 399)

## Medidores baseados em viscosidade

Os medidores baseados em viscosidade utilizam o efeito de arraste ou de dissipação observado quando moléculas impingem uma superfície em movimento. A Fig. 7.12 ilustra diversos tipos de medidores baseados em viscosidade. O de placa oscilante (Fig. 7.12 a) tem como princípio de medida a observação do decréscimo da amplitude de oscilação de uma placa suspensa em função do tempo. O mesmo princípio aplica-se aos medidores baseados em disco oscilante em torsão (Fig. 7.12 b) e à fibra oscilante (Fig. 7.12 c). No caso do medidor baseado em acoplamento entre disco girante e disco em torsão (Fig. 7.12 d), mede-se o torque que um disco girando com velocidade constante na pressão que se quer medir induz, através do gás que faz o acoplamento entre ambos os discos, no disco suspenso. Esta medida é feita através do ângulo de deflexão do disco em torsão, que é indicado pelo giro do espelho preso à fibra de sustentação deste disco. Todos estes medidores têm interesse apenas histórico.

O medidor baseado em cristal de quartzo oscilante tipo diapasão foi desenvolvido recentemente por pesquisadores japoneses e está sendo comercializado por uma companhia japonesa. Seu princípio de funcionamento é a variação da impedância do oscilador de quartzo quando polarizado com uma voltagem alternada constante em função da pressão do gás em que o oscilador está imerso. Utilizam-se diapasões construídos em massa para o controle de frequência em diversos equipamentos eletrônicos, como relógios de pulso e microcomputadores, o que torna estes diapasões extremamente baratos. Embora muito precisos e razoavelmente estáveis em função da

temperatura, estes medidores são fortemente dependentes do tipo de gás, o que pode ser bastante inconveniente em várias aplicações. Seu intervalo de trabalho é de aproximadamente  $10^{-3}$  torr até a pressão atmosférica.

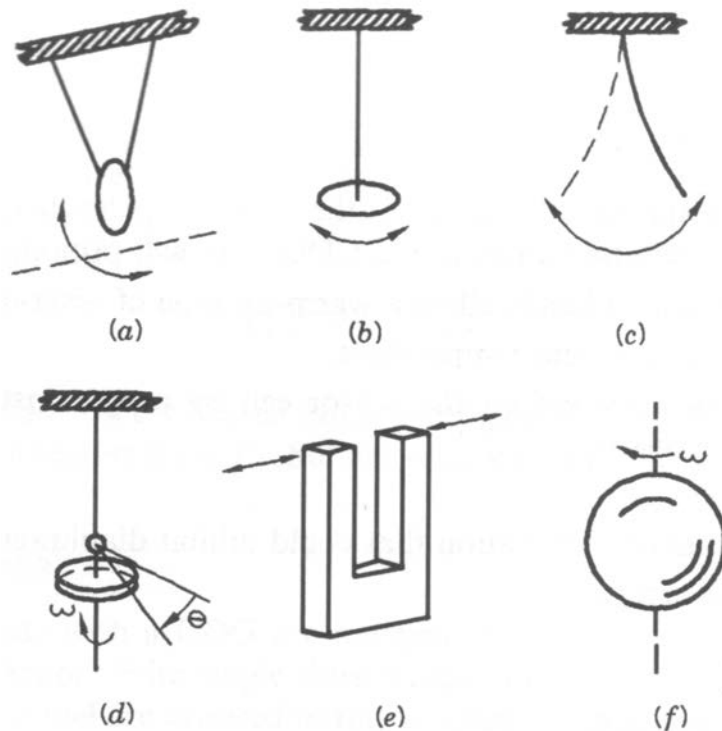


Fig. 7.12: Medidores à base de viscosidade: a – placa oscilante; b – disco oscilante em torsão; c – fibra oscilante; d – acoplamento entre disco girante e disco em torsão; e – cristal de quartzo oscilante em forma de diapasão; f – esfera girante. (Fig. 6.11 Lafferty pg. 390)

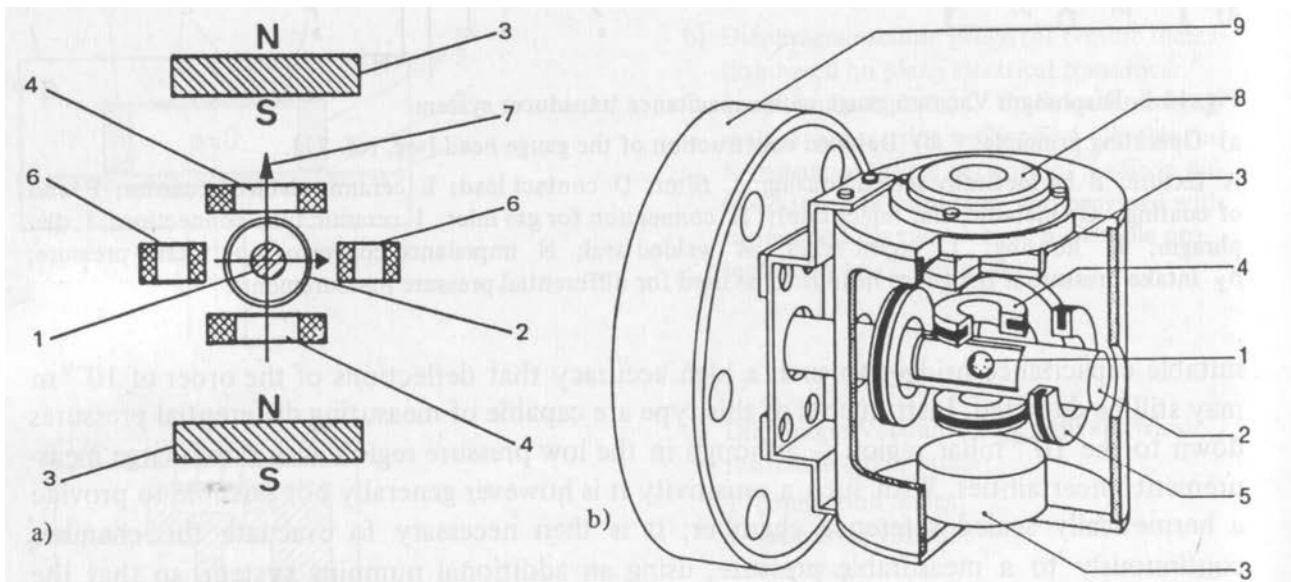


Fig. 7.13: a) arranjo esquemático; b) vista 3D de um medidor de esfera girante: 1 – esfera (diâmetro = 4,5 mm); 2 – invólucro tubular, diâmetro interno 7,5 mm; 3 – ímãs permanentes,  $B(\text{pos. Esfera}) = 0,05 \text{ T}$ ; 4 – bobinas de estabilização vertical; 5 – quatro bobinas motoras (não mostradas em a e a frontal não mostrada em b) 6 – bobinas sensoras; 7 – eixo de rotação; 8 – nível de bolha; 9 – flange para conexão ao sistema de vácuo; (Fig. 11.2.61a e b Wutz pg. 400)

De muito maior importância são os medidores de esfera girante, cujo desenvolvimento iniciou-se na década de 1960, até a obtenção de produto comercial na década de 1970, com capacidade de medida no intervalo de  $10^{-2}$  a  $10^{-7}$  torr e com muito boa sensibilidade. Estes instrumentos estão inclusive sendo usados como padrões de transferência de calibração. A Fig. 7.13 mostra o esquema de um tal medidor. A esfera girante, similar às usadas em rolamentos de esferas, é colocada no interior do tubo de aço inox, cujo diâmetro interno é 7,5 mm e cujo comprimento é da ordem de 60 mm, e que é soldado à flange que faz a conexão com o sistema cuja pressão se quer determinar. A esfera é suspensa com a ajuda do campo magnético não homogêneo dos ímãs permanentes 3 e das bobinas de estabilização 4, que, como o nome diz, também têm o papel de estabilizar a esfera no plano vertical. Outras quatro bobinas (não mostradas) fazem a estabilização no plano horizontal. As quatro bobinas rotuladas 5 no esquema são usadas para estabelecer um campo girante horizontal que, por sua vez, faz com que a esfera entre em rotação, seguindo-o. A frequência deste campo é 425 Hz, e após algum tempo, a esfera atinge esta frequência. A partir daí, este campo motor é desligado, e a esfera é decelerada pela fricção com as moléculas do gás da câmara, que fornece um torque desacelerador. Como a esfera é magnetizada, o fato de termos um momento magnético girante gera uma corrente induzida nas bobinas sensoras 6 cuja frequência é a mesma da esfera. A medida desta frequência e de seu decremento dá a medida da densidade molecular e, portanto, da pressão. O intervalo de medida da frequência é fixado entre o valor inicial, 435 Hz, e o valor de aproximadamente 340 Hz. Ao se fazer o cálculo do torque desacelerador, verifica-se que a variação de frequência com o tempo é diretamente proporcional à pressão do gás, ou seja, este medidor é linear. Além disso, testes mostraram que as características das esferas são constantes em períodos de anos, tornando este medidor, quando calibrado, um padrão de transferência de calibração (padrão secundário). A Fig. 7.14 mostra uma fotografia de um destes sensores acoplado a um sistema de vácuo. Como já colocado acima, o intervalo de medida para este tipo de medidor é de  $10^{-2}$  torr a  $10^{-7}$  torr.

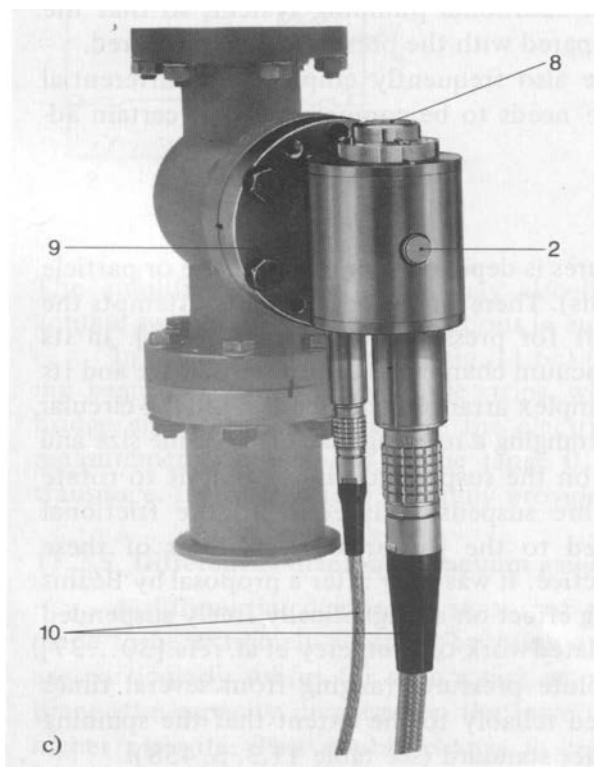


Fig. 7.14: Fotografia de sensor de esfera girante acoplado a sistema de vácuo. (Fig. 11.2.61c Wutz pg. 400)

## Medidores usando líquidos

Ainda na classe de medidores mecânicos, temos os medidores que utilizam líquidos, dos quais o mais simples é o tubo em U, como mostrado pela Fig. 7.15.

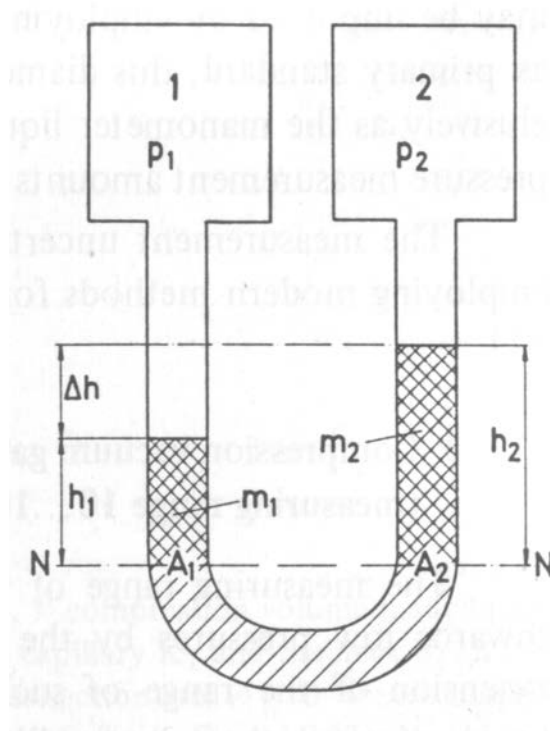


Fig. 7.15: esquema de medidor de vácuo tipo tubo em U. (Fig. 11.8 Wutz pg. 411)

Note que neste medidor o líquido substitue a membrana ou o diafragma dos medidores acima descritos. As duas câmaras 1 e 2 com pressões  $p_1$  e  $p_2$  são ligadas por um tubo transparente de secção transversal  $A$  que é preenchido com o líquido separador. No equilíbrio mostrado na Fig. 7.15, podemos escrever  $p_1 - p_2 = \rho g \Delta h$  (3), em que  $\rho$  é a densidade do líquido e  $g$  é aceleração da gravidade. Desta maneira, a medida direta de  $\Delta h$  dá a medida da pressão em torr ou mmHg. Estes medidores, portanto, podem medir pressões no intervalo de 760 a aproximadamente 0,1 torr, com precisão desta ordem. Utilizando amplificação óptica e verniers (microscópio e catetômetro), esta precisão pode ser aumentada até  $10^{-3}$  torr. Utilizando técnicas ópticas especiais, o intervalo inferior de medida pode ser estendido a alguns militorr, com boa precisão de medida.

Se um braço do tubo em U é evacuado e selado, o tubo torna-se um medidor de pressão absoluta, e pode mesmo ser usado como padrão primário de pressões. Uma outra maneira de melhorar a precisão de leitura para pequenas variações de pressão é utilizar um tubo inclinado, como mostrado pela Fig. 7.16.

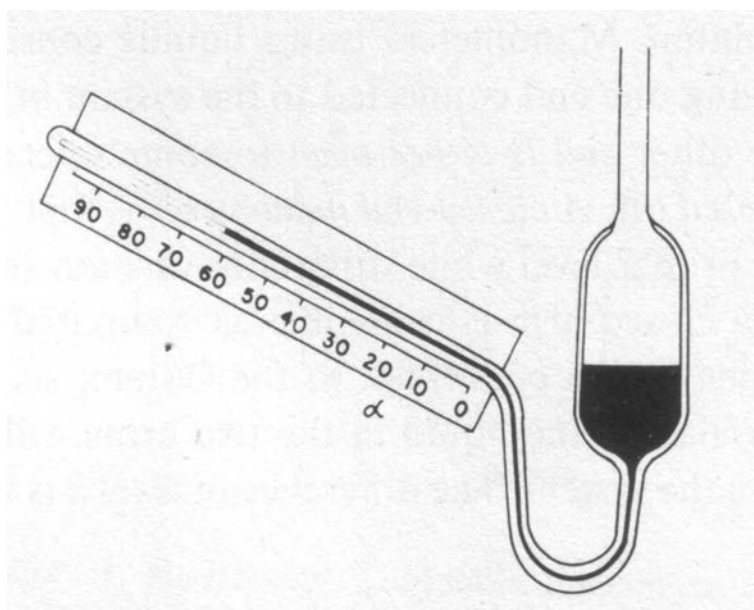


Fig. 7.16: Manômetro de líquido inclinado. (Fig. 6.4 Roth pg. 286)

## O medidor de McLeod

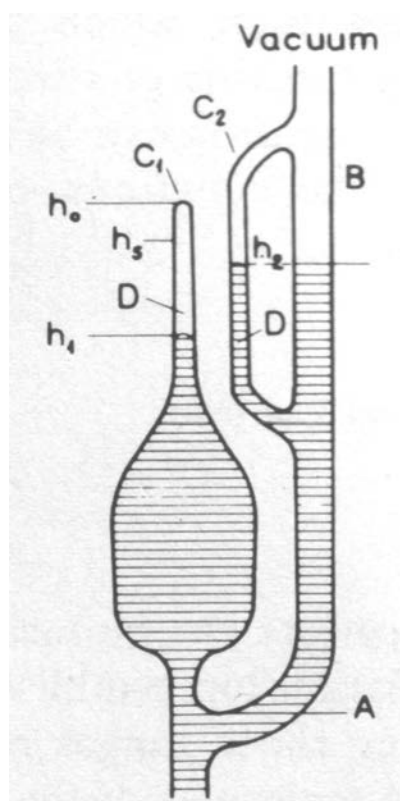


Fig. 7.17: esquema de um medidor tipo McLeod (Fig. 2.7b Roth pg. 24)

O medidor de McLeod é importante não apenas porque foi o primeiro medidor a permitir medidas confiáveis abaixo de  $10^{-2}$  torr em uma época em que não havia nenhum outro medidor capaz de realizar isto, como também porque é um medidor absoluto e durante muito tempo foi um padrão

primário de pressões na faixa que vai de 1 torr até aproximadamente  $10^{-6}$  torr. Tal medidor é baseado muito simplesmente na lei de Boyle-Mariotte dos gases perfeitos, que diz que o produto PV é constante em processos isotérmicos. Para discutir o funcionamento de tal medidor, vamos nos referir à Fig. 7.17. O medidor compreende um ramo B que faz a conexão com o sistema de vácuo, e um recipiente bojado que é um volume calibrado de volume V conhecido que está ligado, na sua parte superior, a um tubo capilar fechado  $C_1$ . Na sua parte inferior ele se liga, através de uma junção "T", ao ramo B e a um reservatório de mercúrio, cuja posição pode ser alterada de modo a fazer com que o mercúrio suba no volume calibrado e no ramo B simultaneamente. O ramo B possui uma derivação que é um capilar  $C_2$  com o mesmo diâmetro interno do capilar  $C_1$ . O modo de funcionamento do medidor McLeod é o seguinte. Com a coluna de mercúrio abaixo da linha A, o volume calibrado é colocado em contacto com a câmara cuja pressão se quer determinar. Em seguida, a coluna de mercúrio é levantada, de modo que, quando atinge a posição A, isola o gás no volume calibrado do sistema de vácuo. Nesta posição, temos tanto o gás no volume quanto o gás na câmara de vácuo na mesma pressão. Continuando a subir a coluna de mercúrio, o gás do volume calibrado acaba sendo confinado (e comprimido) no capilar  $C_1$ , passando do volume V ao volume  $V' = h_1 A$ , onde A é a área da secção reta do capilar. Na situação em que a coluna de mercúrio no capilar A atinge a altura  $h_1$ , a coluna de mercúrio no ramo B e no capilar  $C_2$  atinge a altura  $h_2$  (estas alturas devem ser medidas em relação à mesma origem, usualmente o topo do capilar  $C_1$ ). Podemos dizer então que a pressão do gás no capilar  $C_1$  é dada por  $p + \rho g(h_2 - h_1)$  e que tem volume  $A(h_0 - h_1)$ , e, pela lei de Boyle-Mariotte, podemos escrever  $[p + \rho g(h_2 - h_1)] A(h_0 - h_1) = pV$  (4), de onde se obtém

$$p = \frac{\rho g A (h_2 - h_1) (h_0 - h_1)}{[V - A(h_0 - h_1)]} \quad (5).$$

A partir desta equação temos dois métodos de fazer a medida de pressão. O primeiro deles corresponde a tomar como prática de medida fazer sempre  $h_2 = h_0$ , o

que nos dá, denominando a diferença  $h_2 - h_1 = \Delta h$ ,  $p = \frac{\rho g A \Delta h^2}{[V - A \Delta h]} \approx \frac{\rho g A}{V} \Delta h^2$  (6), ou seja, a

pressão passa a ter uma dependência quadrática na diferença de altura entre os dois capilares. Para ter uma idéia sobre o alcance de medidas com este tipo de medidor, considere o volume  $V = 500 \text{ cm}^3$ , que é um valor razoável, por não exigir uma quantidade muito grande de mercúrio (o que pode introduzir deformações no medidor), e capilares com diâmetro interno de 1 mm (diâmetros menores apresentam problemas de arraste de mercúrio nos capilares por forças de tensão superficial). Para uma diferença de altura entre as colunas de mercúrio de 1 mm nos dois capilares, a pressão a ser

medida pode ser calculada como  $p = \frac{(\pi/4)}{(5 \cdot 10^5 - \frac{\pi}{4} 1^2)} \approx 1,6 \cdot 10^{-6} \text{ torr}$  (nesta equação obtivemos p

diretamente em torr (que corresponde à altura da coluna de mercúrio), colocando o produto  $\rho \cdot g = 1$ ).

O segundo método de uso do medidor McLeod consiste em escolher um nível fixo no capilar fechado  $C_1$ , definindo uma altura de referência  $h_s$ . Com isso, temos  $h_1 = h_s$  e  $h_0 - h_s$  torna-se uma

constante, e a equação 5 fica  $p = \frac{\rho g A (h_0 - h_s) (h_2 - h_s)}{[V - A(h_0 - h_s)]} \approx \frac{\rho g (h_0 - h_s)}{V} \Delta h$ , onde agora

$\Delta h = h_2 - h_s$ . Neste caso, portanto, temos uma escala de pressões linear na leitura em altura.

Uma das limitações do medidor de McLeod é a presença de vapores, como o vapor d'água, que, durante a compressão do gás no capilar  $C_1$  pode atingir a pressão de saturação e condensar durante a compressão. Isto provoca leituras erradas, e exige muita atenção do operador. Outro

problema com a operação do medidor é que a pressão parcial do mercúrio ao redor da temperatura ambiente é aproximadamente  $2 \cdot 10^{-3}$  torr, o que significa que quando se mede câmaras de vácuo com pressões abaixo deste valor, o sistema pode ser contaminado com vapor de mercúrio, e isto precisa ser levado em conta pelo operador. A maneira de se evitar a contaminação com mercúrio é interpor uma armadilha de LN2 entre o medidor e o sistema, mas isso pode trazer erros de leitura do medidor.

## Medidores baseados em condutividade térmica

Este tipo de medidores são baseados em um filamento colocado no interior de um invólucro de vidro ou metálico que é aquecido por uma corrente elétrica. A temperatura final que este filamento atinge depende da potência elétrica nele colocada e nas taxas de dissipação de calor, que são de três origens: perda por condução pelo gás, perda por radiação e perda por condução para os suportes do filamento. Nas condições usuais de operação destes medidores, com potência fornecida ao filamento mantida constante e temperatura do fio mantida a aproximadamente  $100^{\circ}\text{C}$  acima da temperatura ambiente, as perdas por radiação e por condução para os suportes são razoavelmente independentes da pressão, enquanto que a perda por condução é diretamente proporcional à pressão porque, no regime molecular, a condutividade térmica do gás é proporcional à pressão (veja eqs. 56 e 57, Cap. I). As variações de temperatura do filamento causadas pelas variações de pressão podem ser medidas através da resistência elétrica do filamento, que é a base dos medidores Pirani e de termistores, ou a temperatura do filamento é medida por um termopar a ele acoplado, formando os medidores tipo termopar.

A Fig. 7.18 ilustra a construção de um sensor tipo Pirani. Essencialmente temos um filamento de um metal com alto coeficiente de temperatura da resistividade, de diâmetro entre 5 e  $20\text{ }\mu\text{m}$  (filamentos de lâmpadas incandescentes, por exemplo), que é estirado no centro de um invólucro

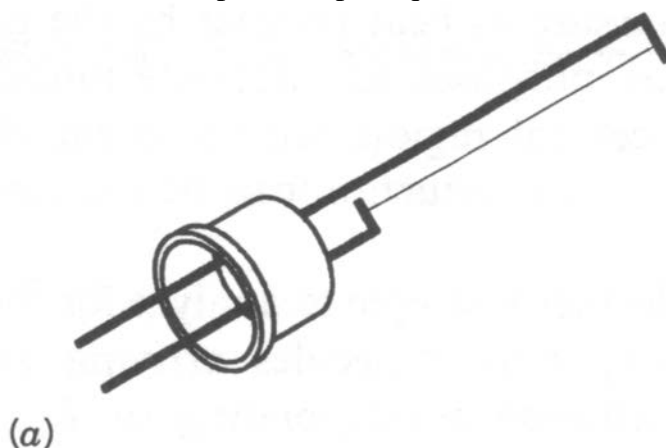


Fig. 7.18: Sensor tipo Pirani (Fig. 6.23a Lafferty pg. 405)

cilíndrico, em geral metálico, que possui uma flange para conexão ao sistema de vácuo. A montagem com invólucros metálicos resulta em sensores muito robustos. Em geral os circuitos elétricos para manterem a potência constante no filamento são complexos, e prefere-se então a operação dos sensores no modo de resistência constante, o que inclusive permite um intervalo de medida mais extenso. Em geral, a resposta destes sensores está no intervalo entre  $10^{-3}$  torr a aproximadamente 100 torr, e são dependentes da natureza dos gases (ver eqs. 56 e 57, Cap. I). Medidas acima desta pressão são difíceis de serem realizadas, pois a condutividade do gás fica independente da pressão para estes valores de pressão. O intervalo de medida pode ser estendido até

a pressão atmosférica (760 torr) lançando-se mão do fenômeno de convecção, mas isto exige posicionamento preciso do filamento no seu invólucro e manutenção da mesma posição do invólucro (vertical ou horizontal) durante a operação do sensor. Em geral, estes sensores são calibrados para nitrogênio (ou equivalentemente, para o ar), e seu uso para outros gases deve ser corrigido.

A Fig. 7.19 ilustra o esquema de um sensor tipo termopar.

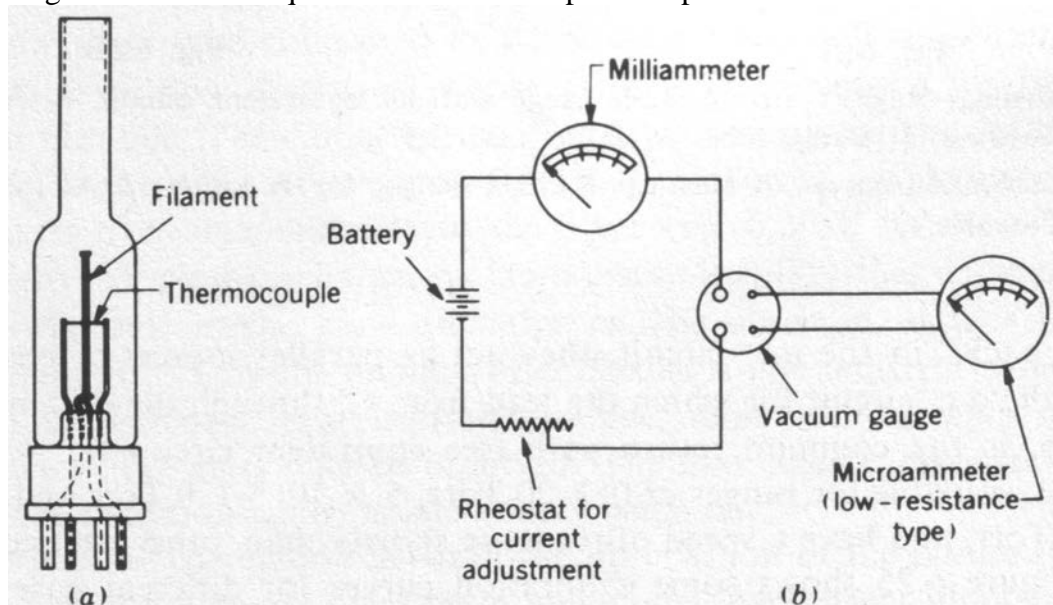


Fig. 7.19: esquema de sensor tipo termopar (Fig. 6.23 Roth pg. 307)

Temos um filamento que é aquecido por uma corrente elétrica, e cuja temperatura é medida por uma junção feita soldando-se a ele um outro fio de material diferente. O princípio de medida é o de passar uma corrente elétrica constante pelo filamento e medir sua temperatura em função da pressão através da junção termo-elétrica feita no seu centro. Tal como os sensores Pirani, os sensores tipo termopar são muito robustos.

Além destes sensores, temos também o sensor tipo termistor, que essencialmente é um medidor Pirani em que o filamento metálico é substituído por um termistor, ou seja, um elemento semicondutor com coeficiente negativo de temperatura da resistividade. O seu funcionamento é o mesmo do sensor Pirani.

## Medidores por ionização

Praticamente todo sistema de vácuo que opera abaixo de  $10^{-3}$  torr possui um medidor por ionização para indicar ou medir a pressão de trabalho, pois não existe outro método para medida da pressão abaixo deste valor. Daí a importância deste tipo de medidor para a tecnologia de vácuo, principalmente nos intervalos de ultra-alto-vácuo e extremo-alto-vácuo.

A medida de pressão com medidores por ionização é feita por um método indireto em que uma grandeza elétrica proporcional à densidade molecular é medida. Para isso, o gás cuja pressão se quer medir é ionizado (total ou parcialmente), e, dependendo do método de ionização empregado, a grandeza elétrica medida é uma corrente iônica, como nos medidores de cátodo quente, ou uma corrente de descarga elétrica, como nos medidores de cátodo frio. O esquema de um medidor de ionização de cátodo quente é mostrado na Fig. 7.20.



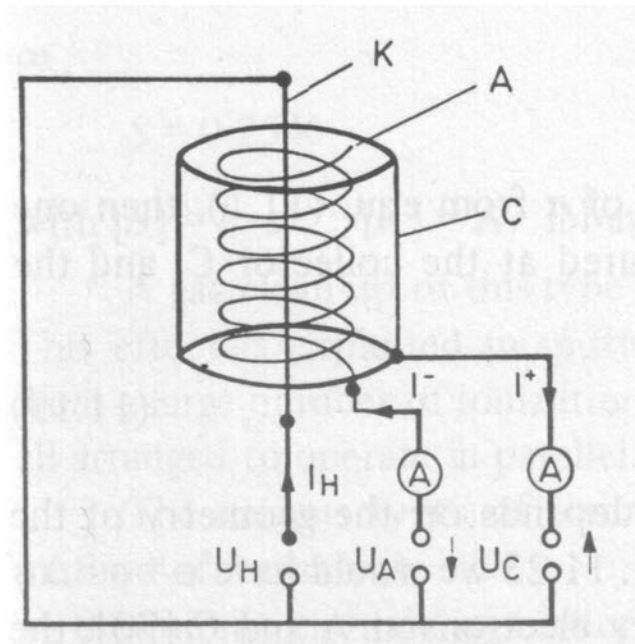


Fig. 7.20: Esquema de um medidor por ionização de catodo quente.  $U_H$  – tensão do aquecedor;  $I_H$  – corrente de aquecimento do emissor termoiônico;  $U_A$  – tensão do anodo;  $I^-$  – corrente de elétrons para o anodo A;  $I^+$  – corrente iônica para o coletor C. (Fig. 11.22 Wutz pg. 425)

Este medidor consiste basicamente de um catodo termoiônico (emissor de elétrons por aquecimento) K rodeado por um anodo A em forma de grade (que é um filamento em forma de espiral) polarizado positivamente em relação ao catodo. Este conjunto é circundado por um cilindro metálico C que forma o coletor de íons, e que é polarizado mais negativamente que o catodo e o anodo. O funcionamento do medidor pode ser melhor explicado levando em conta a Fig. 7.21, que corresponde a um corte transversal do medidor.

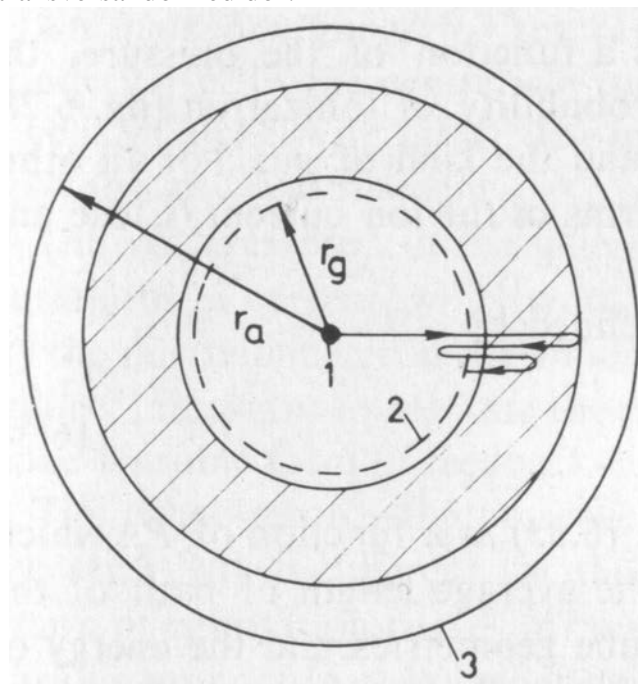


Fig. 7.21: Esquema de corte transversal de medidor por ionização, trajetória típica de um elétron. 1 – catodo; 2 – grade; 3 – anodo. (Fig. 6.27 Roth pg. 311)

Um elétron que é emitido pelo catodo é acelerado em direção ao anodo, e como este é em forma de uma grade, o elétron muito provavelmente não será coletado, mas passará pelos vazios da grade para a região hachurada da Fig. 7.21, onde há um campo elétrico que o desacelera e o faz retornar à região entre o catodo e a grade. Nestas circunstâncias, o elétron deverá fazer várias oscilações antes de finalmente encontrar um dos fios da grade e ser retirado de circulação, como mostrado pela linha com setas da Fig. 7.21. Isto dá origem à corrente de elétrons  $I^-$  na grade. Este caminho alongado que o elétron percorre aumenta muito a probabilidade de ele chocar-se com um átomo do gás que preenche o volume do medidor, aumentando, portanto, a probabilidade de ionização. O íon, ou os íons positivos assim gerados são atraídos pelo coletor e o atingem, provocando a corrente iônica  $I^+$ . Para poder produzir ionização por impacto com uma molécula, o elétron precisa ter uma energia cinética que no mínimo igual à energia de ionização (potencial de ionização) do gás, que, no caso do vapor d'água e oxigênio é 12,6 eV, de 15 a 15,6 eV para nitrogênio, hidrogênio e argônio, e 24,6 eV para o hélio.

Na sua trajetória de comprimento  $\Delta l$  através do gás de densidade molecular  $n$  os  $N^-$  elétrons darão origem a um número de colisões  $\Delta N^-$  que é dado por

$$\Delta N^- = N^- n \sigma \Delta l \quad (7)$$

Nesta equação  $\sigma$  é a secção transversal para choque entre elétrons e íons, e depende da energia dos elétrons e do tipo de gás da atmosfera do medidor. Estas  $\Delta N^-$  colisões produzem  $\Delta N^+$  íons positivos.

Esta equação pode ser colocada na forma  $n \sigma = \frac{\Delta N^-}{N^- \Delta l}$  (8). O produto  $n \sigma$  indica o número de

íons formados por um elétron por unidade de comprimento de sua trajetória através do gás de densidade molecular  $n$ , e é conhecido como ionização diferencial  $S$ , ou probabilidade de ionização. Para um gás a 0°C e pressão de 1 torr, a densidade molecular é  $n_0 = 3,54 \cdot 10^{22}$  moléculas/m<sup>3</sup>, e define a ionização diferencial  $S_0$ . A Fig. 7.22 mostra o comportamento desta grandeza em função da energia dos elétrons para diversos gases.

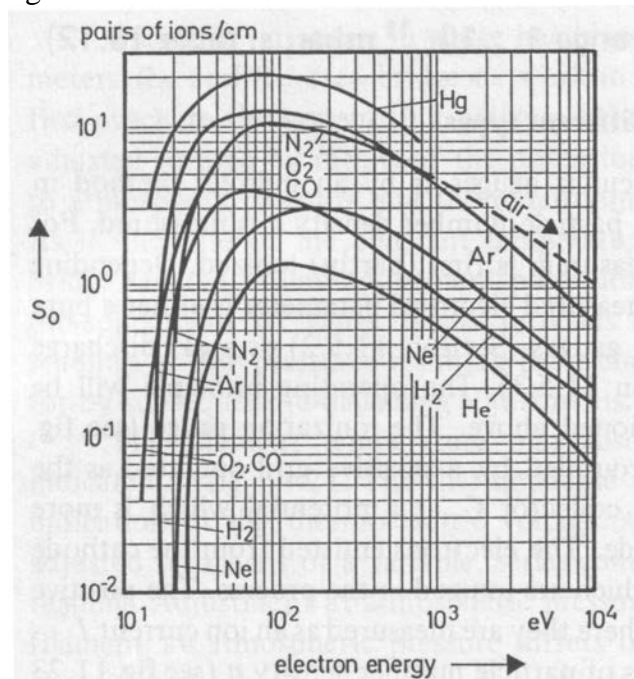


Fig. 7.22: Ionização diferencial  $S_0$  de elétrons em função da energia para diversos gases ( $p = 1$  torr,  $T = 0^\circ C$ ). (Fig. 11.24 Wutz pg. 426)

Se a equação 7 é dividida pelo tempo, temos as correntes envolvidas:  $I^+ = I^- n \sigma \Delta l = I^- S \Delta l$

(9), onde se colocou  $S = S_0 \frac{n}{n_0}$  (10). Utilizando a equação de estado para substituir  $n$  por  $p$ ,

obtemos  $I^+ = I^- \frac{\sigma \Delta l}{k T} p = I^- \frac{S_0}{p_0} \frac{T_0}{T} \Delta l p = I^- \varepsilon p$  (11), onde  $\varepsilon$ , chamada constante do medidor,

no caso simples que estamos discutindo é dada por  $\varepsilon = \frac{S_0}{p_0} \frac{T_0}{T} \Delta l$  (12), depende da geometria do

medidor, do tipo de gás, da energia dos elétrons e da taxa de geração de elétrons secundários tanto no anodo quanto no coletor. Por isso, esta constante deve ser determinada experimentalmente. A equação 11 também pode ser escrita em termos do parâmetro denominado sensibilidade do medidor, definido por  $I_+ = K p$  (13), ou seja,  $K = I^- \varepsilon$ . Este parâmetro, tal como  $\varepsilon$ , deve ser determinado experimentalmente.

Medidas de sensibilidade de medidores por ionização a partir de baixas pressões mostram que a sensibilidade aumenta com a pressão, passando por um máximo e decrescendo a partir daí. O aumento da sensibilidade com o aumento de pressão está ligado ao fato de que, com o aumento de pressão ocorre a diminuição do livre caminho médio dos íons, que fica pequeno comparado com o comprimento das trajetórias dos elétrons, o que provoca o aumento do número de ionizações por elétron. A diminuição da sensibilidade para pressões acima da pressão do máximo é explicada pela maior ocorrência de recombinações íons-elétrons nesta região de pressão. A operação dos medidores por ionização em pressões acima de  $10^{-3}$  torr leva a um grande encurtamento da vida do catodo, o que coloca este valor de pressão como limite superior de operação destes medidores. O limite inferior de operação está ligado à produção de raios X moles por choque dos elétrons com o anodo. Estes raios X provocam a foto-emissão de elétrons do coletor, o que é equivalente a uma corrente de íons positivos, que é independente da corrente iônica, e colocam um valor inferior para a medida de pressão, que se situa ao redor de  $10^{-8}$  torr. Veremos abaixo como este limite inferior é ultrapassado.

Uma característica interessante dos medidores por ionização é o efeito de aprisionamento de gases, já referido no Cap. 6 quando discutimos as bombas iônicas. Este efeito leva a leituras inferiores que o valor da pressão do gás. Isto pode ser estimado supondo que todo íon é aprisionado (ou seja, bombeado). A eq. 11 pode ser re-escrita em termos do número de íons aprisionados por unidade de tempo:  $\dot{N} = \dot{N}^+ = \frac{I^-}{e} \varepsilon p = \frac{K}{e} p$  (14). Utilizando a equação de estado na forma

$$V = N \frac{k T}{p} \quad \text{obtemos} \quad \dot{V} = \dot{N} \frac{k T}{p}, \quad \text{que dá a velocidade de bombeamento} \quad S = \dot{V} = \frac{k T}{e} K$$

(15), que resulta  $S = 0,25 K$ , com  $S$  expressa em l/s e  $K$  expressa em A.mbar<sup>-1</sup>. Esta expressão mostra que quanto maior a sensibilidade do medidor, maior é o efeito de bombeamento. Como já discutido no capítulo anterior, este efeito é explorado para a construção de bombas de ionização, que basicamente são constituídas por um grande número de células medidoras de vácuo (de catodo frio, ver abaixo) trabalhando em paralelo.

Os medidores de vácuo por ionização podem ser classificados de acordo com o método de ionização. Temos os medidores de catodo quente, em que os elétrons são gerados por um filamento aquecido, e os de catodo frio, em que elétrons e íons são gerados em uma descarga elétrica (plasma) sem o uso de filamentos aquecidos. Estes últimos medidores são chamados de medidores Penning.

## Medidor por ionização tipo triodo

O esquema que baseou nossa discussão sobre as propriedades dos medidores por ionização, apresentados nas Figs. 7.20 e 7.21 é o de medidor tipo triodo, pois é baseado no esquema das válvulas triodos usadas em circuitos eletrônicos. Vários medidores com este projeto foram comercializados, e a Fig. 7.23 mostra o esquema de um deles, indicando inclusive as unidades de polarização das diversas correntes de interesse para a medida da pressão.

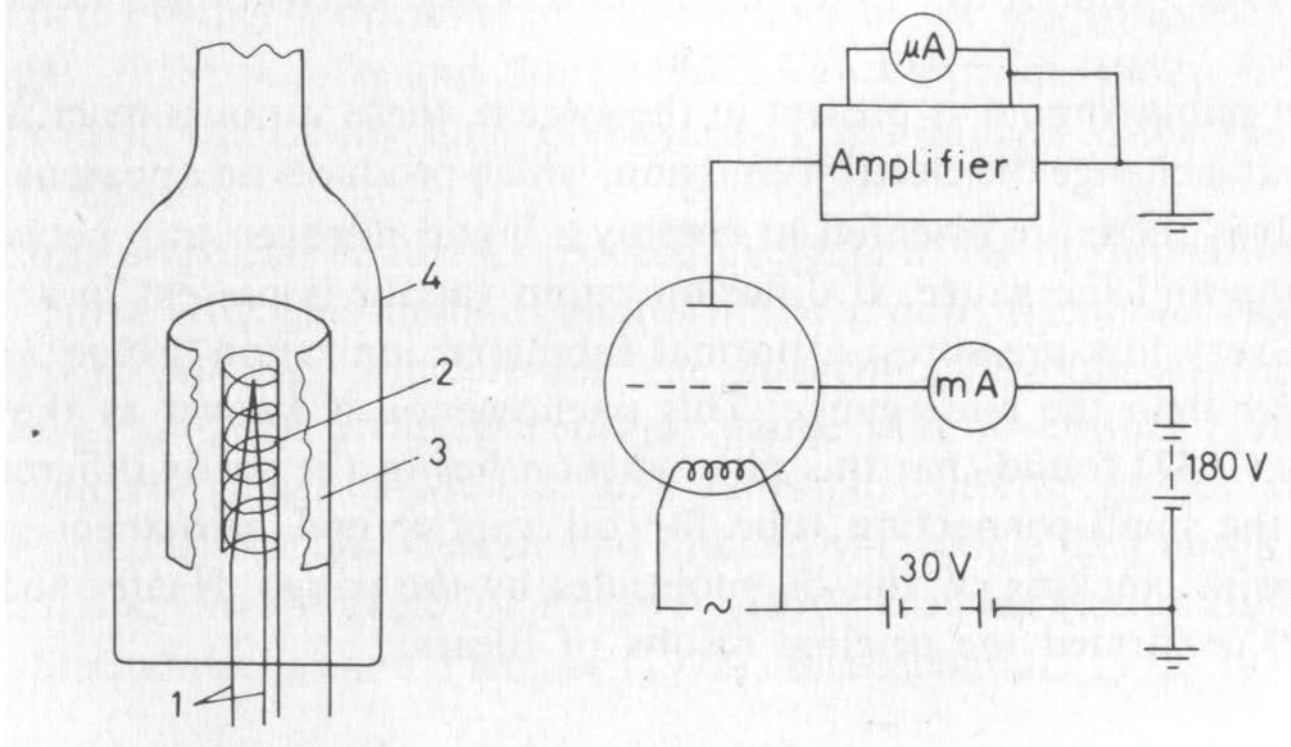


Fig. 7.23 - Esquema de circuito e de montagem de um medidor comercial por ionização. (Fig. 6.29 Roth pg. 313)

Este medidor pode atuar no intervalo de  $10^{-2}$  a  $10^{-8}$  torr, tendo um filamento de tungstênio como catodo, a grade como uma hélice de fio de níquel e o coletor como um cilindro, também de níquel, concêntrico com os outros elementos. As voltagens utilizadas devem ser altamente estabilizadas para evitar variações espúrias na medida de pressão, principalmente a corrente do catodo emissor de elétrons. Este tipo de medidor registra a presença de todos os gases presentes na atmosfera da câmara de vácuo, e, portanto, indica a pressão total, mas é preciso lembrar que a resposta do medidor depende da natureza do gás, o que leva à necessidade de calibrá-lo com um gás de referência, que em geral é o nitrogênio. A operação inicial do medidor resulta no aquecimento dos eletrodos e na emissão de grandes quantidades de gases adsorvidos em suas superfícies. A menos que o sensor seja aquecido de modo a provocar a sua degaseificação, a leitura do sensor indicará valores sempre superiores à pressão real na câmara. Por causa disso, muitos fabricantes colocam dispositivos de aquecimento prévio destes elementos antes de uma medida. Por outro lado, o efeito de bombeamento discutido acima pode levar a medidas com valores menores que os da câmara.

## Medidores por ionização para altas pressões

Como colocado acima, o limite superior para medida de pressões usando um medidor por ionização é da ordem de  $10^{-3}$  torr, principalmente por causa do baixo tempo de vida do catodo. Em algumas situações, todavia, pode ser conveniente ter um medidor deste tipo medindo pressões acima deste valor, mesmo tendo disponíveis outro tipo de medidores para pressões mais altas. O intervalo de medida destes medidores pode ser estendido até 1 torr ou acima usando-se catodos de materiais que suportam altas temperaturas sem oxidação, como irídio toriado, e também pequenas separações entre os eletrodos. A Fig. 7.24 mostra um esquema de um medidor deste tipo (medidor Schulz-Phelps).

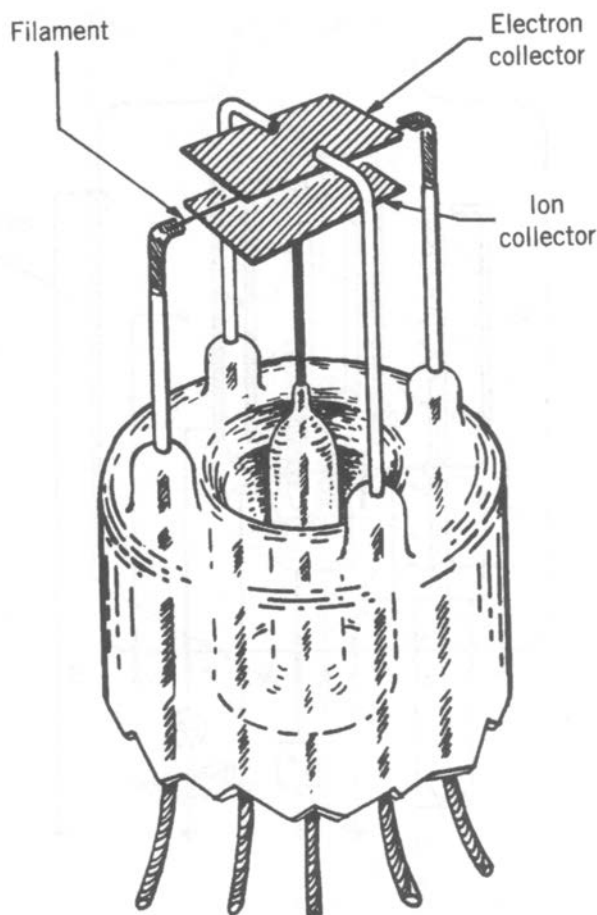


Fig. 7.24: Esquema de medidor por ionização para altas pressões. (Fig. 6.39 Lafferty pg. 427)

Nesta montagem o filamento de irídio toriado é colocado no meio de duas placas de molibdênio que servem de eletrodos, e separadas de 2 a 3 mm. Um dos eletrodos atua como grade, enquanto o outro atua como coletor de íons. Medidores deste tipo podem medir pressões no intervalo entre 1 torr e  $10^{-5}$  torr.

### Medidor por ionização tipo Bayard-Alpert

Já por volta de 1930 era de conhecimento geral que os medidores por ionização tinham como limite inferior de indicação de pressão o valor de aproximadamente  $10^{-8}$  torr. Isto causava espécie, pois havia indícios de diversos experimentos atingindo pressões inferiores a este limite, embora o medidor indicasse sempre este valor como mínimo. Primeiramente em 1938, em um trabalho que não

despertou atenção, e depois em 1947, outro trabalho indicou que a causa deste limite seria a emissão de raios X moles por impacto de elétrons no anodo, raios X que, ao incidirem no cilindro coletor, provocavam a emissão de foto-elétrons, o que era equivalente a uma corrente positiva, confundindo-se, portanto, com a corrente iônica. Essa corrente provocada pelos foto-elétrons tinha um valor fixo, de modo que o medidor de corrente media a soma das correntes iônica e de foto-elétrons, ou seja, a corrente no medidor era dada por  $I = I^+ + I_r = I^- \epsilon p + I_r$  (16). Quando a pressão atingia valores baixos, a corrente medida ficava sendo apenas  $I_r$ . Para contornar este problema, Bayard e Alpert sugeriram um novo esquema de medidor, literalmente invertendo papéis no novo projeto. A Fig. 7.25 mostra a proposta de Bayard e Alpert.

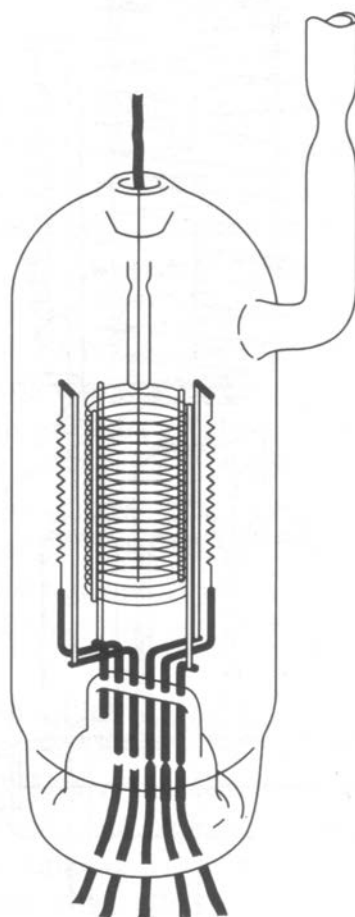


Fig. 7.25: Esquema do medidor de Bayard-Alpert. (Fig. 6.31 Lafferty pg. 417)

Neste medidor, a grade continua sendo uma hélice cilíndrica, mas as posições do catodo e do coletor são invertidas, de modo que o catodo emissor é colocado exteriormente à grade, e o coletor, reduzido a um fio, é colocado no centro do conjunto. Isto faz com que a área do coletor a ser atingida pelos raios X seja muito menor que no caso anterior, o que faz com que a corrente  $I_r$  seja muito reduzida. De fato, com este arranjo, o limite inferior do medidor de ionização passou a ser da ordem de  $10^{-10} - 10^{-11}$  torr, permitindo, pela primeira vez, medidas precisas e confiáveis de pressão no intervalo de ultra-alto-vácuo. Notar que o medidor da Fig. 7.25 tem dois filamentos emissores. Isto é uma medida de precaução no caso de queima do filamento enquanto o medidor está instalado em um sistema, permitindo o uso continuado do medidor sem necessidade de abrir a câmara de vácuo para trocar de medidor. O projeto do medidor de Bayard e Alpert é bastante simples, razoavelmente robusto e relativamente barato, tornando-o extremamente popular. Além de ser fabricado em um envelope, como mostrado na Fig. 7.25, este medidor também é fabricado para ser

colocado nú diretamente dentro da câmara de vácuo. O esquema de um destes medidores é mostrado na Fig. 7.26.

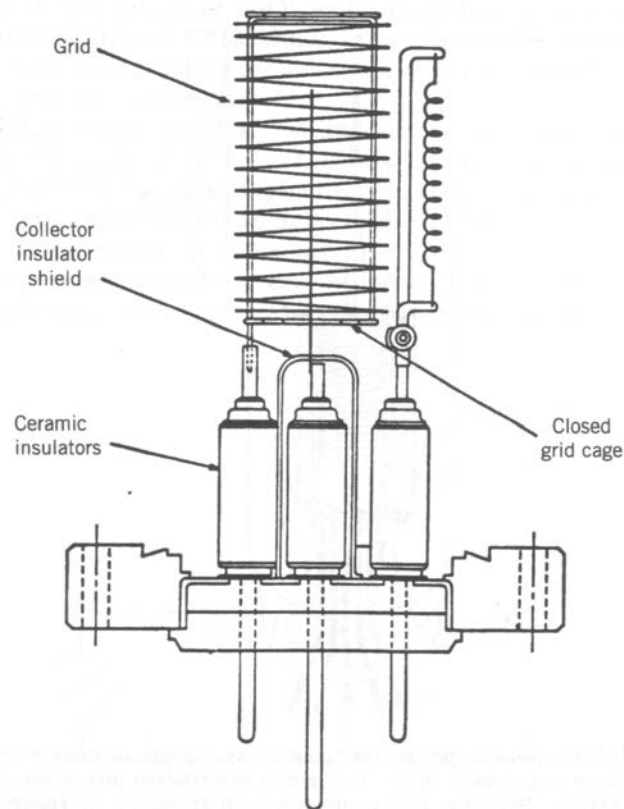


Fig. 7.26: esquema de medidor Bayard-Alpert nú. (Fig. 6.32 Lafferty pg. 418).

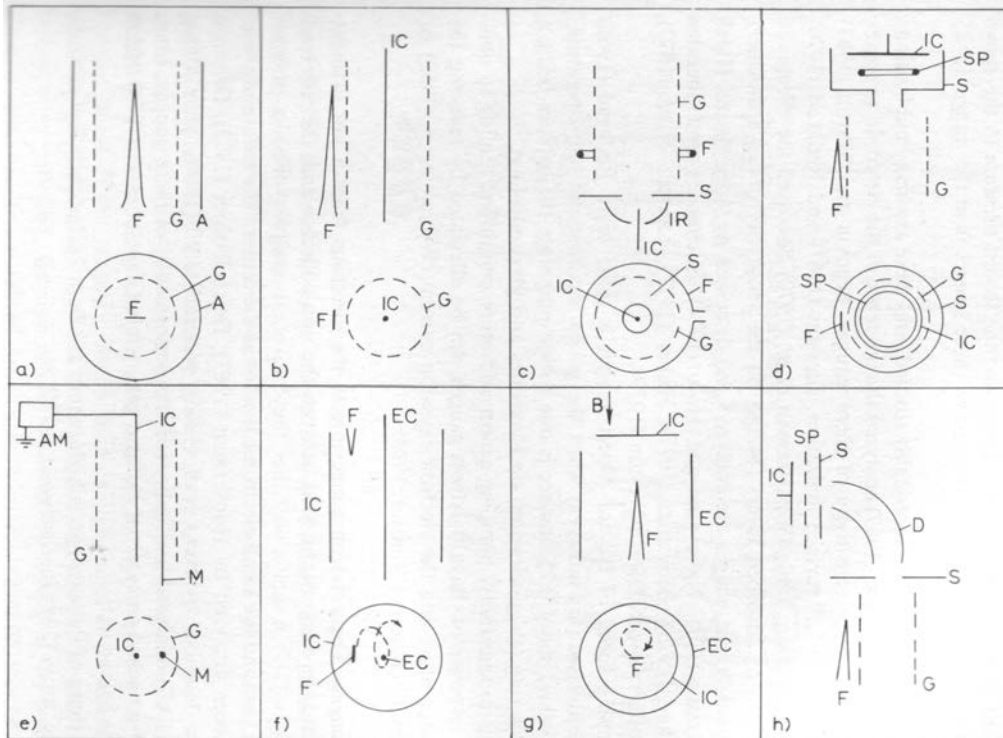


Fig. 7.27: Diferentes medidores de catodo quente. a – medidor convencional; b – medidor de Bayard-Alpert; c – medidor extrator; d – medidor supressor; e – medidor Bayard-Alpert modulado; f

– medidor tipo Orbitron; g – medidor tipo magnetron; h – medidor tipo defletor. F – filamento, G – grade, A – anodo, IC – coletor de íons, S – blindagem, IR – refletor de íons, SP – supressor de íons, AM – amplificador, M – modulador; EC – coletor de elétrons, B – campo magnético, D – defletor.

Para estender o limite inferior dos medidores de catodo quente para pressões mais baixas ainda, há necessidade de aumentar a relação entre a corrente iônica e a foto-corrente provocada pelos raios X. Esta relação é aumentada por vários meios, resultando em uma multitude de projetos de medidores, como esquematizado pela Fig. 7.27. Estes métodos serão brevemente discutidos a seguir.

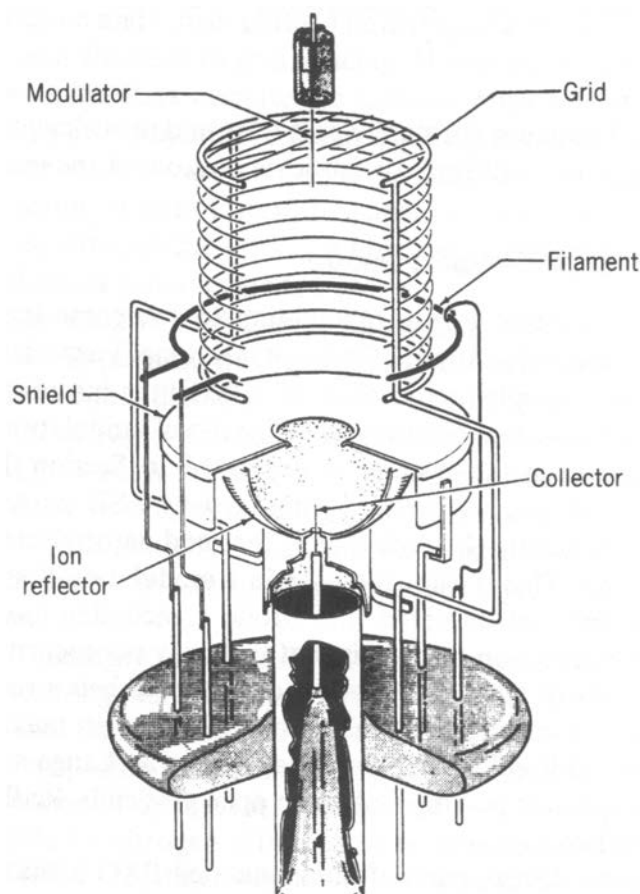


Fig. 7.28: medidor por ionização tipo extrator. (Fig. 6.35 Lafferty pg. 422)

O primeiro método corresponde a reduzir o ângulo sólido subentendido pelo coletor de íons a partir da fonte de raios X mudando a posição do coletor de íons ou reduzindo a sua área. O primeiro passo para isso foi feito no medidor Bayard-Alpert, como descrito acima e como esquematizado na Fig. 7.27b, que reduziu o limite inferior de medida para a década de  $10^{-10}$  torr. Outras reduções no diâmetro do coletor abaixaram este limite para entre  $5 \cdot 10^{-11}$  –  $1 \cdot 10^{-12}$  torr. O ângulo sólido pode ser ainda mais reduzido retirando-se o coletor de íons do interior da grade. Este método resultou nos medidores denominados de coletores externos, como por exemplo o medidor tipo extrator (Fig. 7.27c), o medidor com coletor escondido (screened) e o medidor com coletor "enterrado" (buried). A Fig. 7.28 mostra um esquema tri-dimensional de um medidor tipo extrator.

A Fig. 7.29 mostra um medidor do tipo coletor "enterrado" projetado por Watanabe, que utiliza uma grade esférica de 26 mm de diâmetro e com coletor de 0,03 mm de diâmetro e 0,05 mm de altura, que possui um limite inferior de  $2 \cdot 10^{-14}$  torr.



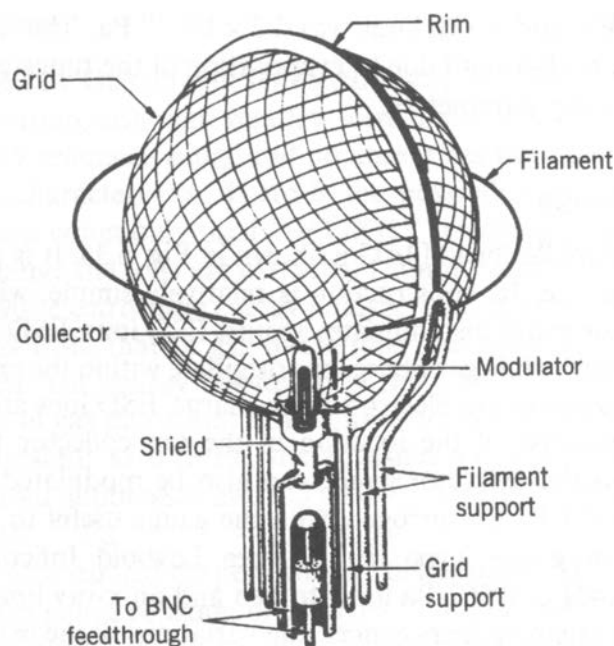


Fig. 7.29: medidor por ionização com coletor enterrado (Watanabe); (Fig. 6.34 Lafferty pg. 421)

O segundo método é o de suprimir os foto-elétrons emitidos pelo coletor de íons utilizando campos elétricos retardadores apropriados, o que é feito colocando-se um eletrodo supressor negativamente polarizado próximo ao coletor de íons para forçar o retorno dos foto-elétrons ejetados pelo coletor de íons (Fig. 7.27d). Este tipo de medidor pode ler pressões até  $10^{-13}$  torr.

O terceiro método utiliza a modulação da corrente iônica para melhorar a relação sinal-ruído do medidor Bayard-Alpert, e isso é conseguido adicionando-se um eletrodo extra, que é um fino fio paralelo ao coletor de íons, dentro do espaço da grade, e aplicando a ele um potencial, relativo ao catodo que é alternado entre a voltagem da grade e a do coletor de íons (Fig. 7.27e). Este procedimento faz o limite inferior do medidor alcançar  $1.10^{-11}$  torr. Combinando-se a técnica de modulação com o método de supressão, o limite inferior pode atingir o intervalo de  $10^{-14}$  torr, ou seja, o intervalo de extremo-alto-vácuo.

O quarto método corresponde a aumentar a sensibilidade do medidor através do aumento da probabilidade de ionização obtida pelo aumento da trajetória dos elétrons. Isto foi feito utilizando-se o princípio do Orbitron (Fig. 7.27f), ou do magnetron (Fig. 7.27g) ou o do quadrupolo. O medidor tipo Orbitron alcança limite inferior de  $9.10^{-12}$  torr, o magnetron alcança  $4.10^{-14}$  torr e o medidor tipo quadrupolo atinge  $1.10^{-10}$  torr. A Fig. 7.30 mostra um esquema tri-dimensional de um medidor tipo magnetron construído por Lafferty.

O quinto método utiliza a colimação do feixe de elétrons ou a deflexão do feixe iônico para abaixar o limite imposto pela fotoemissão. A deflexão do feixe iônico é feita por campos eletrostáticos (Fig. 7.27h) que conduzem-no a um coletor remoto. Este é o medidor Helmer-Hayward, de importância hoje pelo seu uso no campo de extremo-alto-vácuo, e abaixa o limite inferior para até  $2.10^{-14}$  torr. A Fig. 7.31 dá um esquema mais detalhado deste tipo de medidor.

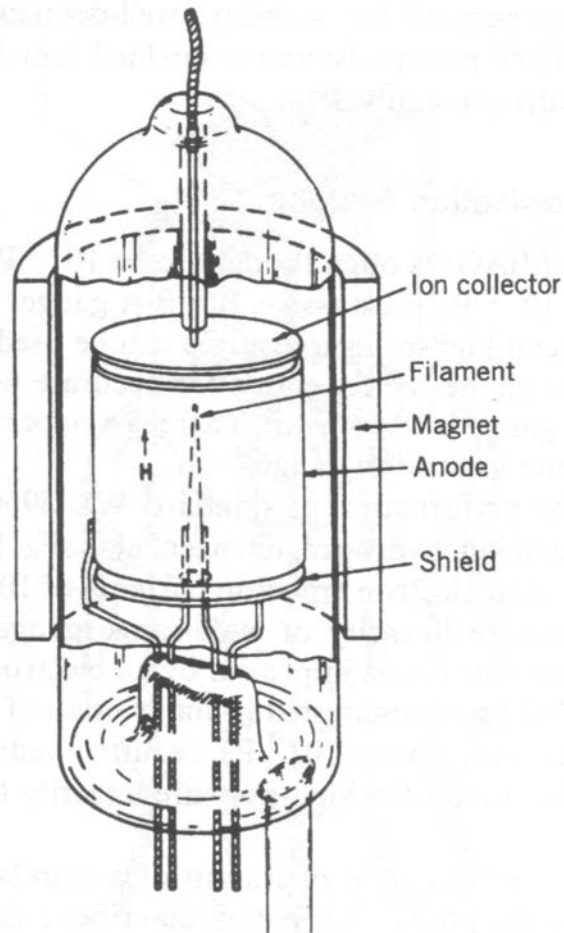


Fig. 7.30: medidor por ionização tipo magnetron de Lafferty (Fig. 6.38 Lafferty pg. 425)

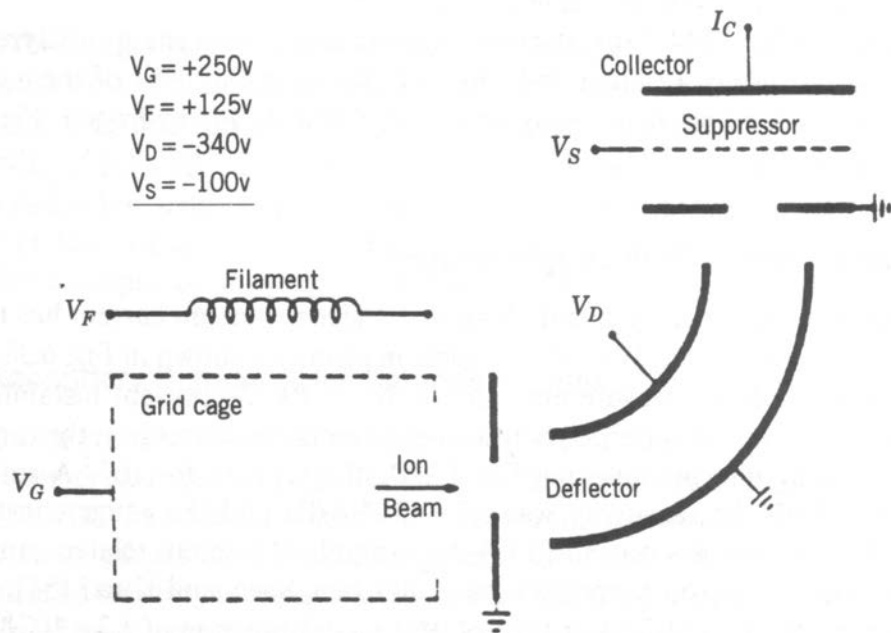


Fig. 7.31: esquema do medidor por ionização por deflexão de feixe iônico de Helmer (Fig. 6.36 Lafferty pg. 423)

## Medidores por ionização tipo catodo frio

Como colocado acima, além do medidor por ionização de catodo quente, em que a ionização é feita por elétrons emitidos por um filamento aquecido, existe outro tipo de medidor por ionização em que os elétrons são gerados em uma descarga elétrica auto-sustentada, independentemente da existência de um filamento aquecido. Existem algumas diferenças significativas entre os dois tipos de medidores. No caso dos medidores de catodo quente, é possível o controle da corrente de emissão através do controle da temperatura do filamento, enquanto que no caso dos medidores de catodo frio isto não é possível, pois a densidade eletrônica permanece constante. Nos medidores de catodo quente, como a corrente emissora é mantida constante, o fluxo de raios X, e portanto, a corrente foto-induzida, também é constante, determinando o limite inferior de medida. No caso dos medidores de catodo frio, embora haja sempre uma carga espacial significativa, a corrente do anodo, e portanto a produção de raios X, diminui com a pressão, não havendo, por isso, uma foto-corrente de fundo para mascarar a corrente iônica. A potência total em um medidor de catodo quente pode exceder 30 W, independentemente da pressão, e o calor resultante é causa de constante degaseificação dentro do medidor. No caso dos medidores de catodo frio, a potência é da ordem de 0,1 W em pressões altas, e diminui com a diminuição da pressão, evitando o problema de degaseificação. Além disso, a vida do medidor de catodo quente é determinada pelo filamento, que é muito sensível a ataque químico, oxidação e bombardeamento iônico, enquanto isto inexiste no medidor tipo catodo frio.

O medidor por ionização tipo catodo frio foi inventado por Penning em 1937. A Fig. 7.32 ilustra esquematicamente o arranjo dos eletrodos e do campo magnético de um medidor deste tipo.

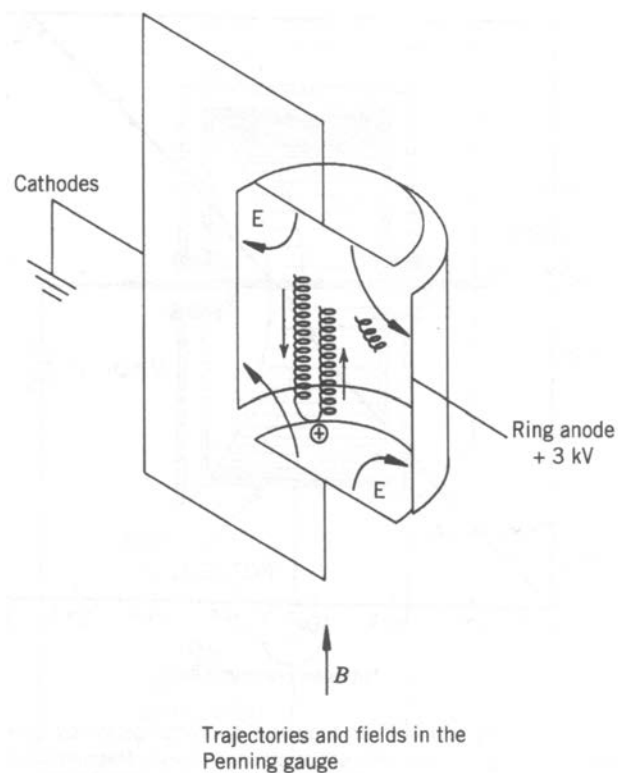


Fig. 7.32: esquema de medidor tipo Penning. (Fig. 6.41 Lafferty pg. 429)

De 1937 a 1960 este tipo de medidor foi o único disponível comercialmente, e foram usados

primariamente em aplicações com mínimas pressões até  $10^{-6}$  torr e para os quais o custo era mais importante que a precisão, pois estes medidores, embora muito robustos, dão apenas uma indicação grosseira do valor da pressão. (Para este tipo de sistema de vácuo, uma combinação muito conveniente é a de um medidor Pirani de condutividade térmica, para indicação de pressões desde a atmosférica até aproximadamente  $10^{-3}$  torr, e um medidor Penning para indicação de  $10^{-3}$  até  $10^{-6}$  torr, que é o limite inferior de muitos sistemas de vácuo compostos de bomba mecânica de palhetas rotativas e de bombas difusoras.)

Um dos problemas destes medidores é a existência de descontinuidades na curva de corrente de descarga (que é o parâmetro que faz a leitura) versus pressão, como mostrado na Fig. 7.33 para um medidor típico.

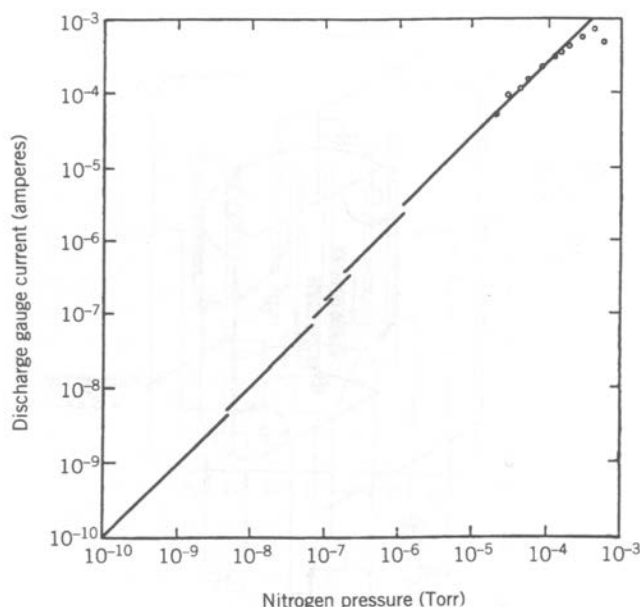


Fig. 7.33: curva de calibração de medidor Penning mostrando descontinuidades (Fig. 6.43 Lafferty pg. 430)

Outro problema é a súbita extinção da descarga para pressões baixas, ao redor de  $10^{-5}$  –  $10^{-6}$  torr, com o medidor parando de indicar a pressão. Este problema é resolvido com um circuito extra de partida, através da injeção de elétrons gerados em um filamento aquecido por curtos tempos.

Uma das abordagens para resolver estes problemas é o do magnetron invertido, desenvolvido por Redhead, cujo esquema é mostrado na Fig. 7.34.

Este tipo de medidor tem simetria cilíndrica com um fio central servindo de anodo e um cilindro oco externo servindo de catodo coletor de íons, e com o campo magnético alinhado na direção axial, como mostrado na Fig. 7.34, medindo de  $10^{-3}$  torr até a região de ultra-alto-vácuo, alcançando pressões da ordem de  $10^{-12}$  torr. Este medidor não apresenta os problemas associados aos medidores Penning originais. A Fig. 7.35 mostra o esquema de um medidor comercial deste tipo, e a Fig. 7.36 mostra a curva de calibração deste tipo de medidor, indicando o seu comportamento suave e contínuo.

Outro medidor de catodo frio desenvolvido é similar ao medidor magnetron invertido, mas tendo as posições do anodo e do catodo invertidas, como mostrado pela Fig. 7.37, que, obviamente, é chamado de medidor tipo magnetron, e foi desenvolvido por Redhead em 1959.

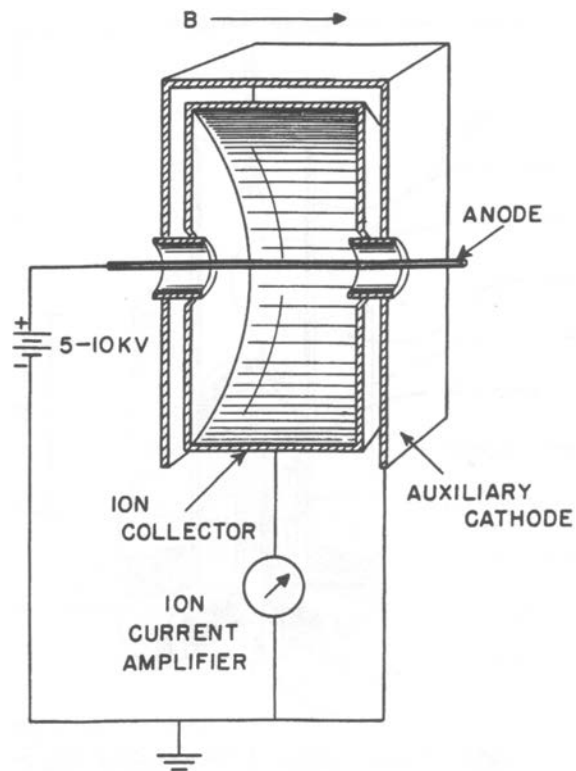


Fig. 7.34: medidor por ionização tipo magnetron invertido (Fig. 6.44 Lafferty pg. 431)

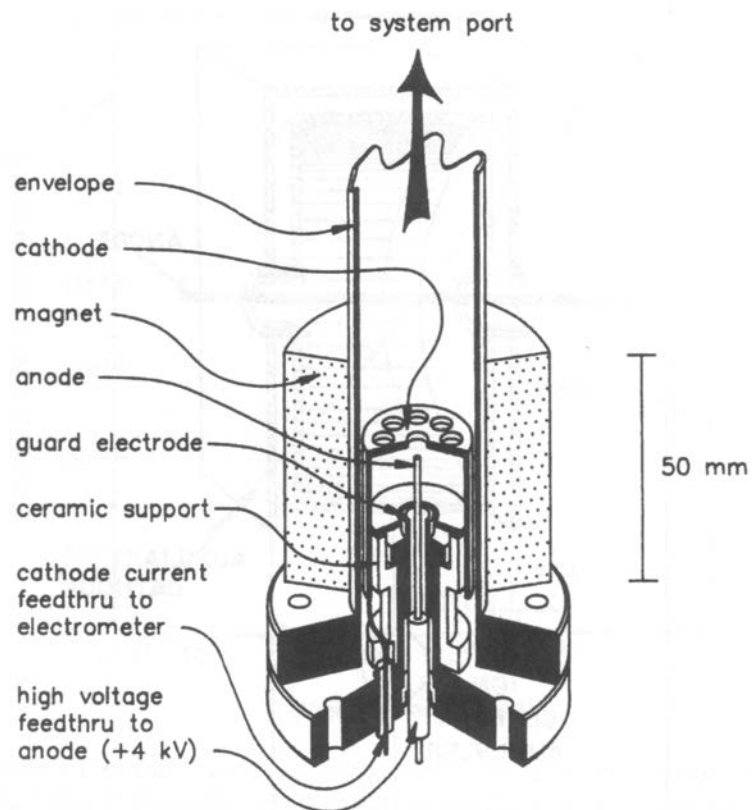


Fig. 7.35: medidor comercial tipo magnetron invertido (Fig. 6.45 Lafferty pg. 432)

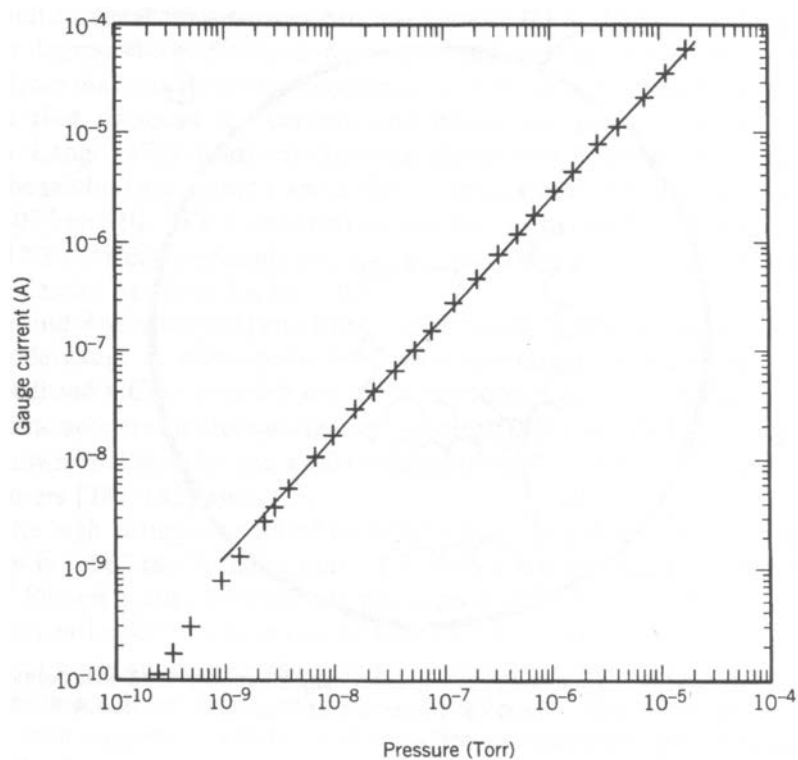


Fig. 7.36: curva de calibração de medidor comercial tipo magnetron invertido (Fig. 6.47 Lafferty pg. 433)

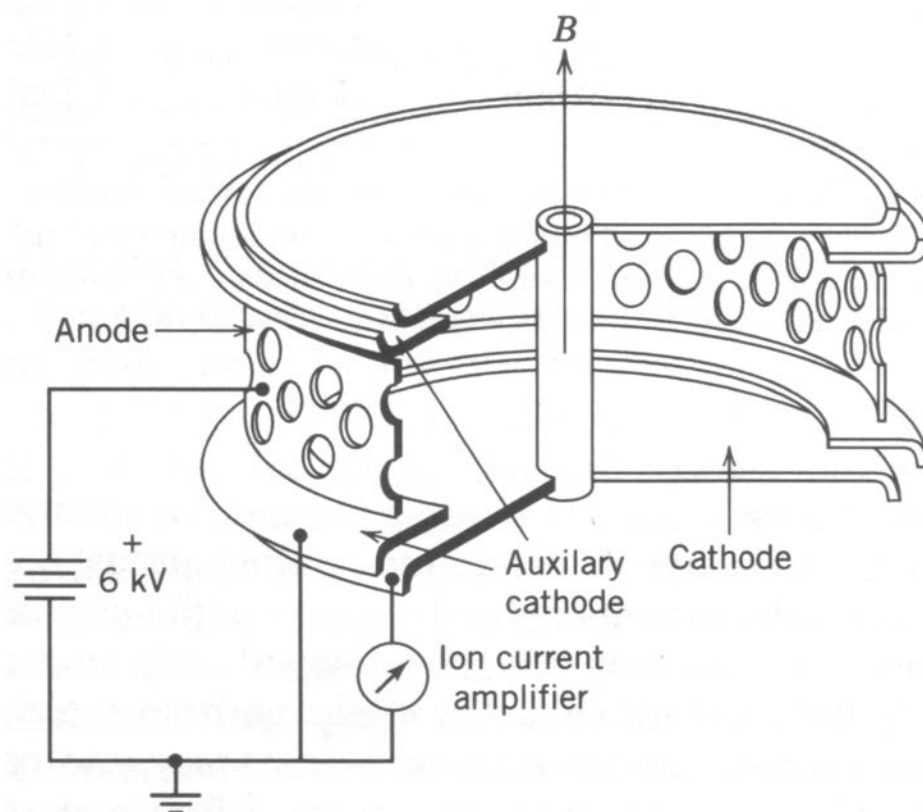


Fig. 7.37: esquema de medidor de catodo frio tipo magnetron (Fig. 6.48 Lafferty pg. 433)

Consiste de um anodo em forma cilíndrica, que é perfurado para melhorar o fluxo de gás, e de um

catodo em forma de carretel (Fig. 7.37). Neste tipo de medidor a ação de campos elétrico e magnético cruzados faz com que os elétrons permaneçam um grande tempo no espaço entre os eletrodos, levando a uma probabilidade maior de colisão e formação de íons. Aos elétrons da descarga somam-se também elétrons secundários oriundos das colisões entre os íons e o catodo. Este tipo de medidor é operado no intervalo entre  $10^{-7}$  e  $10^{-13}$  torr, sendo que acima de  $10^{-10}$  torr apresenta linearidade entre a corrente iônica e a pressão. Além disso, acima desta pressão sua sensibilidade é aproximadamente 10 vezes maior que a sensibilidade do medidor tipo magnetron invertido.

## **Capítulo VIII**

### **Componentes de Sistemas de Vácuo**

Um sistema de vácuo pode ser formado por muitas partes, tais como a câmara de vácuo, selos, interconexões, passadores e elementos isoladores, ou seja, compreende todos os elementos do sistema, a menos das bombas de vácuo e dos medidores de vácuo. A estanqueidade e a evolução de gás dos componentes determinam a quantidade de gás a ser evacuada, e portanto, qual a especificação das bombas a serem usadas. A pressão mais baixa a ser atingida em um sistema é obtida quando a condição de equilíbrio entre a evolução de gás e a sua retirada é alcançada. Ou seja, a estanqueidade e a evolução de gás dos componentes do sistema é fundamental para a determinação da performance do sistema como um todo.

Temos duas maneiras pelas quais os componentes de um sistema de vácuo podem ser integrados a eles. A primeira delas é através de conexões permanentes, ou não desmontáveis, que são feitas pelos diversos tipos de soldagem de materiais, que resultam em componentes fixos, mais confiáveis e muito duráveis. Este tipo de conexão é usado para a construção de equipamentos que devem ser usados por longos períodos de tempo, sendo relativamente baratos. Por outro lado, há sempre necessidade de se colocar objetos dentro das câmaras de vácuo, fazer limpeza da câmara ou de medidores, ou trocar medidores, ou reparar partes dentro da câmara. Por isso, sempre se tem conexões desmontáveis que permitam estas atividades. Vamos descrever os dois tipos de conexões.

#### **Conexões não desmontáveis**

Os métodos para fazer as conexões não desmontáveis são fundamentalmente determinados pelas características dos materiais de construção. Os metais podem ser soldados por diversos métodos, as junções fundidas são restritas às juntas de vidro, enquanto colagem são usadas apenas em casos extremos que não requeiram esforço mecânico ou em que não existam tensões térmicas nem problemas de degaseificação e onde não se tem disponível nenhuma outra técnica de selagem.

#### **Juntas soldadas (por fusão das partes)**

A solda de metais por técnicas convencionais só é possível se as partes consistem essencialmente do mesmo material, ou de materiais bastante similares entre si. As soldas mais comuns e melhor conhecidas são as soldas de aços. As juntas soldadas devem ser livres de poros ou trincas, que são fonte certa de vazamentos. Os aços baixo carbono e os aços inoxidáveis austeníticos de cromo-níquel são particularmente fáceis de serem soldados. Para a tecnologia de vácuo a tecnologia de solda a arco com proteção de argônio é a preferida. Este processo é denominado TIG (do inglês "tungsten inert gas"), pois utiliza uma ponteira de fio ou arame de tungstênio envolvida por uma cápsula de cerâmica pela qual flue um fluxo de argônio, que faz a proteção da zona fundida contra a oxidação. A solda funciona abrindo-se um arco de corrente elétrica entre o fio de tungstênio, que é um eletrodo, e as chapas ou peças de aço a serem soldadas, que é o outro eletrodo, sendo a zona fundida, em geral em forma de um cordão, protegida pelo fluxo de argônio. Este tipo de solda pode produzir soldas livres de escória e oxidações, e pode ser aplicado a chapas finas. As partes a serem soldadas devem ser muito bem limpas e desengraxadas para se obter uma soldagem muito boa. Uma



recomendação é que as partes soldadas devem ser arrumadas de modo tal que o cordão de solda fique dentro do sistema de vácuo, pois o outro lado do cordão pode conter poros ou pequenas falhas de soldagem. Alguns exemplos de arranjos para solda são mostrados na Fig. 8.1.

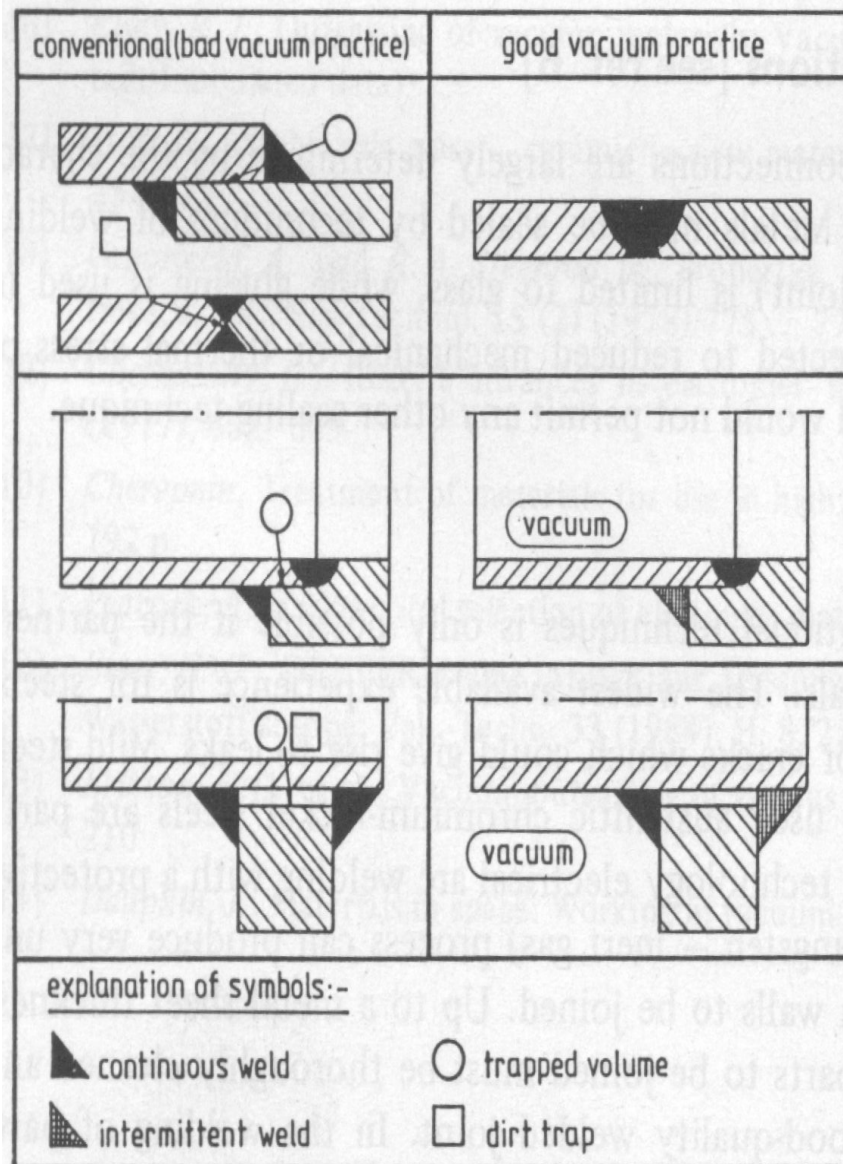


Fig. 8.1: Comparação entre soldas convencionais e arranjos recomendados para vácuo. (Fig. 14.1 Wutz pg. 520)

Além do processo TIG, também as técnicas de microplasma e de feixe eletrônico são muito usadas em tecnologia de vácuo. Ambas estas técnicas de soldagem oferecem melhor profundidade de penetração, em comparação com a largura de solda, que o processo TIG. O processo microplasma permite a junção de folhas finas, enquanto o de feixe eletrônico permite juntar folhas finas com peças maiores, e como neste caso todo o processo se dá sob vácuo, as peças e a solda não ficam sujeitas a oxidação pela atmosfera. O controle preciso da energia do feixe de elétrons e de sua largura, permitindo cordões de solda muito finos, permitem a junção de materiais que são muito atacados na atmosfera e que têm alto ponto de fusão (como os materiais refratários).

A solda por fricção ocasionalmente também é usada para a construção de sistemas de vácuo, particularmente no caso da junção de materiais diferentes, como alumínio e aço inox, fornecendo

junções de alta qualidade para vácuo.

## **Juntas soldadas (por fusão de um terceiro material)**

Temos dois tipos de solda por fusão de um terceiro material (SFTM). A primeira é chamada de solda "mole", na qual se usa como elemento de ligação entre as partes um metal ou uma liga de baixo ponto de fusão, usualmente contendo estanho. A segunda é chamada de solda "dura", e envolve um metal nobre como prata ou ouro, ou ligas destes materiais, que apresentam pontos de fusão mais altos. As soldas moles em geral não são usadas em tecnologia de vácuo, pois, apesar da baixa pressão de vapor do estanho, apresentam baixa resistência mecânica e seu baixo ponto de fusão impede fazer a degaseificação dos sistemas assim soldados em temperaturas mais altas, o que é sempre recomendável fazer. Estas limitações não aparecem para as soldas duras, que, quando feitas seguindo as regras para a tecnologia de vácuo, podem fornecer junções tão boas quanto as obtidas por soldagem por fusão. Em geral as SFTM são feitas em temperaturas acima de 600°C, ou mesmo acima de 900°C, dependendo do material de solda. Preferencialmente, estas soldas devem ser feitas a vácuo ou sob atmosfera protetora, como hidrogênio, por exemplo, que permite a obtenção de junções sem óxidos e com alta resistência mecânica. Este procedimento também evita o uso de fluxos corrosivos, como é necessário se a solda for feita na atmosfera, e que podem dar origem a forte degaseificação devido a componentes voláteis destes fluxos. Tal como no caso das soldas por fusão dos componentes, as SFTM devem satisfazer algumas condições para fornecerem bons resultados:

- as partes a serem soldadas devem ser muito bem limpas;
- deve ser feito um planejamento muito bom da forma da junção, em geral em forma de canal de solda;
- deve-se usar solda (como usualmente é chamado o material a ser fundido) de baixa pressão de vapor;
- a solda deve ter, quando fundida, boas propriedades de fluidez e de molhabilidade das partes a serem juntadas, para preencher adequadamente o canal de solda;
- a solda deve ter um ponto de fusão bem definido, o que favorece a escolha de ligas eutéticas ou metais puros;
- a solda deve ter baixa reatividade química com as partes a serem juntadas.

Existe um grande número de materiais comerciais a serem usados como SFTM, que podem ser classificados em dois grupos: SFTM baseadas em metais nobres, usualmente Ag, e SFTM baseadas em Ni. As SFTM mais comuns estão colocadas na Tabela 8.1, que coloca as ligas ou metais mais convenientes para a tecnologia de vácuo. O título "vacuum solder" da primeira coluna indica a ênfase em SFTM's limpas e livres de gases, ou seja, as que possuem os menores traços de contaminantes de alta pressão de vapor como Cd, Zn e Pb. Se estes contaminantes aparecem na solda em concentrações acima de 1%, elas não devem ser usadas em sistemas de vácuo.

As SFTM baseadas em metais nobres (Ag, Au) são usualmente cerca de 100 vezes mais caras que as baseadas em Ni, o que faz com que estas últimas sejam usadas sempre que se puder trabalhar com elas, ou seja, fazer as soldas em temperaturas mais altas. O alto conteúdo de fósforo em geral não é um problema, pois em geral este elemento está combinado com outro metal formando compostos intermetálicos de baixa pressão de vapor. Uma desvantagem das SFTM baseadas em Ni é que podem conter boro, para aumentar a sua fluidez, o que também faz aumentar a reatividade química destas soldas, podendo levar à fragilização dos cordões de solda por difusão intergranular

do boro e da liga solda, principalmente para o caso de folhas finas. Este efeito leva a se preferir SFTM's de alta temperatura sem boro.

Tabela 8.1: SFTM usualmente recomendadas para uso em tecnologia de vácuo. (Tabela 14.1 Wutz pg. 521)

vacuum solder	operating temperature °C	operating pressure <sup>1)</sup> in mbar	Main applications
CuAgP (60/15/5) ('silphos')	≈ 700	10 <sup>-2</sup> ... 10 <sup>-3</sup>	only for Cu-Cu
Ag/Cu (73/38) (eutectic)	779	10 <sup>-1</sup> ... 10 <sup>-3</sup>	Cu, Fe/Ni
Au/Cu (80/20)	≈ 910	10 <sup>-1</sup> ... 10 <sup>-2</sup>	Cu, Ni, Fe/Co, Fe/Ni, Fe/Cr
Ag	≈ 960	10 <sup>-2</sup> ... 10 <sup>-3</sup>	Fe, Ni
Cu/Au/Ni (63/35/3)	≈ 1030	1 ... 10 <sup>-1</sup>	Ni, Ni/Cu, Fe/Ni
Cu (OFHC)	1084	10 <sup>-2</sup> ... 10 <sup>-3</sup>	Fe, Vacon, Monel
Cu/Ni (70/30)	≈ 1230	< 10 <sup>-3</sup>	W, Mo
Ni/Cr/Si/B/Fe (82/7/4, 5/2, 9/3)	≈ 1025	10 <sup>-2</sup> ... 10 <sup>-4</sup>	Cr/Ni-steel
Ni/Cr/P (77/13/10)	980–1065	5 · 10 <sup>-2</sup>	

<sup>1)</sup> pressure in the chamber, when soldering under vacuum.

As SFTM podem ser utilizadas em forma de fio ou arame, folhas ou pó. Neste último caso, o pó é usado em conjunto com um ligante orgânico, formando uma tinta ou uma pasta, que é aplicada nos lugares formando a junção. Quando aquecidas sob vácuo (técnica também denominada de brazagem a vácuo), os tempos em que as peças são mantidas em alta temperatura devem ser curtos, para evitar qualquer problema de evaporação dos elementos mais voláteis da SFTM, levando a alteração em sua composição, ou a reações químicas com os materiais da junção. Típicamente, tempos de 5 a 10 min são recomendados.

A forma da junção das partes (também chamado filete de solda) requer especial atenção, dependendo do material a ser fundido, do material das partes a serem juntadas e da geometria das partes. A Fig. 8.2 mostra exemplos de geometrias apropriadas e não apropriadas para soldagem em tecnologia de vácuo.

## Selos fundidos (passantes)

Estes selos dizem respeito a junções vidro-vidro e vidro-metal, neste último caso para a formação de passantes, que serão discutidos em maior detalhe mais adiante. A técnica de selos tipo vidro-vidro é importante no caso de pequenos sistemas de alto vácuo ou ultra-alto-vácuo feitos de vidro, e devem ser livres de tensões, que podem ocasionar trincas ou mesmo a fratura das junções. Em geral trata-se da fusão de tubos de vidro para a sua junção, o que pode ser feito manualmente para tubos até 25 mm de diâmetro, ou com o auxílio de máquinas para tubos maiores. Os tubos devem ser do mesmo tipo de vidro para a sua junção. No caso de junção de vidros dissimilares, como vidros silicatos à base de chumbo com vidros tipo Pyrex, por exemplo, em que o primeiro é denominado vidro mole, com alto coeficiente de dilatação térmica e o segundo é denominado vidro

duro, com baixo coeficiente de dilatação térmica, há a necessidade de usar uma sequência de vidros com coeficientes de dilatação térmica variando, por passos, do valor mais alto ao valor mais baixo, de modo que as tensões mecânicas oriundas do aquecimento da junta sejam minimizadas. Este tipo de selo é denominado selo gradual (graded seal).

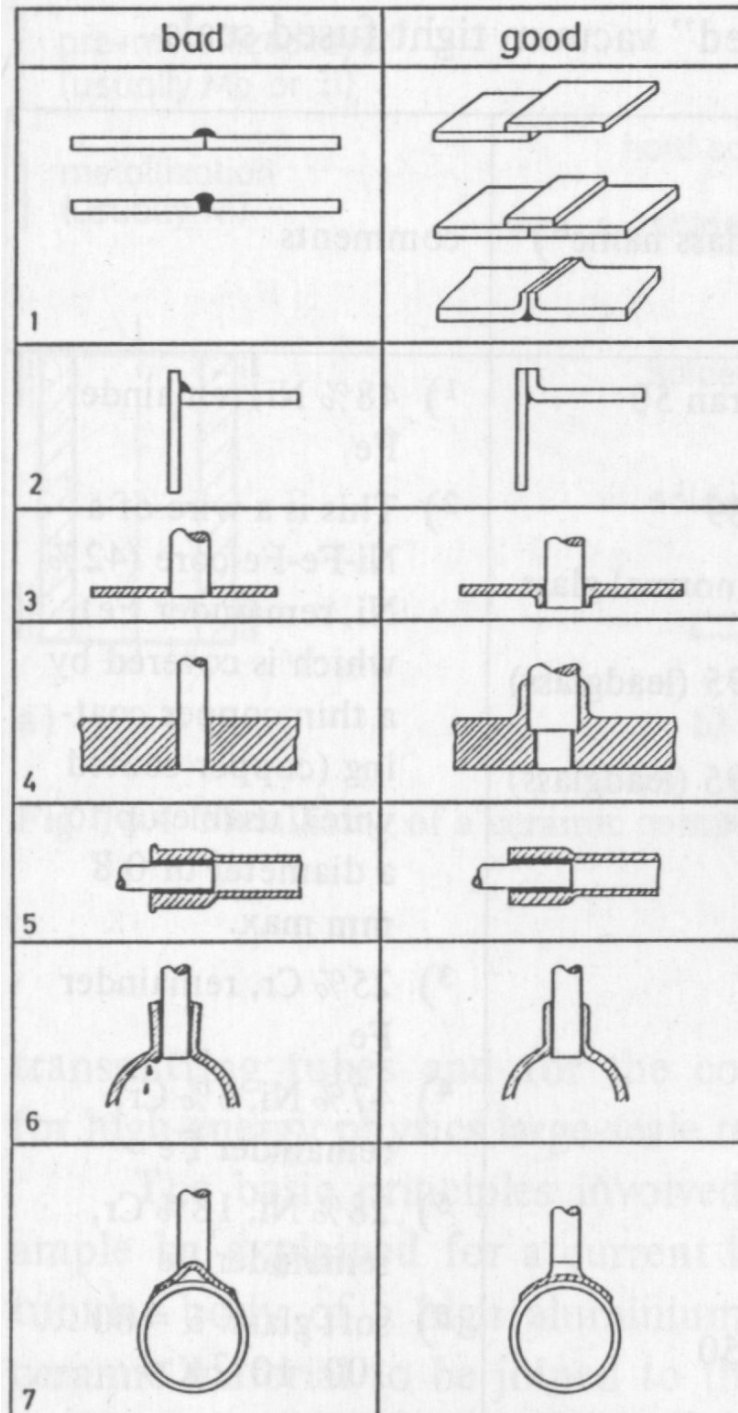


Fig. 8.2: exemplos de geometrias de brazagem para vácuo (Fig. 14.2 Wutz pg. 523)

No caso de junção vidro-metal, os componentes são escolhidos para ter coeficientes de dilatação térmica muito próximos em um grande intervalo de temperaturas, preferencialmente desde a temperatura de amolecimento do vidro, em que este molha o metal, até a temperatura ambiente.

Estes selos são denominados de selos de expansão casada, e a Tabela 8.2 mostra alguns pares de metais e vidros usados para estes selos.

Tabela 8.2: Pares de metais e vidros usualmente utilizados em selos de expansão casada (Tabela 14.2 Wutz pg. 524)

metal (commercial name)	mean thermal expansion coefficient $\bar{\alpha}$ in $10^{-7} \text{ K}^{-1}$	type of glass	glass name <sup>8)</sup>	comments
tungsten	46 (20 ... 600 °C)	hardglass <sup>7)</sup>	Duran 50	1) 48% Ni, remainder Fe
molybdenum	53 (25 ... 700 °C)	hardglass <sup>7)</sup>	1639	2) This is a wire of a Ni-Fe-Fe-core (42% Ni, remainder Fe) which is covered by a thin copper coating (copper coated wire), usable up to a diameter of 0.8 mm max.
platinum	56 ( 0 ... 500 °C)	softglass <sup>6)</sup>	16 normal glass	
Nickel-iron <sup>1)</sup> ("NILO-48")	85 ( 0 ... 400 °C)	softglass <sup>6)</sup>	8095 (leadglass)	
Ni/Fe and Cu <sup>2)</sup>	85 ( 0 ... 400 °C)	softglass <sup>6)</sup>	8095 (leadglass)	
chrome-iron (chrome-iron 25) <sup>3)</sup>	110 (25 ... 500 °C)	softglass <sup>6)</sup>		3) 25% Cr, remainder Fe
nickel-chrome-iron (NILO 475) <sup>4)</sup>	52 ( 0 ... 400 °C)	hardglass <sup>7)</sup>	8250	4) 47% Ni, 5% Cr, remainder Fe
nickel-cobalt-Fe ("VACON 10") <sup>5)</sup>	50 (20 ... 400 °C)	hardglass <sup>7)</sup>	8250	5) 28% Ni, 18% Cr, remainder Fe
				6) soft glass: $\bar{\alpha} = 80 \dots 100 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$
				7) hard glass: $\bar{\alpha} = 30 \dots 50 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$
				8) SCHOTT-glass (Schott + Gen., Mainz)

Para estes selos, algumas ligas especiais foram desenvolvidas, bem como alguns tipos especiais de vidros. Em termos de metais puros, apenas W, Mo e Pt são usados para estes selos.

Existem muitos casos em que selos de materiais não casados são usados para junção vidro-metal, explorando as propriedades elásticas de paredes metálicas finas ou a alta estabilidade dos vidros sob compressão, que formam os chamados selos de compressão de vidro, como ilustrado pela Fig. 8. 3.

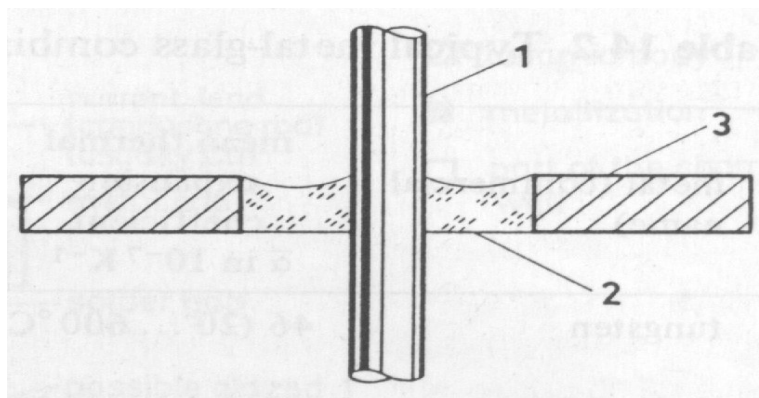


Fig. 8.3: Exemplo de selo de compressão de vidro. (Fig. 14.3 Wutz pg. 523)

## Selos à base de metalização (passantes cerâmicos)

No caso de tecnologia de ultra-alto-vácuo, em que há necessidade de se fazer aquecimento do sistema a altas temperaturas para acelerar o processo de degaseificação, há a necessidade de passantes que mantenham suas propriedades nestas altas temperaturas. Estes passantes também são utilizados em tubos eletrônicos de alta potência e em aceleradores de partículas. O princípio de construção destes selos pode ser ilustrado através de um passante de corrente, como mostrado pela Fig. 8.4.

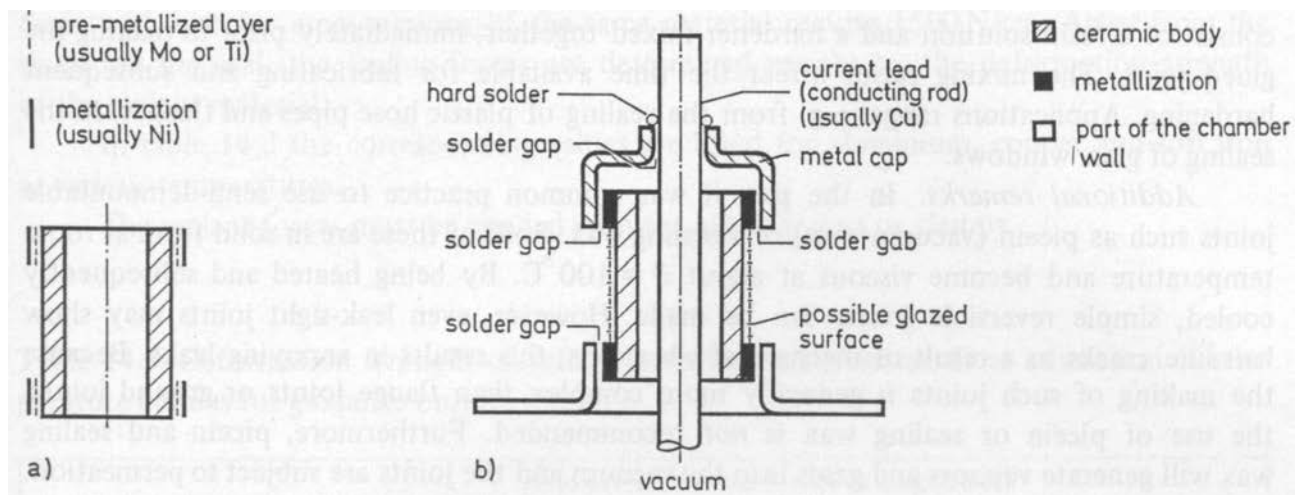


Fig. 8.4: a) metalização de corpo cerâmico; b) passante completo. (Fig. 14.4 Wutz pg. 525)

Primeiramente o corpo cerâmico de alta alumina, com composição entre 92 e 98%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , (Fig. 8.4a) é pré-metalizado depositando uma fina camada de um metal como Mo ou Ti, assegurando que este filme tenha um excelente contacto com a cerâmica. O mesmo processo é usado para safira, para a fabricação de janelas ópticas. Em seguida, uma camada de Ni é depositada em cima deste filme, usando métodos eletrolíticos ou químicos. Em seguida, o conjunto é tratado a  $1000^\circ\text{C}$  em atmosfera de hidrogênio seco, de modo a melhorar o contacto entre o Ni e o filme pré-metalizador. A seguir, a camada metalizada assim obtida pode ser brazada a uma capa metálica contendo o eletrodo para a corrente elétrica, como mostrado na Fig. 8.4. Como no caso dos passantes vidro-metal, também no caso das junções cerâmica metal há necessidade de se levar em conta os coeficientes de dilatação térmica dos materiais envolvidos. Algumas vezes o corpo cerâmico é recoberto com um esmalte apropriado nas partes não metalizadas, para se obter uma superfície mais lisa e uniforme, o que melhora as propriedades mecânicas da cerâmica, e facilita a limpeza da peça.

## Juntas desmontáveis

No caso de juntas desmontáveis metálicas, os diversos elementos a serem juntados possuem flanges em suas extremidades, que podem ser apertados um ao outro por parafusos ou abraçadeiras. Como as formas destes flanges sempre fogem da perfeição geométrica, sempre se tem pequenos espaçamentos entre eles, que se tornam caminhos pelos quais gás pode entrar no sistema. Estes espaçamentos dependem também do estado das superfícies que entram em contacto, de como foram usinadas, e da sua resiliência. A taxa de vazamento resultante pode ser grande o suficiente para impedir o trabalho que se quer do sistema de vácuo. Por isso, as junções metálicas com flanges em geral utilizam um elemento elástico, como uma borracha, para efetuar a sua vedação.

Em geral usa-se anéis de elastômeros tipo borracha como elementos selantes para superfícies metálicas. No caso de vidro pode-se usar tanto borrachas como graxas. Os materiais selantes devem ter especificações detalhadas no que diz respeito a degaseificação, permeação, temperatura máxima de trabalho, e desgaste. Pode-se usar também anéis de metais, principalmente Cu, Al, Au ou Ag. A Tabela 8.3 lista os elastômeros mais importantes para a tecnologia de vácuo.

Tabela 8.3: Principais tipos de elastômeros para a tecnologia de vácuo (Tabela 13.3 Wutz pg. 504)

Type Short (DIN/ISO 1629)	Description	Tradename	Characteristic properties	Application in vacuum technology
1. Rubber NR	natural rubber			flexible connection, thick-walled rubber hose pipe
2. PVC soft**	highly polymerised polyvinyl chloride		chemically fairly inert, low cost	flexible connection, vacuum pipe line for use in rough and fine vacuum region
3. NBR	acrylonitrile-butadiene	Perbunan N	not affected by oil good mechanical properties, low cost	used generally in high vacuum seals; sealing rings; temperature range $-25^{\circ}\text{C}$ to $+80^{\circ}\text{C}$
4. CR*	polychloro-butadiene	Neoprene	same as 3.	same as 3.
5. MVQ	silicone rubber	Silopren	withstands temperatures up to $150^{\circ}\text{C}$ continuously	only still rarely used at high temperatures up to $150^{\circ}\text{C}$
6. FPM*	Vinyl fluoride hexafluorpropylene-copolymerisate (fluor-rubber)	Viton	withstands temperatures up to $150^{\circ}\text{C}$ continuously	extensively used in high vacuum technology as a sealing material between bakeable flanges ( $\vartheta < 200^{\circ}\text{C}$ )
7. PTFE*	polytetrafluoroethylene	Teflon Hostaflon Halon	withstands temperatures up to a maximum of $300^{\circ}\text{C}$ , flows and can split under high loads, (unloaded) very low gas evolution	as a bellows material in high and ultra-high vacuum
8. CFM* (PCTFE)	polytrifluoroethylene	Kel F	similar to 7, but can be used down to very low temperatures	valve seals for valves in cryogenic technology
9. —	copolymer of tetrafluoroethylene vinyl ether	Kalrez [ref. 9]	withstands high temperatures ( $300^{\circ}\text{C}$ ) and is chemically inert for a wide range of materials	O-rings, pipe-lines, discs or plates.



É importante uma discussão sobre as forças a serem empregadas em selos mecânicos, que dependem não apenas dos materiais mas também da forma de sua secção transversal. No caso de anéis de borracha o formato mais comum é o circular, formando os assim chamados anéis de borracha, ainda muito comumente chamados pelo nome inglês de "O-rings". Em termos de força por unidade de comprimento do anel, especifica-se tipicamente o valor de 10 N/cm para estes anéis para se ter um selo confiável. Obviamente, as superfícies tanto dos flanges quanto dos anéis devem ser lisas e bem acabadas e não devem estar marcadas ou estragadas, ou mesmo recobertas com filmes de outros materiais. Os selos metálicos exigem forças bem maiores que esse valor. Para o caso de anéis de alumínio com secção transversal rômbrica especifica-se cargas de 1000 N/cm, enquanto para secção transversal circular especifica-se 1500 N/cm. Estas forças devem levar em conta o limite de deformação plástica do material do anel. A Tabela 8.4 coloca esta grandeza em função da temperatura para os materiais mais comuns usados como anéis metálicos. Estas forças devem ser impostas através do uso de parafusos ou grampos.

Tabela 8.4: Limites de deformação plástica para diversos materiais usados como anéis metálicos para vedação (Tabela 14.3 Wutz, pg. 527)

sealant material	yield pressure in bar (order of magnitude)				
	temperature in °C				
	20	100	200	300	400
aluminium	1000	400	200	(50)	
copper	2000	1800	1300	1000	(400)
soft iron (for comparison)	3500	3100	2600	2100	1700

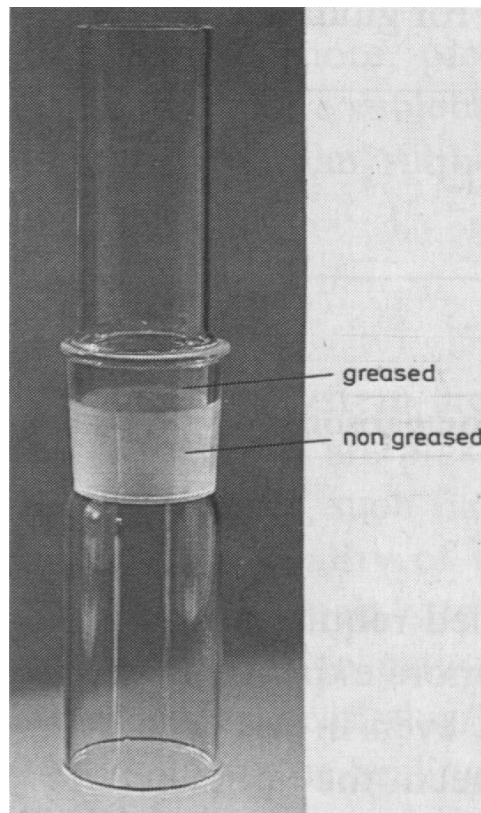


Fig. 8.5: Fotografia de uma junta cônica esmerilhada, com graxa aplicada para selagem. (Fig. 14.5 Wutz pg. 528)



No caso de junções de vidro, a junta mais comum é a cônica esmerilhada (lixada), em que o cone tem pequeno ângulo de abertura. A selagem é conseguida com o auxílio de uma graxa de baixa pressão de vapor, que é aplicada por aproximadamente metade do comprimento da junta, como mostrado pela Fig. 8.5, para prevenir a difusão de elementos voláteis da graxa para a câmara de vácuo, uma vez que a parte da junta que não contém a graxa funciona como uma alta impedância para a difusão destes materiais de alta pressão de vapor.

Estas juntas podem ser unidas também por grampos ou molas, impedindo que uma parte se solte da outra quando o sistema é aberto á atmosfera. Estas juntas transparentes são muito convenientes, pois podem mostrar a existência de vazamentos através de pequenos caminhos, tipo capilares, observados na região com a graxa, de modo que, quando se observa o filme de graxa liso e contínuo, sabe-se que a junção não contém vazamentos. A estanqueidade deste tipo de junta é melhor que a estanqueidade das juntas com elastômeros.

## Conexões com flanges

O desenvolvimento da tecnologia de vácuo levou ao aparecimento de muitos tipos de conexões com flanges em diversos países, levando à necessidade de uma padronização entre os fabricantes. Uma destas padronizações é originária da colaboração de fabricantes europeus de compressores e de bombas e equipamentos de vácuo, dando origem ao padrão PNEUROP. A padronização diz respeito aos diâmetros nominais de aberturas e a todas as dimensões envolvidas no dimensionamento das junções e que permitam a intercambiabilidade entre equipamentos e peças de diferentes fabricantes. Os diâmetros nominais da sequência denominada R10 (que inclui a anterior denominada R5) são descritos na Tabela 8.5.

Tabela 8.5: Diâmetros Nominais DN e diâmetros internos recomendados para flanges padrão internacional para a tecnologia de vácuo. (Tabela 14.4 Wutz pg. 528)

DN	$d_i$ mm
10	10
16	16
20	21
25	24
32	34
40	41
50	51
63	70
80	83
100	102
125	127
160	153
200	213
250	261
320	318
400	400
500	501
630	651
800	800
1000	1000

As recomendações PNEUROP para flanges usados em vácuo foram aceitas pelas normas DIN e por

outras normas nacionais e internacionais, como a norma ISO.

### Conexões com flanges pequenos (padrão KF)

A construção de sistemas de vácuo pode ser muito simplificada e acelerada se se pode evitar conexões flangeadas aparafusadas complexas, e por isso a norma PNEUROP, levando ao conceito de conexões de flanges pequenos (também denominadas engates rápidos) para aberturas nominais até DN 50 tornou-se muito popular. Este tipo de padrão é descrito pela Fig. 8.6.

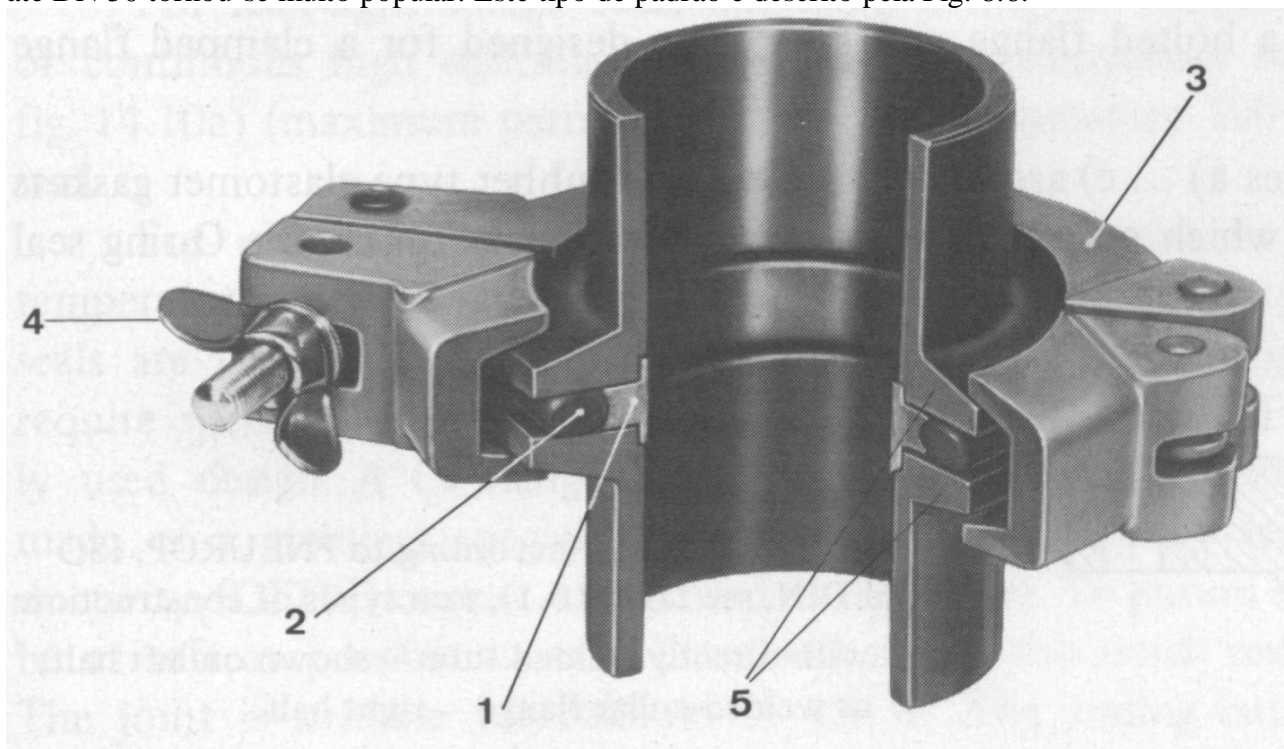


Fig. 8.6: Conexão de engate rápido. 1 – anel de centragem e suporte de anel de borracha; 2 – anel de borracha de neoprene; 3 – abraçadeira; 4 – borboleta aparafusadora; 5 – pequenos flanges tubulares. (Fig. 14.6 Wutz pg. 529)

As duas pontas dos tubos possuem flanges com uma superfície cônica (Fig. 8.6) que são forçadas uma contra a outra por uma abraçadeira também cônica. Entre os dois flanges é colocado um anel metálico juntamente com um anel de borracha. O anel metálico tem três funções importantes: centragem dos tubos através das abas centrais, segurar o anel de borracha que faz a vedação e, através de sua espessura, limitar a máxima deformação do anel de borracha quando o conjunto é apertado pela abraçadeira.

Para o caso de tecnologia de ultra-alto vácuo e maiores temperaturas operacionais emprega-se anéis metálicos de alumínio, como mostrado na Fig. 8.7.

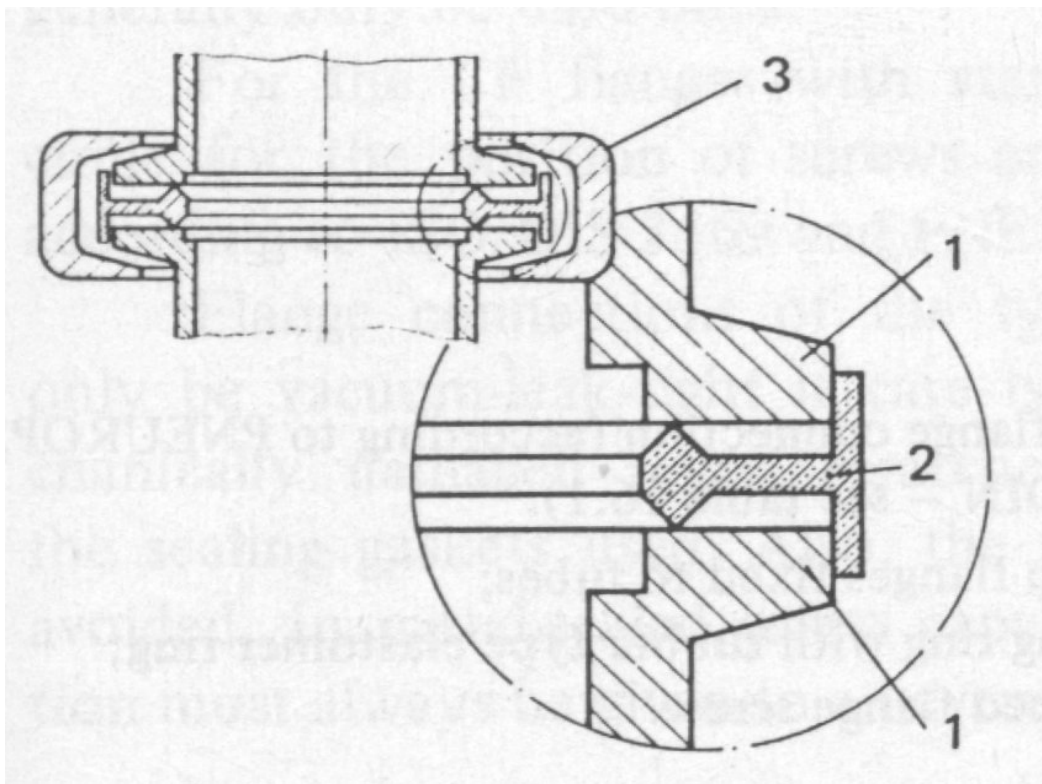


Fig. 8.7: Secção transversal de conexão com anel de alumínio. 1 – flange; 2 – anel de alumínio; 3 – anel (tipo abraçadeira) de aperto. (Fig. 14.7 Wutz pg. 529)

O uso de anéis de alumínio exige maior força de aperto do anel, o que requer o uso de tipos diferentes de abraçadeiras, como por exemplo as tipo corrente, que é ilustrada pela Fig. 8.8.



Fig. 8.8: Esquema de abraçadeiras tipo corrente para flanges tipo KF. À esquerda, com elos de material compósito para isolamento elétrico, à direita com elos de metal. (Figs. pg. 7 Cat. Evac)

A Fig. 8.9 mostra os esquemas de anéis de vedação em borracha, com anéis de centragem interna e externa, e anéis de alumínio, também de centragem interna e externa. Evidentemente, o elemento vedante no caso dos anéis de alumínio é parte integral dos anéis, que são projetados para serem intercambiáveis com os anéis de borracha, o que permite a montagem preliminar de sistemas de vácuo para verificar seu funcionamento antes da entrada definitiva em operação, quando os anéis de borracha são substituídos pelos anéis de alumínio, mais caros e re-usáveis poucas vezes. As vedações

de borracha podem ser aquecidas até 110°C, e as de alumínio até 200°C, para degaseificação. Algumas vezes pode-se usar anéis de índio, mas estes podem ser aquecidos tão somente a 100°C para degaseificação.

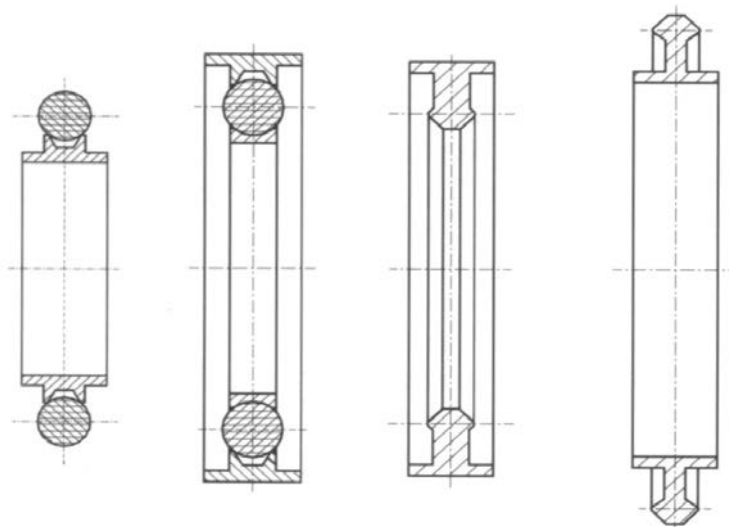


Fig. 8.9: Esquema de anéis de vedação em borracha e em alumínio, com centragem interna e externa. (última Fig. Pg 6 Cat. Evac)

## Conexões com flanges aparafusados

Embora flanges menores possam ser aparafusadas, em geral isto se aplica para diâmetros maiores que DN 50, usando-se dois flanges idênticos. Temos três distinções a fazer:

- flanges soldados ou fixos, que como o nome diz, são soldados aos tubos, possuindo o mesmo número de buracos, que devem ser alinhados para o aparafusamento. A Fig. 8.10 mostra o esquema de um flange deste tipo.
- flanges tipo garra, que também são soldados aos tubos, e que possuem um canal no seu lado externo. Os flanges são juntados e apertados por parafusos com abas em forma de garra, que denominaremos de dupla garra (também chamados "bico de papagaio"), como ilustrado pela Fig. 8.11. Este tipo de flange permite que os tubos sejam girados antes de serem juntados.
- flanges tipo gola (collar ring flanges), em que um tubo ou ambos os tubos possuem flanges tipo garra e um anel de retenção é colocado no canal mais externo, como mostrado nas Figs. 8.12 e 8.13. O flange tipo gola, que permite que o tubo ou os tubos girem para se alinhar, com diversos orifícios para aparafusamento, realiza o aperto forçando o anel de retenção. No caso da Fig. 8.12, temos um tubo com flange tipo garra, ao qual é adicionado o flange tipo gola, que é aparafusado com um tubo que possui um flange fixo. A Fig. 8.13 mostra a situação em que ambos os tubos possuem flanges tipo gola.

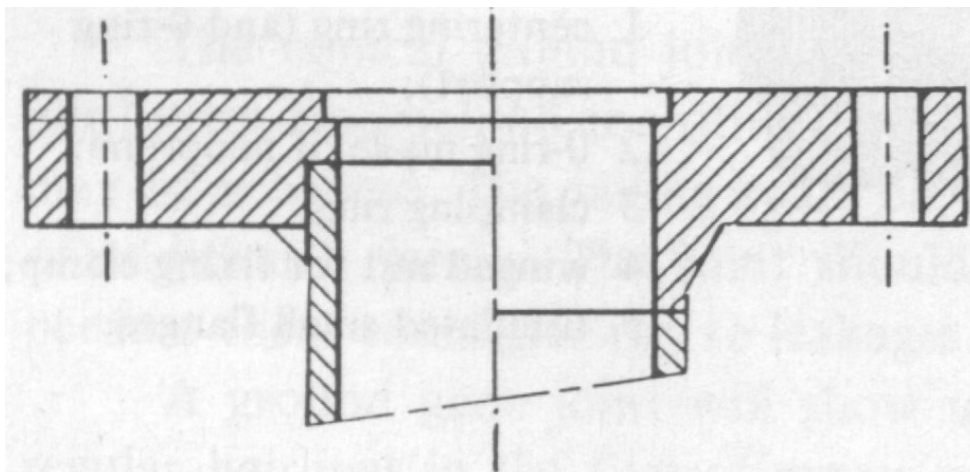


Fig. 8.10: Flange soldado ou fixo: à esquerda, soldado diretamente no tubo; à esquerda, soldado tipo gola. (Fig. 14.8 Wutz pg. 530)

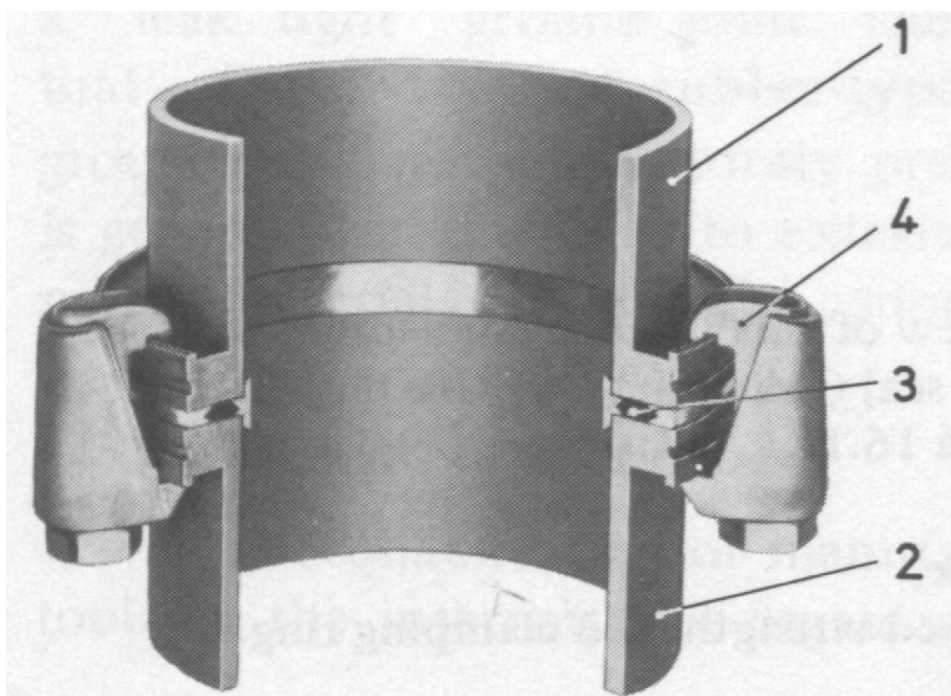


Fig. 8.11: Flange com conexão tipo garra: 1, 2 – flanges tipo garras soldadas aos tubos; 3 – anel de vedação tipo borracha; 4 – dupla garra (bico de papagaio) (Fig. 14.9 Wutz pg. 530)

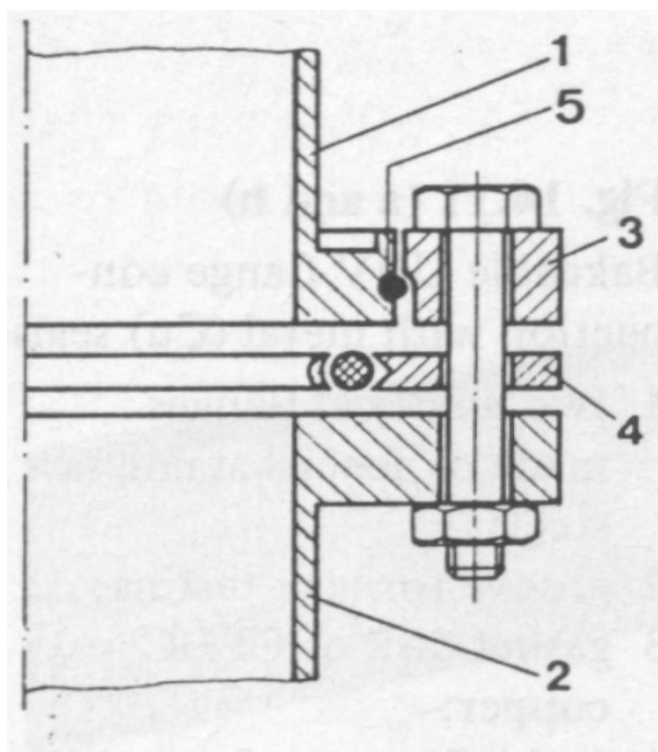


Fig. 8.12: Conexão de flange tipo garra com flange fixo usando flange tipo gola: 1 – flange tipo garra soldado ao tubo; 2 – flange fixo; 3 – flange tipo gola; 4 – disco vedante com anel de borracha; 5 – anel de retenção. (Fig. 14.10 Wutz pg. 531)

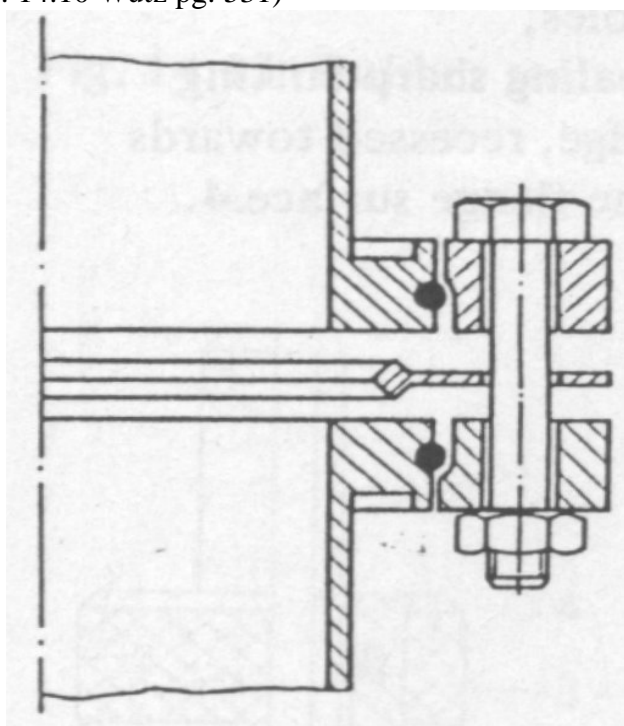


Fig. 8.13: Conexão de flanges tipo garra com flanges tipo gola, com anel de vedação de alumínio (Fig. 14.10a Wutz pg. 531)

Para assegurar estanqueidade para os selos quando em operação a temperaturas mais altas, como no caso de degaseificação, ou no caso de temperatura ambiente alta por causa das condições

do ambiente, recomenda-se o uso de selos de alumínio, que podem trabalhar até 200°C, como já citado acima.

No caso de ultra-alto vácuo, em que são usuais temperaturas de degaseificação da ordem de, ou maiores que 300°C, e em que se exigem baixas taxas de degaseificação ou dessorção na temperatura de trabalho, é essencial o uso de anéis metálicos. Para obter conexões sem vazamentos, todavia, estes anéis precisam ser apertados com muita força, como discutido abaixo, e isso exige formatos especiais para os flanges. O tipo mais usual para ultra-alto vácuo é o tipo CF, mostrado na Fig. 8.14.

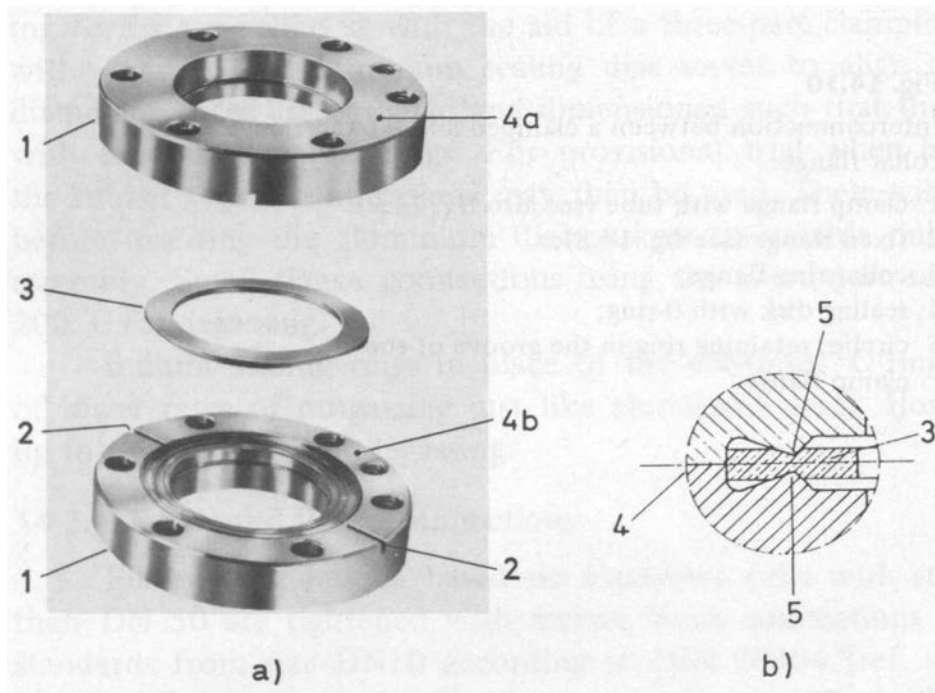


Fig. 8.14: Flange tipo CF recozível para degaseificação: 1 – flanges feitos de aço inox; 2 – canal para teste de vazamento; 3 – anel de cobre OFHC; 4 – superfícies dos flanges com orifícios para parafusos; 5 – faca ou cunha, "desnivelada" em relação à superfície 4 do flange. (Fig. 14.11 a e b Wutz pg. 532)

Uma conexão tipo CF (ou ConFlat) é constituída de dois flanges fabricados em aço inox especial de alta dureza, contendo uma faca circular cada um, situada ligeiramente abaixo da superfície do flange, como ilustrado pela Fig. 8.14. O anel de selagem é um anel de cobre de alta condutividade (elétrica e térmica) e livre de oxigênio, denominado OFHC (do inglês "oxygen free high conductivity"), que é tratado termicamente em alta temperatura para alívio de tensões, tornando-se assim "macio" e dútil, o que é essencial para assegurar a estanqueidade do selo quando os dois flanges são apertados contra o anel pelos parafusos. O fato das facas ou cunhas penetrarem no cobre é que faz o selo. Notar que a profundidade de penetração das facas é limitada pela distância entre o gume da faca e a superfície do flange. Estas juntas podem ser aquecidas a 450°C para degaseificação. Para maiores temperaturas de degaseificação, pode-se usar uma liga de Cu-Ag, denominada OFS, contendo pequena quantidade de prata. Em geral recomenda-se usar os anéis de cobre apenas uma vez, mas o uso pode ser estendido recobrimdo-se-os com prata.

As conexões tipo CF são feitas por parafusos e porcas, e exigem espaço nos sistemas de vácuo e considerável tempo para serem montadas e desmontadas. Por isso, está se tornando popular uma nova forma de conexão de ultra-alto vácuo, também usando anéis de cobre e o mesmo desenho das conexões CF, mas com anéis mais estreitos, que não são mordidos pelas facas, mas apenas apertados pela sua superfície inclinada, como ilustrado pela Fig. 8.15. Estes anéis são denominados

CeFix, e a sua estanqueidade é dada pelo contacto das superfícies inclinadas das facas dos flanges com o anel de cobre.

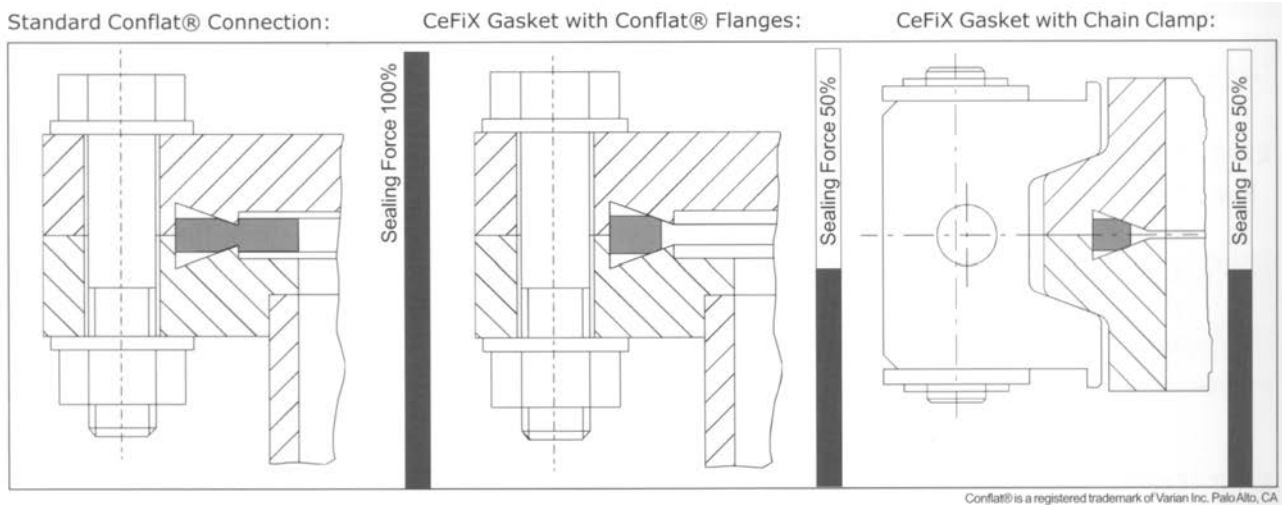


Fig. 8.15: Conexão tipo CeFix, comparada com a conexão CF (Fig. Cat. EVAC pg. 65)

Como mostrado pela Fig. 8.15, as conexões podem ser obtidas por parafusos, como no caso das CF, mas com menor força de aperto, ou usando abraçadeiras tipo corrente, também com menor esforço, e, neste último caso, com a grande conveniência de usar apenas um parafuso para apertar uniformemente a conexão inteira, e ter grande economia de espaço, o que pode ser importante em algumas aplicações, como em aceleradores de partículas ou anéis de armazenamento de partículas, como em um anel Síncrotron. Por usarem forças menores de aperto, estas conexões podem também trabalhar com anéis de Ni, o que permite maiores temperaturas de tratamento de degaseificação e uso em ambientes corrosivos.

As conexões descritas até aqui só serão estanques se muito cuidado for tomado para assegurar que as superfícies a serem juntadas estão muito limpas e livres de riscas e marcas, valendo a mesma recomendação para os anéis (de todos os tipos). Outra recomendação é que os parafusos devem ser apertados devagar e uniformemente.

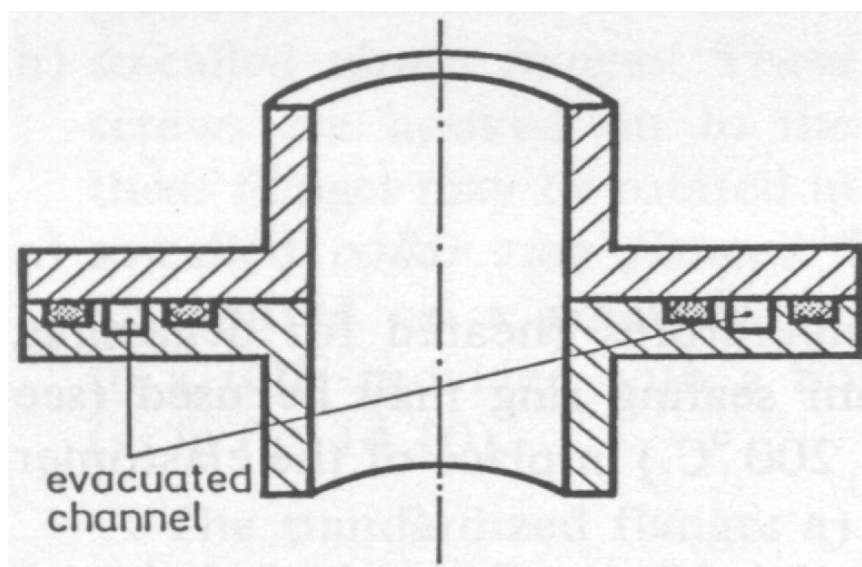


Fig. 8.16: Selo duplo com canal intermediário evacuado (Fig. 14.12 Wutz pg. 532)



A permeabilidade de gases por elastômeros é relativamente grande, o que pode se tornar um fator importante em sistemas com tubos grandes, pois a área de permeação é diretamente proporcional ao diâmetro do anel, o que pode levar a uma carga de bombeamento relativamente alta. Para evitar este tipo de problema, muitas vezes são usados selos duplos, como mostrado na Fig. 8.16. Estes selos muitas vezes contêm um canal intermediário, com acesso a um sistema de vácuo, de modo que o espaço entre os anéis pode ser evacuado, levando a uma considerável diminuição da permeação de gás pelo anel interior.

Os selos com elastômeros podem ser usados também para a conexão de tubos de vidro ou cerâmica, como ilustrado pela Fig. 8.17.

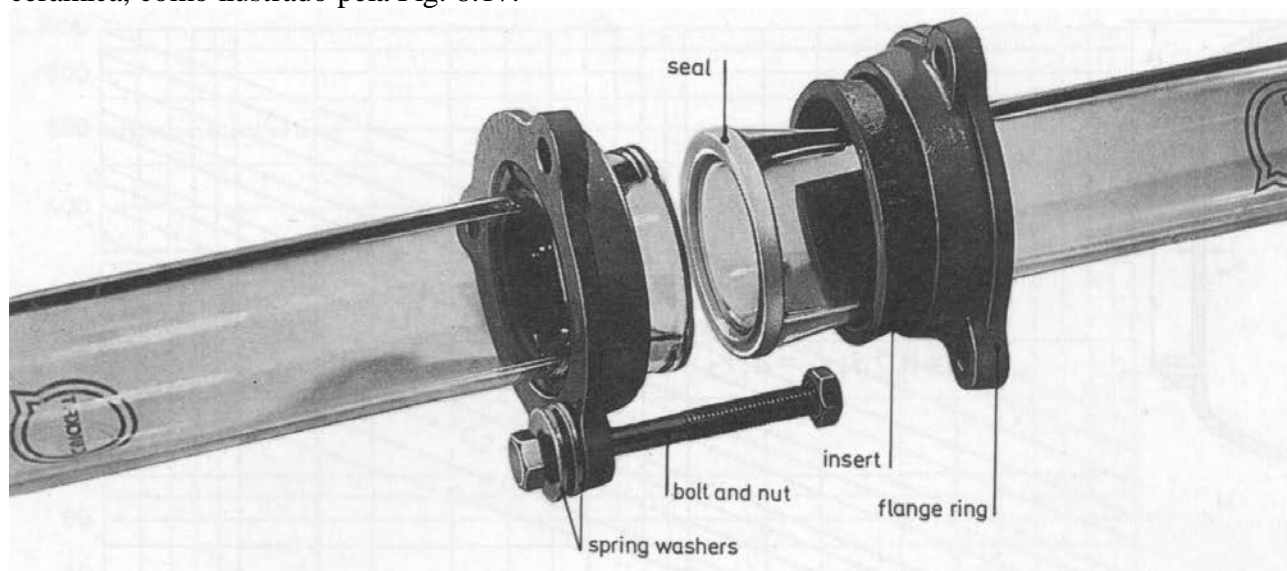


Fig. 8.17: Conexão com selo de borracha entre dois tubos de vidro. (Fig. 14.13 Wutz pg. 533)

Os tubos de vidro terminam em flanges polidos, que são unidas por um selo de borracha, que é apertado por dois flanges tipo gola, protegidos dos tubos de vidro por anéis de borracha. Para evitar quebrar estas junções, os parafusos devem ser apertados muito uniformemente.

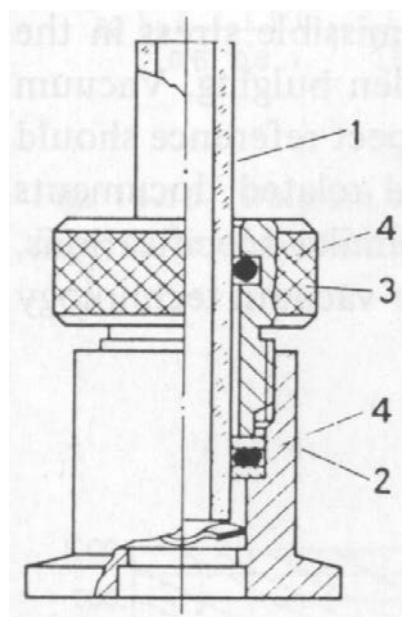


Fig. 8.18: Junta tipo soquete para unir tubos finos de vidro com tubos metálicos flangeados: 1 – tubo de vidro; 2 – tubo metálico curto com flange; 3 – porca escariada; 4 – anéis de borracha. (Fig. 14.14

Wutz pg. 533)

Pode-se fazer a junção entre tubos pequenos de vidro e tubos metálicos utilizando a junta tipo soquete ilustrada na Fig. 8.18. Um exemplo de aplicação é a conexão de medidores de vácuo de vidro em sistemas de vácuo metálicos.

## Passantes

A esmagadora maioria dos sistemas de vácuo são montados para que se consiga processar física ou quimicamente algum material, incluindo a movimentação de itens dentro deles. Para isso, é necessário fazer com que energia, em diversas formas, atravesse as paredes da câmara de vácuo; algumas vezes, é preciso que alguns materiais também "atravessem" estas paredes, como por exemplo, líquidos de arrefecimento. Este objetivo é conseguido pela utilização do que denominamos de passantes, cuja construção varia de acordo com o tipo de energia que se quer passar para o interior da câmara. Em geral, distinguimos três grupos de passantes: os mecânicos, para a passagem de movimento, os elétricos para a passagem de energia elétrica e os passantes para a admissão de gases e de líquidos. Neste espírito, uma janela óptica pode ser considerada um passante óptico.

### Passantes mecânicos

Estes passantes podem ser do tipo linear ou rotacional, ou então mistos. Para trabalho até alto vácuo, selos com elastômeros lubrificados podem ser usados sem problemas de vazamentos ou degaseificação. Estes selos podem ser construídos com gaxetas, retentores (com molas) ou com anéis de borracha (O-rings). No caso de transmissão de movimento rotativo, utilizando selos lubrificados, ocorre sempre acumulação de lubrificante no lado do vácuo, entre o eixo e o selo, o que pode ocasionar contaminação do sistema com hidrocarbonetos. No caso de passantes lineares, o eixo deslizante sempre arrasta consigo uma quantidade de gás associada ao filme de lubrificante na superfície do eixo.

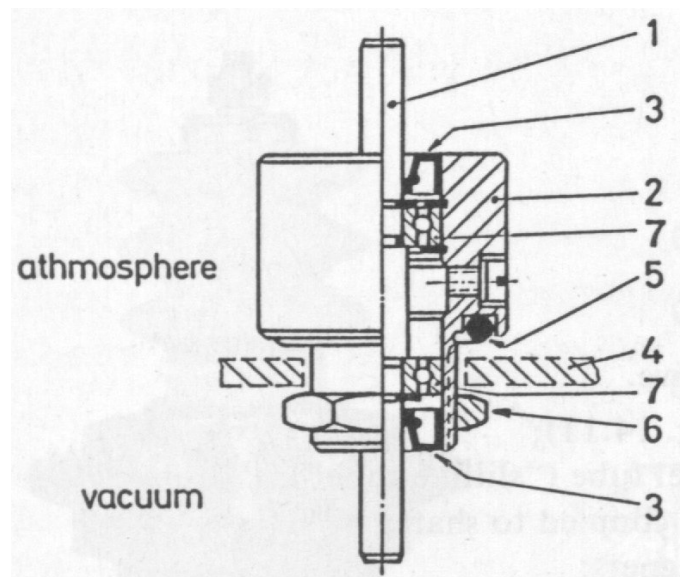


Fig. 8.19: selo rotativo com retentor: 1 – eixo; 2 – carcaça; 3 – selos tipo retentores no eixo; 4 – parede da câmara de vácuo; 5 – selo com anel de borracha; 6 – porca para aperto; 7 – rolamento de esferas. (Fig. 14.18 Wutz pg. 537)

Pequenas quantidades de contaminantes ou qualquer aspereza da superfície do eixo pode danificar o selo, e por essa razão passantes rotativos devem ser preferidos, respeitando o limite de velocidade que não cause aumento significativo de temperatura do selo. A Fig. 8.19 mostra o esquema de um passante rotativo com selo tipo retentor.

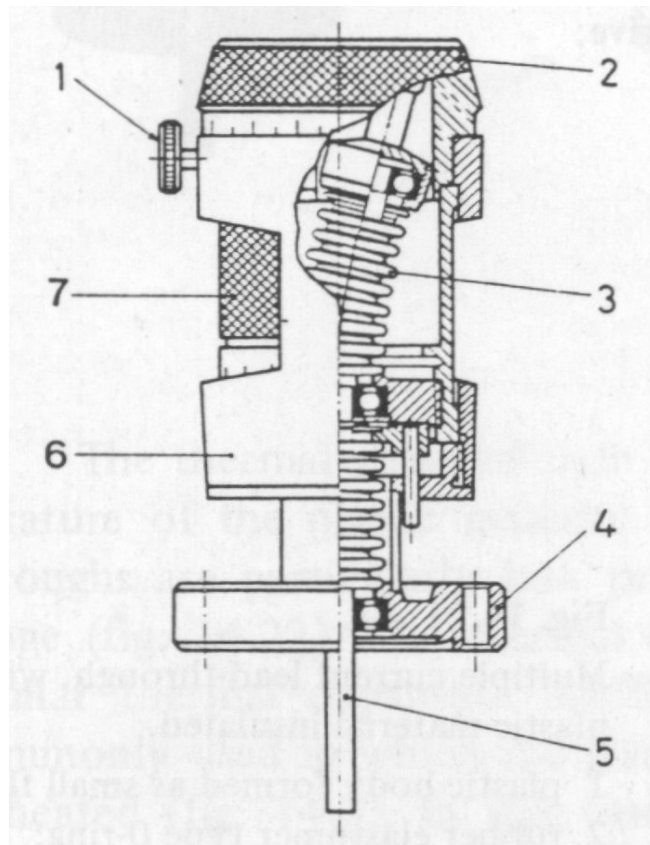


Fig. 8.20: Passante misto, rotativo e linear, utilizando folios metálicos. 1 – parafuso para fixar posição; 2 – manopla para movimento rotativo; 3 – folios; 4 – flange tipo CF; 5 – eixo; 6 – carcaça; 7 – porca para movimento linear. (Fig. 14.19 Wutz pg. 537)

Selos deslizantes (lineares) e rotativos com excelente estanqueidade podem ser construídos utilizando-se folios metálicos. A Fig. 8.20 mostra o esquema de um passante misto (rotativo e linear), em que o fole inferior transmite o movimento linear e o fole curvo superior permite o movimento rotativo. As pontas dos folios não podem girar uma em relação à outra, e por isso são usados rolamentos de esferas dentro do sistema de vácuo. Este passante, todo em metal, pode ser aquecido a 450°C para degaseificação.

A utilização de campos magnéticos gerados por ímãs permanentes permite a transmissão de movimentos para o interior de câmaras de vácuo sem contacto direto, o que pode ser extremamente vantajoso em termos de limpeza e estanqueidade. Obviamente, a parede que separa os ímãs da atmosfera e do vácuo deve ser não-magnética. Os exemplos mais importantes são os acoplamentos magnéticos e os motores "encapsulados" (canned motors). Estes últimos em geral são motores assíncronos de trifásicos, nos quais o rotor em forma de (tipo) gaiola gira dentro do vácuo, separado do estator e das bobinas por um tubo não magnético. As perdas elétricas e, portanto, o aquecimento, são maiores que nos motores normais de mesma potência por causa das separações (gaps) maiores entre estas partes, devido à existência da parede da câmara de vácuo. Um exemplo deste tipo de motor é ilustrado pela Fig. 6.31, que descreve uma bomba turbomolecular com este tipo de motor.

Um acoplamento magnético, também chamado passante magnético, pode consistir de um ou mais ímãs permanentes rotativos, que transferem o seu movimento para uma armadura magnetizável. A Fig. 8.21 mostra o esquema de um destes acoplamentos.

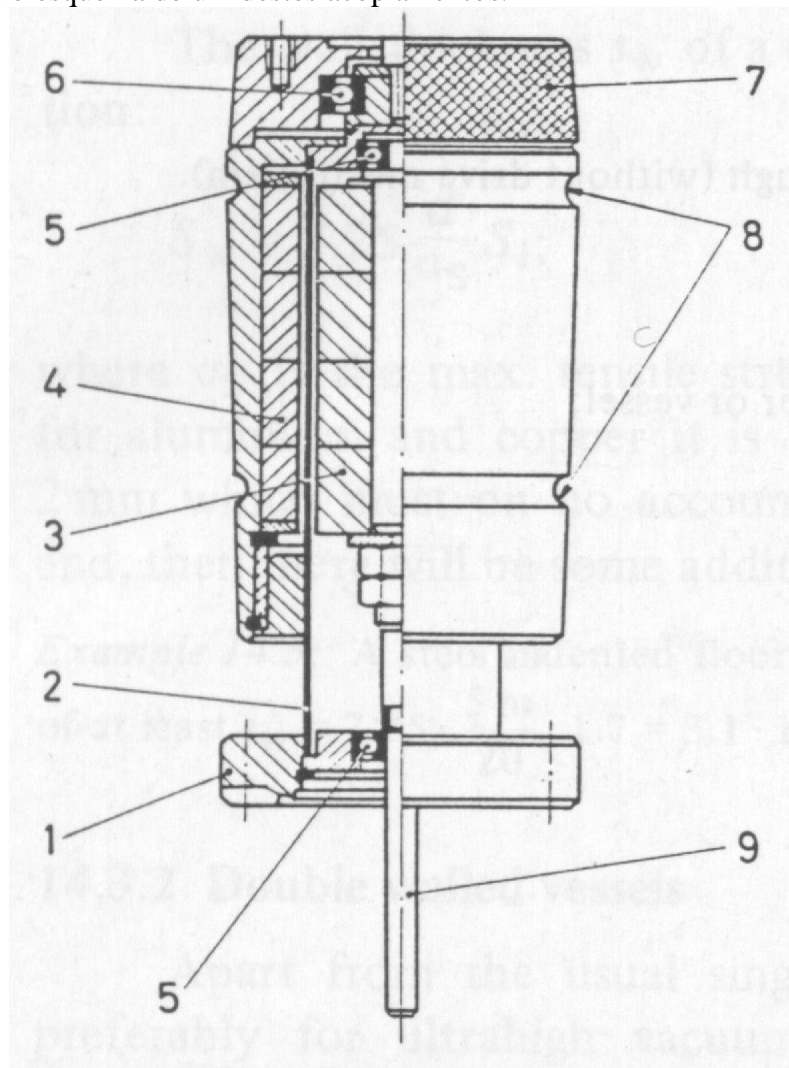


Fig. 8.21: passante rotativo magnético: 1 – Flange tipo CF; 2 – tubo de aço não magnético; 3 – ímãs internos colados ao eixo; 4 – ímãs externos; 5 e 6 – rolamentos de esferas; 7 – manopla para acionamento manual; 8 – canais para acionamento por correia; 9 – eixo. (Fig. 14.20 Wutz pg. 538)

O torque que se pode transmitir por estes passantes é função das propriedades magnéticas dos ímãs utilizados. Uma das vantagens destes passantes é que quando a parte interna travar por qualquer razão, nada se quebra no passante. Por outro lado, a força ou torque limitados que se pode fazer pode exigir a desmontagem do sistema de vácuo para solucionar o problema de travamento. Um exemplo de utilização de acoplamentos magnéticos é em crescimento de monocristais sob vácuo ou sob atmosfera controlada, em que lentos movimentos de rotação devem ser imprimidos ao cristal e ao cadinho que contém o líquido do qual o monocristal é crescido.

Um outro tipo de passante magnético rotativo é obtido utilizando-se ímãs permanentes e ferrofluídos, que são soluções coloidais de materiais magnéticos, como a magnetita, em suspensão em um óleo de baixa pressão de vapor, como os óleos de silicone para bombas difusoras. Os selos são construídos usinando-se cunhas estreitas (finas) e de pequena altura no eixo de material magnético, e que faceiam a parede, também magnética, de um tubo que contém o eixo, que é sustentado por rolamentos de esferas. Os ímãs magnetizam o ferrofluído, o eixo e a parede, fazendo

com que o ferrofluido fique constrangido à região entre as pontas das cunhas e as paredes da câmara, fornecendo um selo que pode suportar significativas diferenças de pressão ao mesmo tempo que permite grande velocidade de rotação, e a transmissão de grandes forças e torques, uma vez que esta transmissão não é feita via o selo magnético, como nos passantes acima descritos. A Fig. 8.22 descreve um selo deste tipo. Com o uso de colóides feitos com líquidos à base de óleos de silicone ou outros óleos para alto vácuo, conseguem-se selos com ferrofluidos para uso até a região de ultra-alto-vácuo.

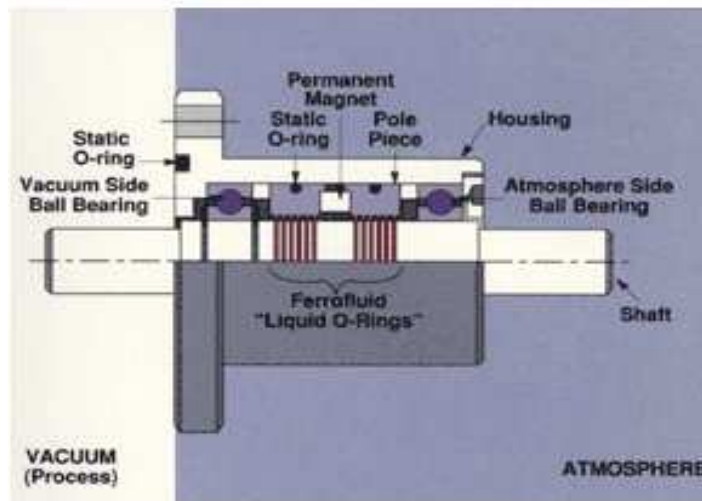


Fig. 8.22: Passante mecânico com ferrofluido.

## Passantes elétricos

As paredes das câmara de vácuo usualmente são feitas de metal, ou contém um grande flange de metal, de modo que conexões elétricas para o interior da câmara precisam ser eletricamente isoladas destas paredes. Os isolantes mais comuns são plásticos, vidros e cerâmicas, e as junções destes materiais com os metais precisam ser feitas com muito cuidado, por causa das diferenças nos coeficientes de dilatação térmica, que podem levar a movimentos diferenciais entre as partes ou peças muito tensionadas, o que pode levar ao aparecimento de vazamentos, principalmente se a câmara sofre aquecimentos ou resfriamentos.

Passantes com baixo nível de exigência no que diz respeito à estabilidade em temperatura e degaseificação são, em geral, feitos de isolantes plásticos, que, usualmente, consistem de uma mistura de fios metálicos embebidos em um conjunto resina-enchimento (filling) que é colocado em um molde para obter a forma final após a cura do conjunto. Em geral, a conexão ao sistema de vácuo é feita através de flanges pequenos utilizando anéis de borracha, e a máxima temperatura de utilização deste tipo de passante é ao redor de 80°C.

Passantes em que o isolante é vidro ou cerâmica são particularmente bons em termos de não apresentarem vazamentos, e podem ser utilizados em um intervalo maior de temperaturas. O problema da dilatação térmica é minimizado pelo uso de metais ou ligas com coeficientes de dilatação térmica próximos dos dos vidros e das cerâmicas. A Fig. 8.23 mostra a fotografia e o esquema de um passante utilizando cerâmica para alta voltagem.

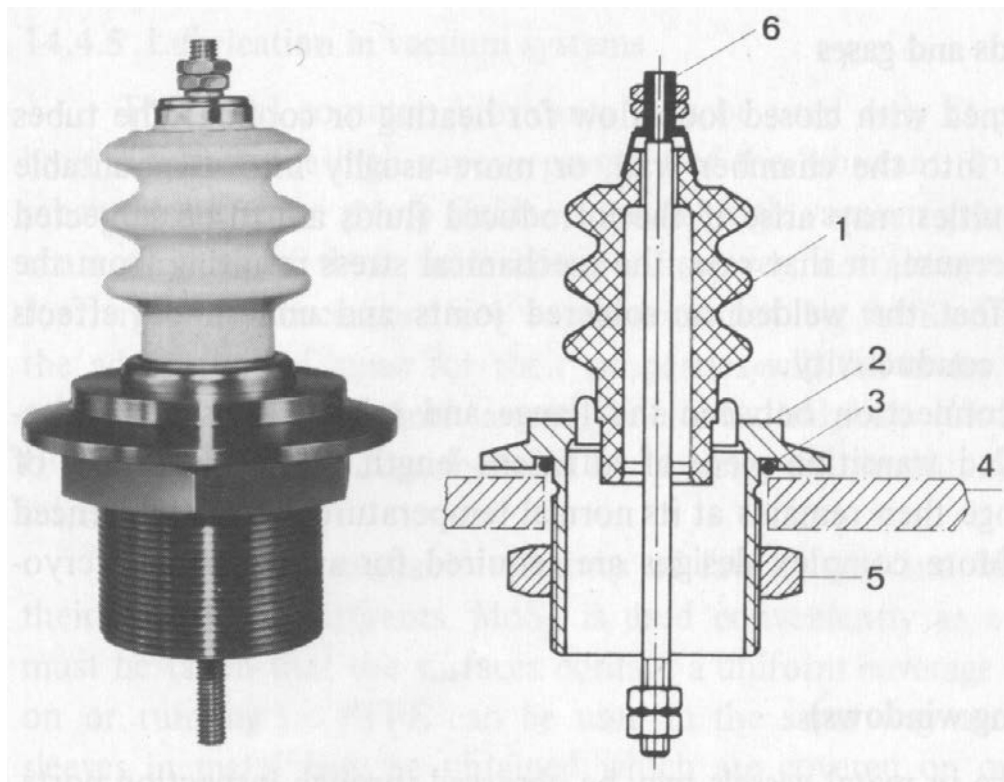


Fig. 8.23: Passante elétrico de alta voltagem (25 kV): 1 – corpo cerâmico, 2 – flange pequeno, 3 – anel de borracha, 4 – parede da câmara com orifício, 5 – porca fixadora, 6 – barra ou tubo de metal. (Fig. 14.22 Wutz pg. 539)

Em termos de passantes em que o isolante é vidro, um tipo muito comum é aquele em que o vidro fica sempre em compressão (passante de vidro comprimido) com a variação de temperatura, pois este material resiste muito bem a tensões de compressão. A Fig. 8.3 mostra um passante deste tipo.

No que diz respeito à carga elétrica dos selos, é importante notar que, no caso de aplicações de alta voltagem, acima de 300 V, as tensões de formação de descarga (breakdown), ou de ruptura, da atmosférica, são altas em altas pressões (1 atm ou acima) e em pressões muito baixas (alto ou ultra-alto vácuo), mas são perigosamente baixas em pressões intermediárias (baixo vácuo). Neste intervalo de pressões pode-se ter a formação de arcos ou de descargas tipo plasma, e por isso, deve-se evitar a aplicação de tensões nos passantes durante o processo de evacuação da câmara da pressão atmosférica até a pressão final de trabalho.

## Passantes Para Líquidos e Gases

São passantes para completar circuitos fechados de circulação de líquidos e gases para resfriamento ou aquecimento de partes internas das câmaras de vácuo. Os tubos podem ser soldados diretamente na parede da câmara, ou podem estar soldados a flanges que são conectadas a outros flanges da câmara, com anéis de vedação apropriados ao intervalo de pressões de trabalho. Outro projeto, apropriado para o acoplamento de rádio-frequência (RF) em bobinas no interior de câmaras de vácuo (fornos a vácuo, por exemplo), em que, além da passagem do líquido de refrigeração conduz-se também alta voltagem, é mostrado na Fig. 8.24.

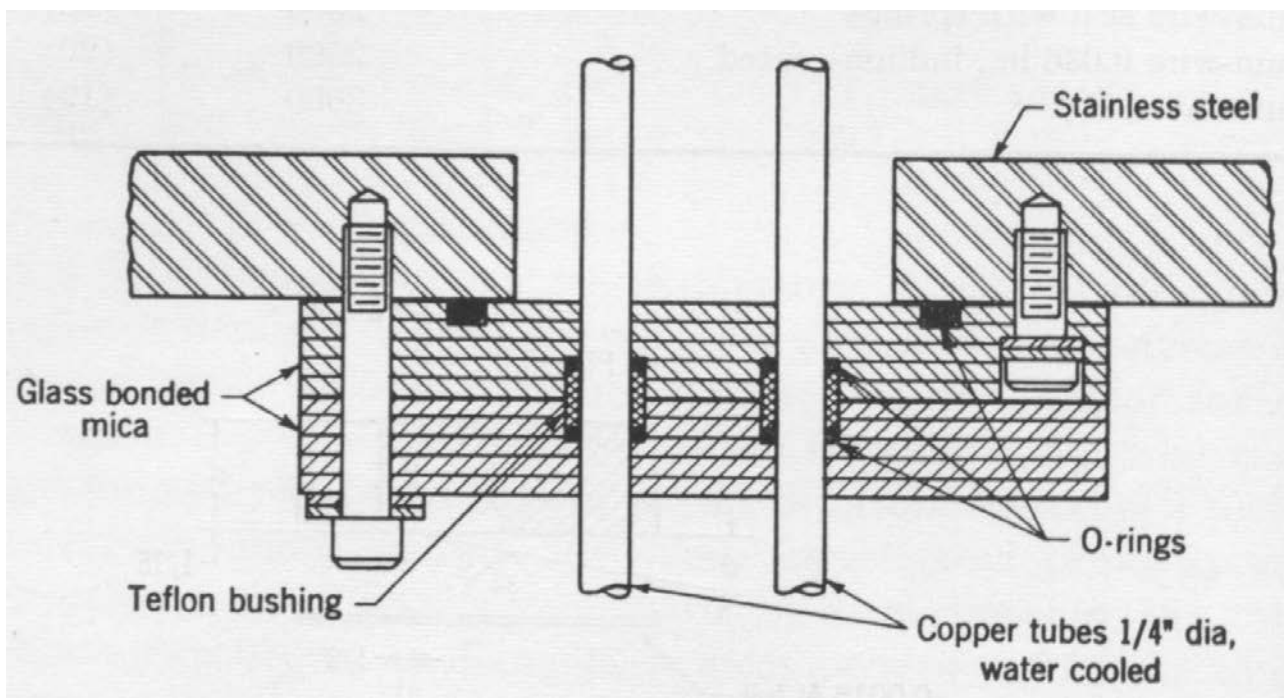


Fig. 8.24: Passantes elétricos para RF resfriados a água. (Fig. 7.8 Lewin, pg. 176)

## Janelas ópticas ou janelas de inspeção

Muitas vezes é importante a observação visual do processo acontecendo dentro de uma câmara de vácuo, e isso é conseguido pelo emprego de janelas de inspeção, ou janelas ópticas. Usualmente, o emprego de janelas plásticas deve ser evitado.

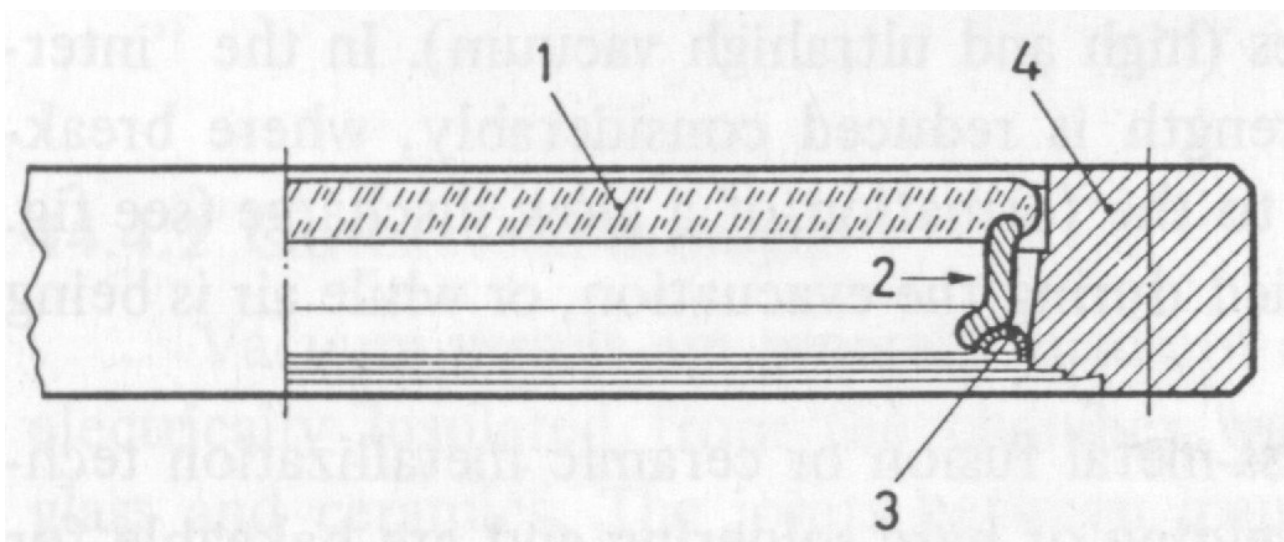


Fig. 8.25: Janela óptica ligada a flange. 1 – disco de vidro; 2 – selo metálico ligado ao vidro e a peça resiliente 3; 4 – flange de ultra-alto vácuo. (Fig. 14.23 Wutz pg. 540)

Uma construção simples de uma janela óptica para uso até a região de alto vácuo utiliza uma placa ou disco de vidro (tipo pirex, por exemplo) grossa o suficiente em relação ao seu tamanho para

suportar a pressão atmosférica, que é pressionada, cuidadosamente, contra um anel de borracha por um flange, que deve ser de material suficientemente macio para evitar pontos de concentração de tensões na região de aperto, o que pode levar à fratura do vidro. Também se pode usar flange de metal, mas com um espaçador de material macio entre o flange e o vidro. Para trabalho na região de ultra-alto vácuo, deve-se lançar mão de janelas em que o vidro (ou outro material transparente, como a safira) seja ligada a um anel metálico por um dos processos de ligação vidro-metal ou cerâmica-metal (veja item "Selos à base de metalização" acima), e este anel metálico é soldado à parede da câmara, ou a um flange para ultra-alto vácuo (Fig. 8.25).

## Válvulas de vácuo

São dispositivos que servem para isolar, ou abrir e fechar tubulações entre bombas, medidores de vácuo e outros componentes da câmara de vácuo. Podem servir também para a admissão, controlada ou não, de gases nas câmaras de vácuo, e também a admissão de objetos ou amostras. As exigências de performance variam muito de acordo com o intervalo de pressões em que devem trabalhar.

As partes mais importantes de uma válvula são a sua carcaça, o seu cabeçote e o que se denomina de "placa da válvula", que é a parte acoplada ao eixo que contém o arranjo selante da válvula. Obviamente, deve ser possível mover, do lado da atmosfera, a placa de válvula para abrir e fechar a válvula, e no caso de fechar, fazê-lo o melhor possível para evitar a passagem de gás de um lado para o outro, simultaneamente impedindo a entrada de ar da atmosfera para o sistema de vácuo. Uma das exigências de construção das válvulas é que ofereçam a menor impedância possível ao fluxo de gás no sistema. Estas exigências de projeto são bem atendidas para diâmetros pequenos, uma vez que, para diâmetros grandes, a força operacional aumenta com o quadrado das dimensões lineares da válvula. Por isso, válvulas de grandes diâmetros usualmente trabalham com pequenos diferenciais de pressão em ambos os lados, e utilizam esse diferencial para efetuar a vedação.

A notação das válvulas é derivada de seu tipo de construção ou de sua função. Válvulas com conexões em ângulo reto são denominadas válvulas de 90 graus ou de ângulo reto, enquanto válvulas com as conexões alinhadas são denominadas válvulas de 180 graus. A Tabela 8.6 dá a classificação de válvulas segundo os critérios "sistemas de fechamento ou vedação", "tipos de selo" e "modo de operação". Os tipos mais frequentes de válvulas de vácuo são as de diafragma, de placas e as de gaveta, usando selos (gaxetas) de borracha ou de metal e foles, e operadas mecanicamente ou magneticamente. A Fig. 8.26 ilustra o esquema de uma válvula de diafragma ou membrana. Neste tipo de válvula a membrana (1 na Fig. 8.25) é forçada contra o assento 2 pelo eixo externo 3 operado manualmente através da manopla 4. Neste caso a membrana elástica atua simultaneamente como fecho da válvula e como selo em relação à atmosfera. Estas válvulas apresentam boa condutância mas a grande área de borracha exposta ao vácuo leva a uma carga relativamente grande de gás originando-se de degaseificação.



Tabela 8.6: Classificação de válvulas de vácuo

Válvulas	Sistemas de Fechamento	Líquido	
		Metal fundido	
		Cloreto de Prata	
		Vidro	
		Juntas esmerilhadas	Plana
			Em bisel
			Esférica
		Tubos acoplados	
		Diafragmas	
	Gaxetas/Vedação		Placa (abas)
			Tampão
			Cone
			Gaveta
			Pistão
			Borboleta
			Esfera
	Tipos selos de	Com Anéis	
		Sem anéis	Foles
			Diafragma
	Modo de operação		Magnética
		Mecânica (manual)	
		Pneumática	
		Magnética (Solenóide)	
		Expansão Térmica	

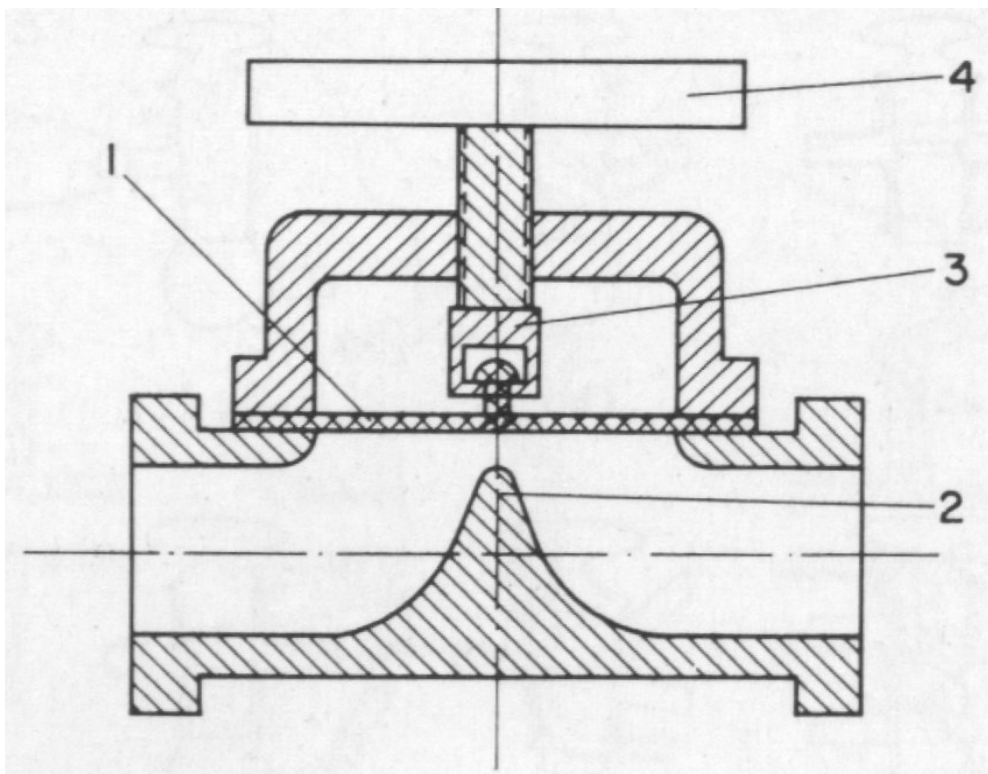


Fig. 8.26: Esquema de válvula de diafragma (ver texto) (Fig. 7.61 Roth pg. 432)

Se uma válvula deve ser usada no lado de alto vácuo de um sistema, então ela deve ser de alta condutância e a quantidade de elastômero exposta ao vácuo deve ser mínima, para produzir a mínima quantidade de gás por degaseificação. Isto pode ser conseguido usando-se um tipo apropriado de gaxeta (selo), como descrito pela Fig. 8.27.

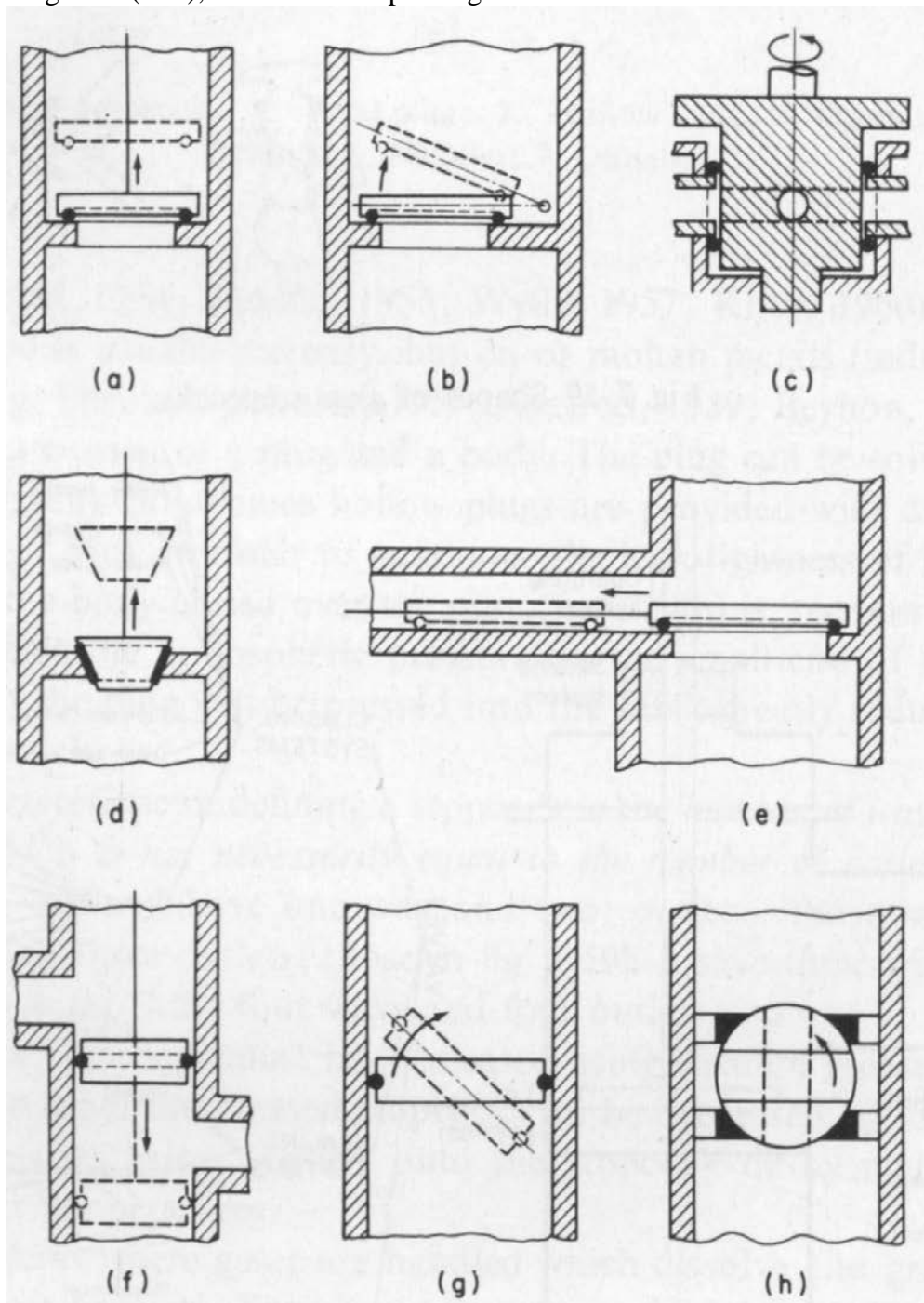


Fig. 8.27: Tipos de selos (gaxetas) usadas em válvulas de alto vácuo. a) válvula de placa; b) válvula pivotada (flap); c) válvula plug; d) válvula tipo cone; e) válvula gaveta; f) válvula tipo pistão; g) válvula tipo borboleta; h) válvula de esfera. (Fig. 7.62 Roth, pg. 432)

A gaxeta pode ser de Neoprene, Viton, Silicone, Teflon ou de metal, pode ter secção reta circular, retangular ou trapesoidal, e pode ser colocada na placa móvel ou no assento. Os selos podem ser anéis de borracha, selos tipo Wilson (ver Fig. 8.28), ou um fole metálico. Os foles metálicos devem

ser preferidos na construção de válvulas por causa da estanqueidade que oferecem, e, no caso de válvulas para ultra-alto vácuo, permitem o aquecimento para degaseificação da válvula.

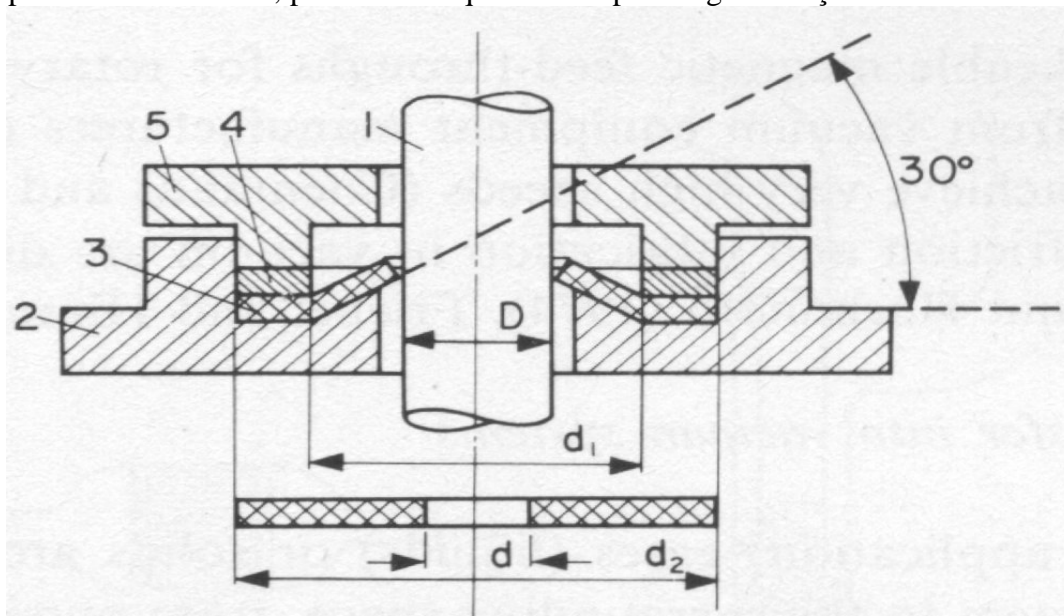


Fig. 8.28: Selo tipo Wilson. 1 – eixo; 2 – placa de base; 3 – arruela de borracha ou elastômero; 4 – anel metálico; 5 – porca de trava. (Fig. 7.53 Roth pg. 427)

A Fig. 8.29 mostra uma válvula tipo 90 graus isolada por fole metálico da atmosfera e tendo fecho (vedação) do tipo placa com anel em assento metálico, e com acionamento pneumático. Estas válvulas são muito comuns, tanto com acionamento manual, quanto pneumático e eletropneumático.

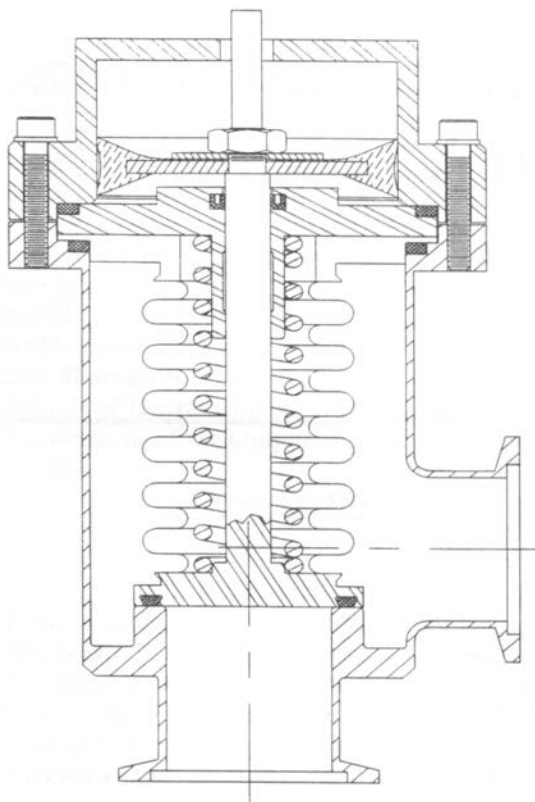


Fig. 8.29: Esquema de válvula tipo 90 graus isolada com fole. (Fig. 1 Handbook pg. 392)

Estas válvulas podem se apresentar como tipo 180 graus, como ilustrado pela Fig. 8.30.

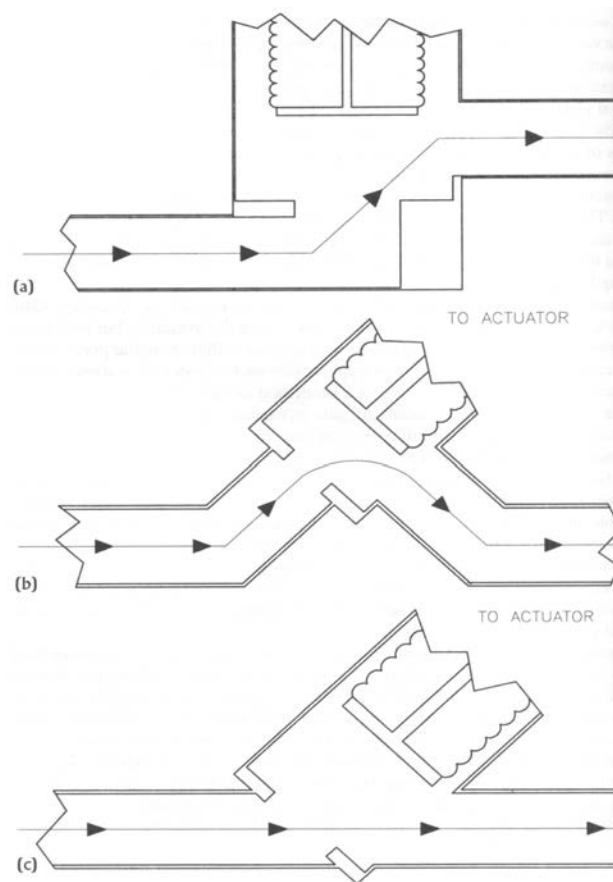


Fig. 8.30: Três arranjos para válvulas em linha, tipo 180 graus. (Fig. 2 Handbook pg. 394)

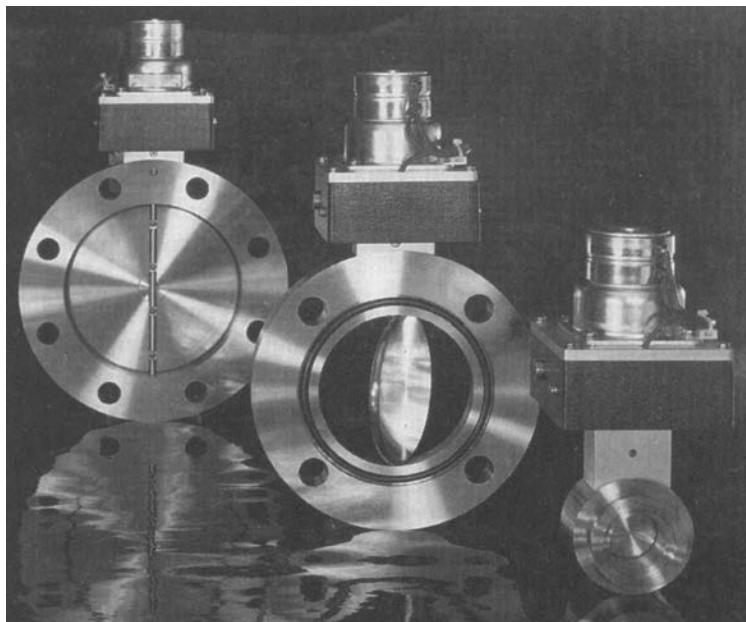


Fig. 8.31: Foto de válvulas borboletas. (Fig. 5 Handbook pg. 397).

A Fig. 8.31 mostra fotografia de válvulas tipo borboleta, que no caso são acionadas com motores de

passo para um melhor controle da posição da placa da válvula, e portanto, da condutância da válvula.

Válvulas cuja construção é toda em metal, válvulas totalmente metálicas, têm seus sistemas de fecho baseado em selos de quina, que podem, por exemplo, corresponder a uma peça de prata que é comprimida contra outra peça mais dura (por exemplo, monel), como esquematizado na Fig. 8.32a, ou a um anel de alumínio fazendo o fecho em um assento cônico, como esquematizado na Fig. 8.32b, ou a um bloco de cobre pressionado contra um assento anular afiado de aço inox, como mostrado na Fig. 8.31c.

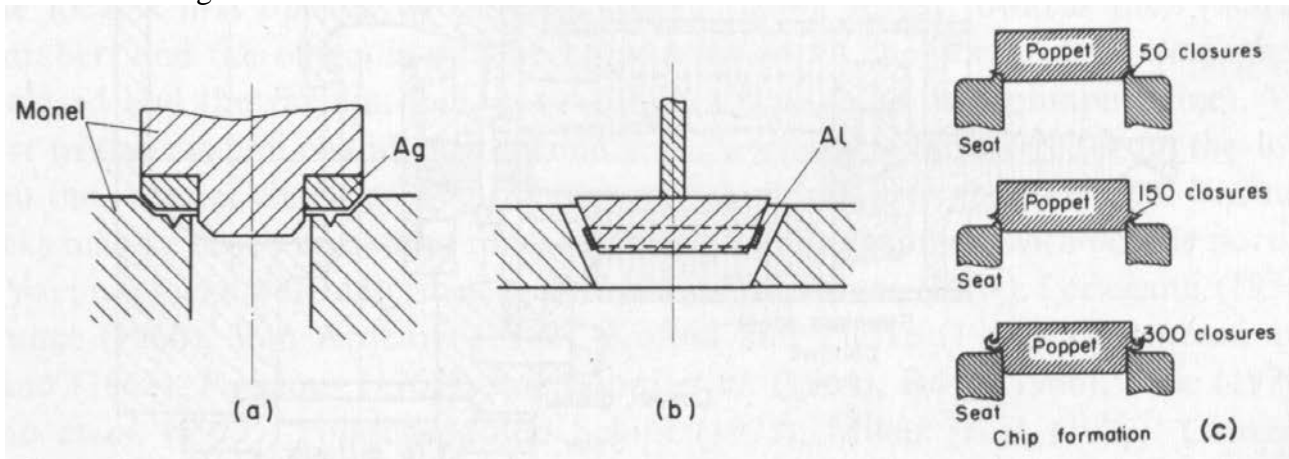


Fig. 8.32: Sistemas de fecho para válvulas totalmente metálicas. a) com anel plano de prata; b) com anel cônico de alumínio; c) com bloco de cobre. (Fig. 7.63 Roth pg. 433)

A Fig. 8.33 mostra o esquema de uma válvula de ultra-alto vácuo totalmente degaseificável em que o fecho é obtido comprimindo-se um bloco cônico de cobre contra uma quina de aço inox, e cujo isolamento da atmosfera é feito com um anel de ouro no flange superior do fole.

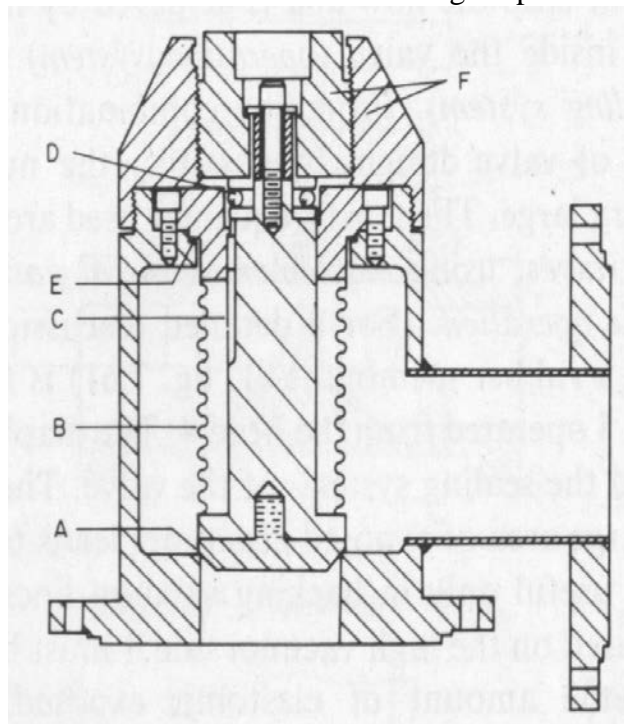


Fig. 8.33: válvula de ultra-alto vácuo totalmente degaseificável: A) bloco cônico de cobre; B) fole; C) guia; D) rolamento de esferas; E) anel de ouro; F) mecanismo de acionamento. (Fig. 7.64 Roth pg. 434)

A Fig. 8.34 mostra outro tipo de válvula para ultra-alto vácuo totalmente degaseificável que utiliza uma placa de cobre que assenta em um anel em forma de dente de aço inox para fazer o fecho da válvula, e que é isolada da atmosfera por fole selado com anel de cobre.

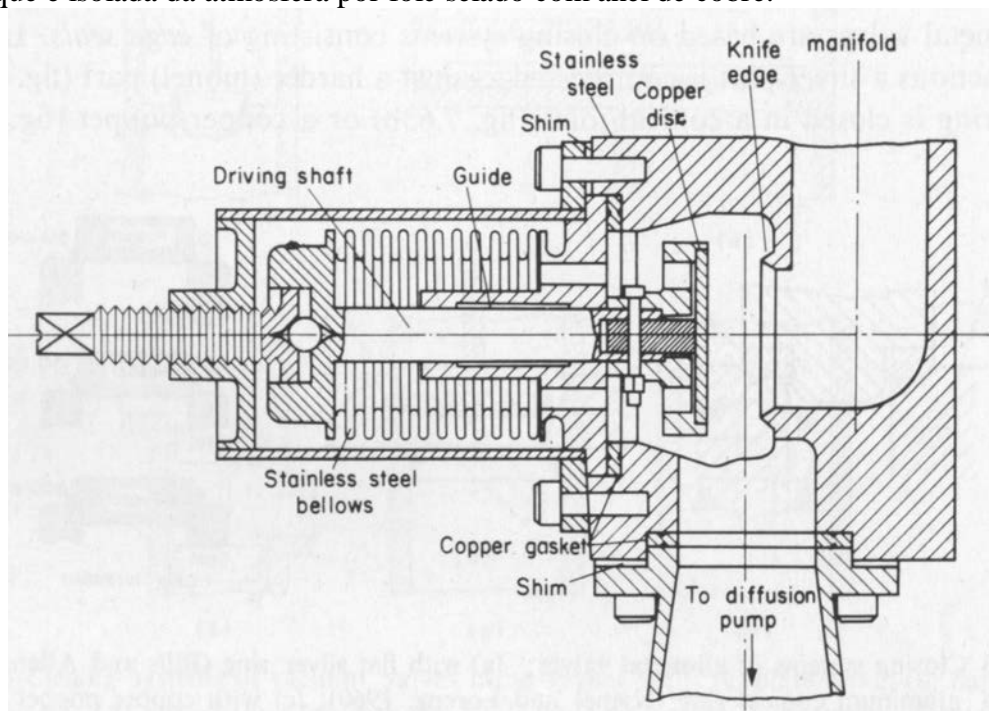


Fig. 8.34: válvula de ultra-alto vácuo totalmente degaseificável. (Fig. 7.65 Roth pg. 434)

Os vários tipos de válvulas devem ser adequados ao tipo de processo que se realiza no sistema de vácuo e ao lugar que ocupam no projeto do sistema. Válvulas cujo único propósito é isolar partes do sistema que estão em diferentes pressões são denominadas válvulas de isolamento. Outras válvulas têm diferentes funções, como a válvula escamoteável de selagem, que permite fechar ou isolar um sistema da atmosfera, e depois permite retirar o corpo da válvula deixando no lugar o fecho, de modo que o sistema ou câmara permanece fechado e desligado do sistema de vácuo, permitindo locomover-se a câmara de um lugar para o outro (isto é típico de criostatos, como será visto no curso de Criogenia). Outro exemplo é a válvula tipo escudo ou blindagem, em que a placa que faz o fecho levanta-se do assento para abrir passagem ao gás, mas permanece no caminho impedindo uma trajetória linear ou direta entre uma parte e outra separada pela válvula. Este tipo de válvula é muito usada associada a bombas difusoras. Um terceiro tipo de válvula são as estranguladoras (ou afogadoras), que permitem o controle do fluxo de gás entre partes do sistema.

## **LISTA DE EXPERIMENTOS - F640**

- [1] - Filmes finos - preparação e aplicações
- [2] - Sistemas de Vácuo
- [3] - Velocidade de bombeamento de bomba mecânica
- [4] - Condutância de tubos de vácuo
- [5] - Criossorção em zeolita e carvão ativado
- [6] - Preparação de semicondutores
- [7] - Vácuo ultra-alto – Visita ao LNLS
- [8] - Espectroscopia de plasma
- [9] - Criostatos
- [10] - Supercondutividade
- [11] - Superfluidez do hélio

**ENSINO ABERTO (TELEDUC):** <http://www.dac.unicamp.br/portal/>

Ensino aberto

Alunos – entrar com RA e a senha

Disciplinas

## Experimento 1

# FILMES FINOS – PREPARAÇÃO E APLICAÇÕES

## Introdução

Uma das primeiras observações de deposição de filmes finos foi realizada por Faraday, que explodiu metais em uma atmosfera inerte. A possibilidade de depositar camadas finas de metais por aquecimento Joule em vácuo foi concebida em 1887. No início, o estudo destes filmes estava voltados para aplicações óticas e a cinética de difusão de gases. Após a obtenção de sistemas de alta capacidade e alto vácuo, houve um crescente interesse industrial em aplicações, como em camadas anti-refletoras, superfícies refletoras de espelhos, camadas múltiplas para espelhos interferométricos, etc. Nos últimos anos, o maior interesse em filmes finos acontece na indústria de eletrônica e microeletrônica, com a fabricação de dispositivos como células solares, transistores, xerografia, detectores e memórias magnéticas e óticas, entre muitas outras aplicações.

A maioria dos métodos de deposição de filmes finos utiliza vácuo e a presente experiência visa introduzir duas das mais importantes técnicas de deposição de filmes finos: 1) evaporação térmica sob vácuo e 2) pulverização catódica. As atividades deste experimento serão conduzidas pelo professor ou um monitor. Serão apresentadas várias aplicações de filmes finos e será realizada a deposição de um filme de alumínio.

## Experimento

### *1) Evaporação térmica sob vácuo*

Como sabemos, todo material, seja elemento ou composto, apresenta, para cada temperatura, uma pressão de vapor, definida como sendo a pressão em que a fase vapor está em equilíbrio com a fase sólida ou líquida do material. Nestas condições, quando colocamos um pedaço de material sob vácuo e aumentamos a sua temperatura utilizando um aquecedor, sua pressão de vapor aumenta consideravelmente, levando a uma evaporação intensa do material. Este vapor, ao encontrar uma superfície fria, como um substrato específico onde queremos depositar o filme, volta ao estado sólido, formando o filme desejado. A espessura depositada dessa maneira depende da distância entre a fonte e o alvo e da natureza e da temperatura da fonte, composta pelo aquecedor e pelo material a ser evaporado e depositado, e do tempo de deposição. No caso em que todo material na fonte é evaporado, podemos pensar que esse volume é espalhado uniformemente em uma casca esférica de raio igual à distância  $d$  do substrato à fonte e espessura igual à espessura  $e$  do filme. Se a amostra a ser evaporada está na forma de um fio de diâmetro  $\phi$  e comprimento  $L$ , podemos determinar que a espessura do filme depositado é de:

$$e = \frac{L\phi^2}{16d^2} \quad (1)$$



(deduza esta expressão). Essa equação nos permite estimar qual será a espessura do filme depositado, conhecendo-se as dimensões iniciais do fio de alumínio que será usado em nossa experiência. Se não soubermos as dimensões do filme, mas tivermos o valor de sua massa, podemos obter uma equação semelhante. Deduza esta equação.

Nosso experimento utilizará uma câmara de evaporação, que é uma campânula de vidro, conectada a um sistema de vácuo consistindo de uma bomba difusora uma bomba mecânica de palhetas e medidores de baixo e alto vácuo. Dentro dessa câmara existem pólos aos quais está ligado um filamento de tungstênio enrolado em forma de espiral. Esse filamento é aquecido por meio de uma fonte de baixa tensão e alta corrente, formada por um conjunto transformador-variatic. O fio de alumínio a ser evaporado é colocado dentro da espiral do filamento. O substrato em que se formará o filme consiste de uma lâmina de microscópio, cuja superfície é plana e muito limpa. Esse substrato é posicionado a uma certa distância do filamento, que deve ser medida. Para o processo de medida da espessura do filme é necessária a construção de um degrau entre o filme e o substrato. Isso é conseguido colocando-se uma lamínula de vidro sobre a lâmina de microscópio, colocada com uma fita gomada conveniente, ou utilizando outro obstáculo apropriado. Para a evaporação, a campânula é colocada no lugar e em seguida é feito o vácuo até atingir cerca de  $10^{-5}$  torr ou menos, e o conjunto transformador-variatic é acionado utilizando uma corrente apropriada, até que todo o fio de alumínio seja consumido. Desliga-se então o variatic, isola-se a câmara do sistema de vácuo e admite-se ar na campânula (ou nitrogênio, para evitar umidade nas paredes da campânula) até atingir a pressão atmosférica. Em seguida remove-se a campânula e retira-se a lâmina do sistema. Após a retirada da amostra é sempre recomendável deixar o sistema sob vácuo (neste caso basta utilizar a bomba mecânica).

## 2) Pulverização catódica (ou *sputtering*)

Neste experimento será utilizado um sistema de pulverização catódica (ou *sputtering*, em inglês, como é mais conhecido) que é uma das técnicas mais importantes para a deposição de filmes finos de maneira geral. Por questões técnicas utilizaremos *sputtering* DC, que usa uma tensão contínua. A Fig. 1 mostra um esquema simplificado de um sistema de pulverização catódica, que descreve bem a montagem experimental de nosso laboratório. Tipicamente, o "alvo", que é uma placa de material a ser depositado ou do material do qual um filme deverá ser sintetizado, é ligado ao terminal negativo (catodo) de uma fonte de alta tensão. O substrato onde se quer depositar o filme (anodo) é colocado em um suporte que é ligado ao outro terminal da fonte de alta tensão. Usualmente, este terminal está aterrado. Para iniciar e manter a descarga é introduzido um gás a baixa pressão. O gás mais usual para pulverização catódica é o argônio, embora outros gases, como o xenônio e kriptônio possam ser usados também. Quando a descarga luminescente é iniciada, íons positivos incidem no alvo e removem principalmente átomos neutros por transferência de momentum, e estes átomos condensam no anodo formando o filme fino desejado.

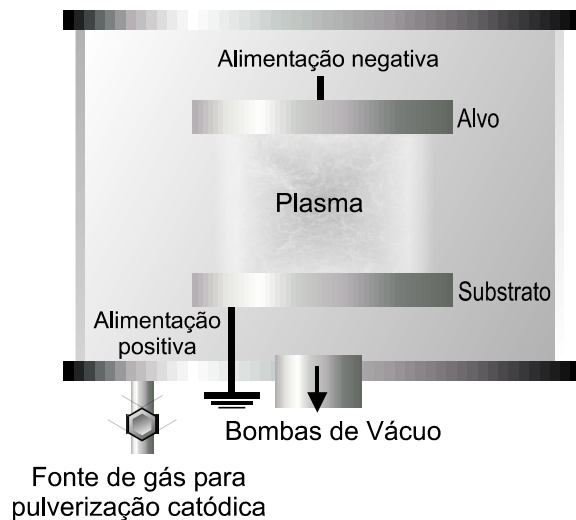


Figura 1 – Diagrama esquemático do sistema de *sputtering* semelhante ao utilizado neste experimento.

## RELATÓRIO

- I – Introdução** – Destaque os objetivos e a motivação deste experimento ilustrando várias aplicações.
- II – Descrição do procedimento** – descreva como o experimento foi realizado, fornecendo informações de dados utilizados.
- III - Resultados** – demonstre teoricamente como se obtém a equação 1 e determine, a partir dela, o valor esperado para a espessura do filme depositado. Obtenha outra expressão mais genérica usando a massa e a densidade do material (para qualquer material) como parâmetros e não as dimensões do fio. A espessura do filme será determinada experimentalmente pelo próprio professor ou monitor e será utilizada para verificar o resultado obtido pelos alunos.
- IV - Discussões dos resultados** - Faça uma descrição detalhada dos mecanismos de formação de filmes finos (processo de nucleação – consultar literatura especializada).
- V – Conclusões**

### Bibliografia:

1. Tadatsugu Itoh, I on beam assisted film growth (Elsevier, 1989)

## Experimento 2

### SISTEMA DE VÁCUO

(Bomba Difusora em série com Bomba Mecânica)

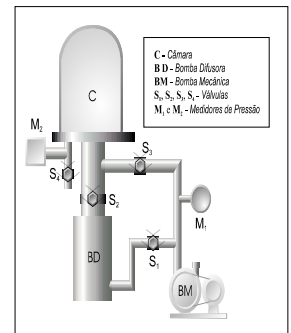
*Neste roteiro, veremos a seqüência padrão de operação de um sistema de vácuo constituído de uma bomba mecânica e uma bomba difusora. As etapas envolvidas na operação, desde o início do uso do sistema até o desligamento do sistema, devem ser seguidas ao longo do curso de acordo com as regras aqui estabelecidas.*

**1a. Etapa** – Geralmente todas as válvulas de um sistema de vácuo estão fechadas quando o sistema está desligado. Muitas vezes também temos de trabalhar dentro da câmara para colocar amostras, material de evaporação, etc., de forma que no início devemos colocar o sistema bomba mecânica (BM) e bomba difusora (BD) em funcionamento antes de fazermos vácuo na câmara. Assim, a primeira etapa é ligar a BM, e abrir a válvula  $S_1$ .

**2a. Etapa** – Em seguida devemos ligar o sistema de refrigeração da BD. Normalmente o sistema de refrigeração é constituído ou de uma ventoinha ou de uma corrente de água que circula em uma tubulação em volta da bomba difusora. Somente após verificar que o sistema de refrigeração está funcionando, deve ser ligada a BD, que leva cerca de 20-30 minutos para entrar em regime. Neste ponto temos o sistema de vácuo operando normalmente e podemos utilizá-lo para fazer vácuo na câmara. Observe que as etapas 1 e 2 podem ser realizadas mesmo sem a câmara no lugar.

**3a. Etapa** – A válvula  $S_2$  só pode ser aberta quando a pressão na câmara for menor do que  $\sim 10^{-1}$  Torr, pois ela não funciona bem para pressões maiores. Para isto utilizamos a BM para alcançar esta pressão. Fazemos isto fechando a válvula  $S_1$  (apenas por alguns minutos) e abrimos a válvula  $S_3$ . Quando a pressão na câmara for menor que  $10^{-1}$  Torr, fechamos a válvula  $S_3$  e abrimos a válvula  $S_1$ . Em seguida abrimos  $S_2$ . Após alguns minutos já devemos ligar o medidor de alto-vácuo. Em alguns minutos a pressão deve se aproximar de  $10^{-4}$  Torr, mas pode levar horas para atingir pressões próximas a  $10^{-6}$  Torr.

**4a. Etapa** - Quando queremos realizar uma operação qualquer dentro da câmara, temos de colocá-la na pressão atmosférica. Para isso fechamos primeiramente  $S_2$  e em seguida abrimos  $S_4$ .  $S_1$  continua aberta e  $S_3$  fechada. Aguardar que a pressão aumente até a pressão



**Figura 1** - diagrama esquemático de um sistema de vácuo convencional constituído de uma bomba mecânica e uma bomba difusora.

atmosférica, e então a câmara pode ser aberta e as operações desejadas podem ser realizadas.



Duas **observações** que "jamais poderão ser esquecidas":

- **Primeira:** nunca abra  $S_4$  com  $S_2$  aberta, pois o óleo e as partes internas da BD ficarão oxidados.
- **Segunda:** jamais abra  $S_3$  com a câmara em alto vácuo, pois o óleo da BM irá para a câmara e BD. Lembre-se que do lado esquerdo de  $S_3$  existe uma pressão de  $\sim 10^{-6}$  Torr e do lado direito  $\sim 10^{-2}$  Torr. Esta diferença de pressão é que provoca o fluxo de óleo da BM para a câmara ao abrir a torneira  $S_3$ .

**5a. Etapa** - Após o término da operação na câmara, temos de evacuá-la novamente. Para isto, fechamos  $S_4$  e em seguida realizamos o procedimento descrito na etapa 3.

**6a Etapa** – Para desligar o sistema, primeiramente fechamos a válvula  $S_2$ , desligamos a BD e aguardamos cerca de meia hora para que o óleo da BD se resfrie. Observe que durante este tempo  $S_1$  continua aberta e,  $S_2$  e  $S_3$  fechadas. Em seguida  $S_1$  deve ser fechada e a BM, desligada. Após desligar a BM, "imediatamente" abra V para o ar entrar na BM.

### Experimento 3

## VELOCIDADE DE BOMBEAMENTO DE UMA BOMBA MECÂNICA

### Introdução

O objetivo deste experimento é determinar a velocidade de bombeamento de uma bomba mecânica de palhetas rotativas. Dois métodos deverão ser usados. O primeiro estabelecendo-se uma corrente molecular  $Q$  e medindo-se a pressão  $P$  na boca da bomba. O segundo método lançará mão da medida do decaimento da pressão numa câmara de vácuo bombeada pela bomba mecânica. Todos os conceitos envolvidos estão detalhados na apostila do curso e nos livros textos sugeridos. Muito cuidado com as unidades!

### Experimento

#### a) Determinação da velocidade de bombeamento pelo método da corrente molecular de gás

Para este experimento utilize a montagem experimental descrita na figura 1.

**Fluxo (S):** O fluxômetro de esfera preso ao sistema mede o fluxo  $S$  de gás em  $\text{cm}^3/\text{min}$ , nas condições normais de temperatura e pressão, CNTP. Por exemplo, se a leitura do fluxômetro for igual a 10, teremos um fluxo de  $10 \text{ cm}^3/\text{min}$  na pressão externa do local (em Campinas, a pressão é de 715 Torr). O fluxo  $S$  depende da pressão, portanto ela é diferente para cada ponto do sistema. Veja a seguir como fazer correções em função da pressão atmosférica local.

**Corrente molecular (Q):** A corrente molecular de gás é definida como  $Q = P \cdot S$ , portanto  $Q$  é dado em unidades de  $[\text{pressão}] \times [\text{volume}] / [\text{tempo}]$ . No exemplo acima (se a pressão externa for de 1 atmosfera), teremos  $Q = 1 \text{ atm} \times 10 \text{ cm}^3/\text{min} = 10 \text{ atm} \cdot \text{cm}^3/\text{min}$ . **A corrente molecular se conserva** ao longo do percurso.

Assim, tomando a pressão atmosférica em Campinas como 715 Torr, podemos corrigir o valor do fluxo que passa no fluxômetro, uma vez que pressão em Campinas não é igual a 1 atm. Assim, se o fluxômetro mede  $10 \text{ cm}^3/\text{min}$  na pressão de Campinas, então o fluxo nas CNTP (760 Torr) será:

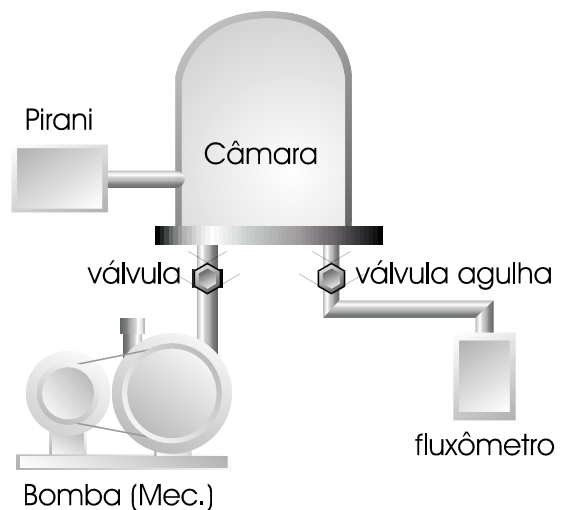


Figura 1: Montagem experimental.

$$760 \times S_{CNTP} = 715 \text{ Torr} \times S_{715} = 715 \text{ Torr} \times 10 \text{ cm}^3 / \text{min}$$

ou

$$S_{CNTP} = \frac{715}{760} \times 10 = 9,4 \text{ cm}^3 / \text{min}$$

**Velocidade de bombeamento (S):** A velocidade de bombeamento é dada pelo fluxo  $S$  de gás que passa pelas bombas, ou seja, unidades de [volume/tempo], e é determinado em função da pressão. Como  $Q$  se conserva ao longo da tubulação (ou seja, ele tem o mesmo valor em qualquer parte do sistema onde o gás está passando, independente da pressão local) a velocidade de bombeamento  $S$  na entrada da bomba é dada por  $S = Q/P$ , onde  $P$  é a pressão na entrada da bomba (conectada à câmara de vácuo). Como a condutância do tubo que conecta a bomba à câmara é alta, podemos considerar a pressão na boca da bomba como sendo a mesma na câmara.

Estabelecendo então diversos valores de vazão de massa com a válvula agulha na entrada da câmara de vácuo, e lendo a pressão correspondente no medidor Pirani digital, pode-se determinar a velocidade de bombeamento da bomba,  $S$ , para vários valores de  $P$  empregando a equação acima. (Para cada valor de  $Q$ , deve-se esperar tempo suficiente para a pressão atingir o valor de equilíbrio).

Com os dados, levante os gráficos  $Q \times P$  e  $S \times P$ . Tome muito cuidado com as unidades das grandezas em jogo. Discuta o comportamento (linear, exponencial, etc.) de  $S$  em função de  $P$ . Se o intervalo de  $Q$  e  $P$  fosse maior, o que seria de se esperar?

## b) Determinação do volume da câmara

Para se obter a velocidade de bombeamento da câmara seguindo o processo do item c (ver abaixo) é necessário conhecermos o volume  $V$  da câmara. Para isso, deve-se adotar o seguinte procedimento: Reduzir a pressão da câmara utilizando a bomba de vácuo. Fecham-se as válvulas do sistema de vácuo e estabelece-se um pequeno fluxo de gás através do fluxômetro, a pressão na câmara vai aumentar gradativamente, e, dado tempo suficiente, atingirá a pressão atmosférica (Obs: este tempo pode ser muito longo, de forma que basta realizar o experimento até uma certa pressão, não sendo necessário atingir a pressão atmosférica). Como a impedância do tubo que liga o fluxômetro à câmara é muito grande, durante um grande intervalo de pressões o fluxo de gás é constante. Nessas condições, da equação dos gases perfeitos,  $PV = N \cdot k \cdot T$ , podemos escrever:

$$V \frac{dp}{dt} = kT \frac{dN}{dt} = Q$$

uma vez que o volume da câmara é constante. A segunda igualdade dessa equação vem da definição de corrente molecular. Na situação em que  $Q$  é constante, obtemos:

$$P = P_0 + \frac{Q}{V}t$$

de modo que um gráfico de  $P \times t$  deve resultar em uma linha reta com coeficiente angular dado por  $Q/V$ . Estabelecendo-se  $Q$ , obtém-se  $V$ , que pode então ser utilizado para obter  $S$  (item c abaixo).

### c) Medida de $S$ pelo decaimento da pressão na câmara de vácuo.

A velocidade de bombeamento pode ser determinada também através da medida do decaimento da pressão na câmara de vácuo à medida em que ela é bombeada. Se não existe fluxo de gás para dentro da câmara e ela é conectada à bomba mecânica em um determinado instante de tempo, então a pressão  $P$  decai com o tempo  $t$  de bombeamento de acordo com a expressão

$$P = P_0 e^{-\left(\frac{S}{V}\right)t}$$

onde  $P_0$  é a pressão inicial na câmara,  $S$  é a velocidade de bombeamento e  $V$  é o volume da câmara (determinado no item b).

Fechando-se a válvula agulha, de modo a não se ter fluxo de gás para dentro da câmara, e colocando-a à pressão atmosférica, pode-se iniciar o bombeamento abrindo a válvula que conecta a câmara à bomba, e simultaneamente, passando a medir o tempo. Anotando-se a pressão em função do tempo até a câmara atingir a mais baixa pressão possível de ser atingida com a bomba disponível, pode-se construir um gráfico de  $\ln(P/P_0)$  x  $t$ . O coeficiente angular da parte linear do gráfico dá a razão  $S/V$ .

### Observações:

- 1) Unidades:  $S$  em [volume] / [tempo]  
 $Q$  em [pressão] x [volume] / [tempo]

$$Q = SP$$

- 2) A leitura do fluxômetro está calibrada para fornecer valores nas CNTP. Assim, se o fluxômetro marcar o valor 10, por exemplo, teremos  $Q = 10 \text{ atm.cm}^3/\text{min}$  (se a pressão no fluxômetro estiver em 1 atmosfera), e  $S = Q/P = 10 \text{ cm}^3/\text{min}$ .

## RELATÓRIO

**I – Introdução** – destaque os objetivos e a motivação para o estudo do experimento.

**II – Descrição do procedimento** – descreva como fez o experimento com informações de dados utilizados.

**III - Resultados** - Apresente os resultados em tabelas de forma clara com unidades e descrição dos parâmetros utilizados. Qual o volume da câmara? Apresente todos os gráficos pertinentes. Parte a:  $Q \times P$  e  $S \times P$ ; Parte b:  $P \times t$ ; parte c:  $P \times t$

**IV - Discussões dos resultados** - Como se compara os valores de  $S$  obtidos pelo dois métodos? Como se explica que parte do gráfico  $\ln(P/P_0)$  não é linear? É possível estimar a influência da impedância do tubo que liga a bomba à câmara na medida de  $S$ ? Obs. É comum expressarmos a velocidade de bombeamento de bombas mecânicas em  $\text{m}^3/\text{h}$ , sendo assim apresente os resultados finais nesta unidade.

**V – Conclusões** – apresente as principais conclusões



## Experimento 4

# CONDUTÂNCIA DE TUBOS DE VÁCUO

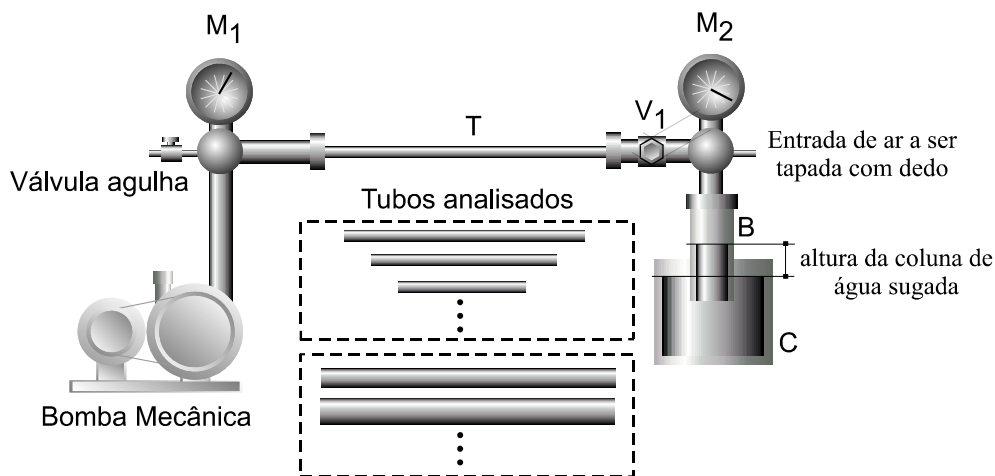
## Introdução

Todo tubo apresenta uma resistência à passagem de gás. É fácil imaginar que essa resistência será tanto maior quanto mais longo for o tubo e quanto menor o seu diâmetro. Assim, o efeito que um tubo tem na passagem de um fluxo de gás é análogo ao efeito de um resistor na passagem da corrente elétrica. Por causa dessa analogia, chamamos a resistência do tubo de impedância, que denotaremos com a letra  $Z$ . Por uma questão de hábito, é mais comum em tecnologia de vácuo se falar em condutância  $C$  de um tubo; sendo esta, evidentemente, o inverso da impedância.

Em geral, a condutância de um dado tubo depende do seu comprimento  $L$ , do seu diâmetro  $D$ , das pressões  $P_1$  e  $P_2$  nas suas extremidades e da massa molecular  $M$  do gás e sua temperatura  $T$ . Não existe uma fórmula única para se determinar a condutância de um dado tubo. Temos diferentes fórmulas dependendo da pressão média do gás no tubo e das dimensões do tubo. Para pressões altas, próximas à atmosférica, essas expressões podem ser bastante complicadas, ao passo que à medida que a pressão média diminui, as expressões tomam-se mais simples. O objetivo da presente experiência é medir a condutância de alguns tubos, e comparar os valores medidos com os calculados pelas fórmulas dadas na apostila do curso.

## Experimento

A figura abaixo esquematiza o sistema experimental que deverá ser usado.



onde  $M_1$  e  $M_2$  são medidores de vácuo tipo Bourdon,  $V_1$  = válvula agulha,  $T$  = tubo cuja condutância deve ser medida,  $B$  = seringa graduada invertida,  $C$  = béquer com água colorida.

Se  $V_1$  estiver aberta e a bomba estiver funcionando, temos uma corrente molecular  $Q$  passando pelo tubo, e podemos medir uma diferença de pressão entre suas extremidades através dos medidores  $M_1$  e  $M_2$ . Se medirmos a quantidade de gás que passa por unidade

de tempo pelo tubo, podemos determinar a condutância de um tubo experimentalmente utilizando a expressão:

$$C = \frac{Q}{\Delta P} \quad \text{onde} \quad \Delta P = P_2 - P_1$$

que é a própria definição de condutância do tubo.

Para determinar  $Q$ , lançamos mão da seringa graduada e do béquer com água colorida. Fechando com o dedo a entrada indicada, o ar passará a ser sugado pela bomba através do tubo "T" designado por A na figura. Isso faz com que suba uma coluna de água na seringa graduada. Medindo o tempo para que uma determinada altura de coluna seja sugada, podemos determinar o volume de ar sugado nesse tempo, e, portanto, o fluxo de ar. Para transformar isso em corrente molecular, basta usar a expressão  $Q = P_a \cdot \text{fluxo}$ , onde  $P_a$  é a pressão atmosférica em Campinas, 715 Torr e o **fluxo** é dado por unidade de [volume]/[tempo].

Utilizando esse procedimento:

a) determine a condutância de tubos de diferentes diâmetros em função da pressão média entre suas extremidades. Faça diversas medidas de  $\Delta P$  x  $Q$ , determine  $C$  a partir desses dados, e faça um gráfico de  $C$  x  $P_{\text{médio}}$  para os tubos em um mesmo gráfico ( $P_{\text{médio}} = (P_2 + P_1) / 2$ ). Ajuste uma reta a esses dados. Ela passa pela origem ?

b) determine a condutância de alguns tubos com mesmo diâmetro mas em função do comprimento do tubo. Repita o procedimento do item a.

c) Compare os dados experimentais obtidos acima com valores teóricos de  $C$  calculados através das expressões dadas na apostila. Para isto primeiro determine que tipo de escoamento ocorre nos tubos usados no experimento e leve em conta estas condições de escoamento para determinar quais expressões usar para essa comparação com os dados experimentais. Estime a influência na medida das mangueiras que ligam os tubos aos demais elementos da montagem.

d) Quando você faz a medida de  $Q$ , temos uma coluna de água que cresce com o tempo. Qual a influência que essa coluna tem na determinação de  $Q$  ?

## Tratamento dos dados

**1) Tubos em paralelo** - Utilizando a equação de associação em paralelo entre tubos (com mesmo comprimento, mas de diâmetros diferentes), e sendo  $C_0$  a condutância por unidade de área, podemos escrever que a condutância de um tubo de área  $A$  é dada por

$$C_A = A C_0$$

Obtenha, a partir desta equação, uma outra equação de condutância em função do diâmetro do tubo. Determine como obter um gráfico linearizado desta expressão utilizando os dados experimentais (ou seja, escolha quais devem ser os eixos  $x$  e  $y$  para que o resultado seja, teoricamente, uma reta). Para isto escolha uma pressão fixa e comum aos gráficos obtidos no item **a** do experimento e faça interpolações para determinar os valores da condutância para a pressão escolhida (uma vez que no experimento é muito difícil escolher a pressão média desejada). Obtenha  $C_0$  a partir do gráfico utilizando regressão linear.

**2) Tubos em série** - Utilizando a equação de associação de tubos em série (com mesmo diâmetro mas de comprimentos diferentes), e sendo  $1/C_0$  o inverso da condutância por unidade de comprimento, podemos escrever que a condutância de um tubo de comprimento  $L$  é dado por

$$\frac{1}{C} = L \frac{1}{C_0}$$

Represente os dados experimentais em um gráfico,  $1/C$  vs.  $L$ , verificando que o resultado deve ser uma reta. Semelhante ao item 1 acima, escolha uma pressão fixa e comum aos gráficos obtidos no item **a** do experimento e faça interpolações para determinar os valores de  $1/C$  para a pressão escolhida. Obtenha  $1/C_0$  a partir do gráfico utilizando regressão linear (ou mesmo fazendo um ajuste visual dos pontos obtidos)

---

## RELATÓRIO

**I – Introdução** – destaque os objetivos e a motivação para o estudo do experimento

**II – Descrição do procedimento** – descreva como fez o experimento com informações de dados utilizados.

### **III - Apresentação dos resultados**

- a) Apresente as tabelas para todos os tubos estudados.
- b) Faça um gráfico (Condutância vs. Pressão) colocando juntos todos os valores da condutância dos tubos de mesmo diâmetro e comprimentos diferentes e outro gráfico com todos os tubos de mesmo comprimento mas com diâmetros diferentes.
- c) Apresente os dois gráficos solicitados nos itens 1 e 2 do tratamento de dados (ver roteiro), e mostre, nos gráficos do item b) acima, os valores da pressão e condutância utilizados para a montagem destes dois gráficos.

### **IV - Discussões dos resultados** – discuta os resultados obtidos

### **V – Conclusões** – apresente as principais conclusões

## Experimento 5

### *CRIOSSORÇÃO EM ZEOLITA E CARVÃO ATIVADO*

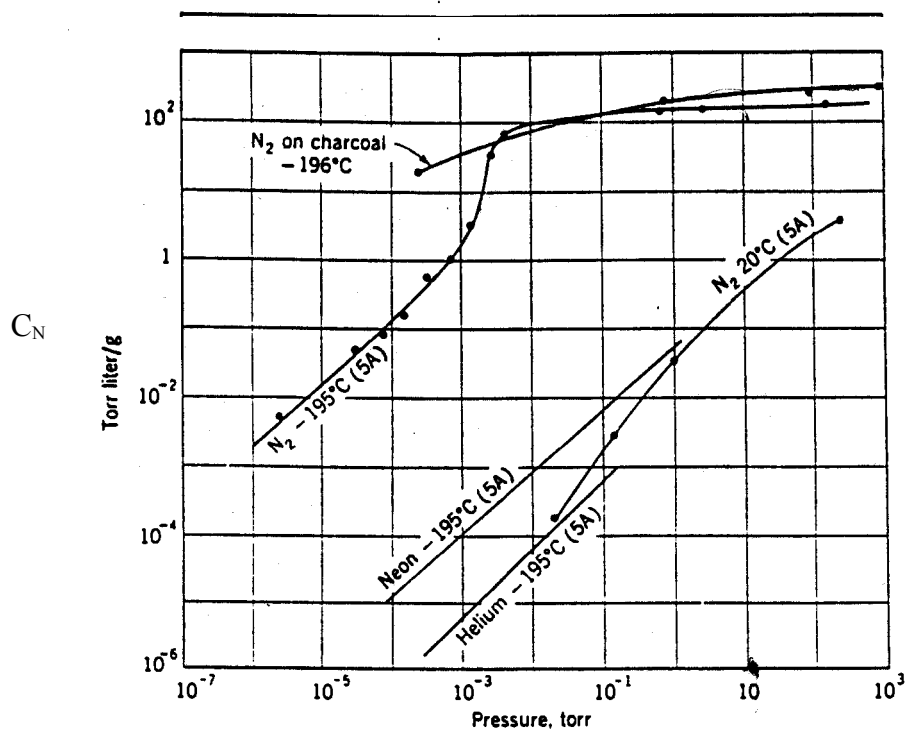
#### Introdução

Certas substâncias, como as zeolitas e carvão, têm uma superfície interna muito grande, e por isso são muito úteis no bombeamento criogênico (ou em temperatura ambiente) de gases. Alguns tipos de zeolitas e de carvões minerais ou vegetais chegam a ter centenas de metros quadrados de área interna por grama.

A propriedade adsorvente de um determinado material é caracterizada por sua isoterma de adsorção, que fornece, para uma dada temperatura de adsorção, a relação entre pressão e quantidade do gás adsorvida. Frequentemente, essa quantidade é expressa em Torr.litro/grama (nas CNTP) de adsorvente (ver figura 1), que chamaremos de  $C_N$ .

A figura 1 mostra exemplos de isotermas de adsorção para alguns gases adsorvidos em zeolite e em carvão ativado.

Massas: Zeolita =        g  
Carvão=            g



*Figura 1. Isotermas de adsorção para N<sub>2</sub>, Ne e He adsorvidos em zeolite artificial (Linde tipo 5A) e para N<sub>2</sub> em carvão ativado*

Quando uma monocamada de gás é adsorvida, a área interna por grama do material A, pode ser calculada pela expressão:

$$A = N \frac{d^2}{m}$$

onde **N** é o número de moléculas adsorvidas, **d** o diâmetro da molécula adsorvida e **m** a massa do material adsorvente.

O objetivo da presente experiência é o de estudar a adsorção de ar, que é composto essencialmente de N<sub>2</sub> e O<sub>2</sub>, por zeolita Linde 5A e por carvão mineral pelletizado.

## Experimento

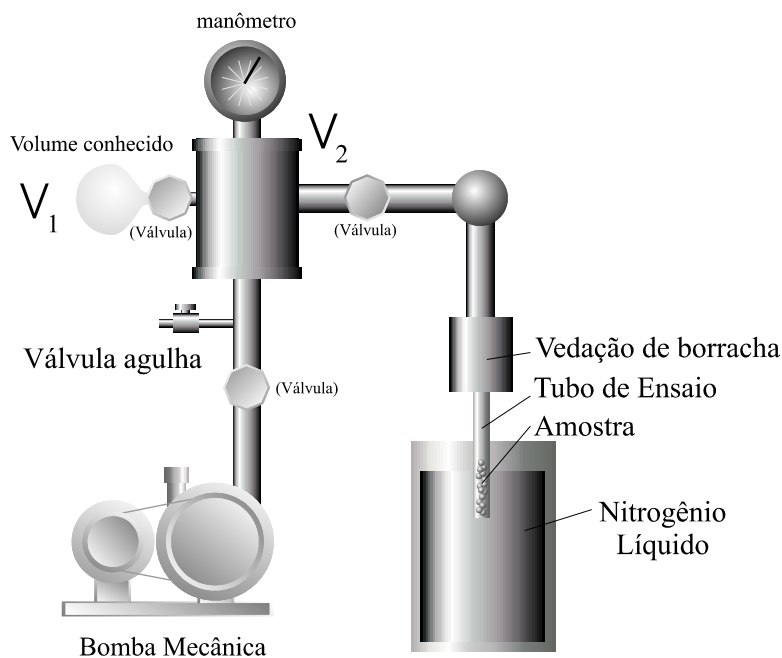
A figura 2 esquematiza a montagem experimental a ser usada:

O sistema consiste de uma câmara de aço inox ligada por válvulas a um volume calibrado, a um manômetro tipo Bourdon, a uma válvula agulha e a uma bomba mecânica e, finalmente, a um tubo de quartzo que contém a substância adsorvente.

Faça o experimento seguindo o roteiro abaixo:

**1) Determinação do volume da câmara.** Isso pode ser feito colocando-se uma pressão conhecida no volume calibrado, fechando a válvula que o liga à câmara, evacuando a câmara (P= 0 neste manômetro) e fazendo uma expansão isotérmica. Lendo as pressões inicial e final determina-se o volume desejado.

**2) Ativação da substância adsorvente.** Isto é conseguido aquecendo-se o tubo com um aquecedor conveniente (que pode ser um soldador ou um soprador de ar quente) enquanto o tubo está sendo evacuado com a bomba de vácuo. Após a ativação (cerca de 30 minutos), o tubo deve ser isolado, sob vácuo, do resto do sistema.



*Figura 2 – sistema utilizado para o estudo da adsorção de gases por substâncias adsorventes.*

3) **Adsorção de ar pela substância adsorvente.** Isola-se então a câmara da bomba de vácuo e, através da válvula agulha, admite-se uma certa quantidade de ar dentro da câmara. Sugerimos começar com uma pressão de 45 mbar. Coloca-se o tubo dentro do nitrogênio líquido, espera-se o equilíbrio térmico (10 minutos é suficiente), e faz-se a expansão do gás para o tubo. Ao entrar em contacto com a substância adsorvente ativada, o gás é adsorvido, e a pressão do sistema é abaixada. Como a superfície interna é muito grande, nessa primeira adsorção a pressão cairá a valores próximos de zero na escala do manômetro Bourdon. Repita novamente o processo até obter uma pressão diferente de zero (geralmente na segunda tentativa). Deve-se então repetir o procedimento, até o limite de leitura de pressão do manômetro Bourdon, e obter assim outros pontos da isoterma. Com as variações de pressão medidas, utilizando a equação de estado dos gases ideais, calcula-se a quantidade de gás adsorvida que está em equilíbrio com a fase gasosa na pressão medida. **Este par  $N \times P$  é um ponto da isoterma de adsorção da substância na temperatura do nitrogênio líquido (  $-196^{\circ}\text{C}$ ).** A partir de  $N$  obtenha um parâmetro mais usado, o qual denotaremos por  $C_N$  dado em unidades de [pressão]x[volume]/[massa], (veja figura 1), que é obtido através da razão  $P.V/m$ , onde  $P$  = pressão atmosférica,  $V$  o volume que as moléculas adsorvidas ocupariam nas CNTP e  $m$  a massa do adsorvente. Demonstre que:

$$C_N = V_c \frac{(P_0 - P_{eq})}{m}$$

Onde

$V_c$  = Volume da câmara

$P_0$  = Pressão inicial na câmara

$P_{eq}$  = Pressão de equilíbrio, ou pressão final

$m$  = massa do material adsorvente

Lembrando que no gráfico da isoterma apresentado no início deste roteiro (figura 1) a quantidade de gás é dada em termos de Torr.litro/grama (nas condições normais de temperatura e pressão - CNTP), para se comparar os dados experimentais com os obtidos aqui deve-se usar o volume a  $0^{\circ}\text{C}$ . Esse procedimento deve ser feito com a zeolita e com uma amostra de carvão. Com os dados de saturação, e sabendo que o diâmetro da molécula de  $N_2$  é 3,7 Å, calcule a área interna por unidade de massa para cada amostra assumindo que a superfície interna do adsorvedor está saturada com uma monocamada de gás. Faça uma análise crítica indicando possíveis causas de discrepâncias com os dados da literatura.

---

## RELATÓRIO

**I – Introdução** – destaque os objetivos e a motivação para o estudo deste experimento

**II – Descrição do procedimento** – descreva como o experimento foi realizado com informações de dados utilizados.

### **III - Apresentação dos resultados**

- 1) Volume da câmara
- 2) Tabela contendo as pressões de equilíbrio, a quantidade de moléculas adsorvida até esta pressão e o parâmetro  $C_N$  ( $P.V/m$ , ver roteiro) para carvão e zeolita (mostre os cálculos de  $C_N$ ).
- 3) Curva da isoterma  $C_N \times P_{eq}$  (ver figura 1) para carvão e zeolita. Compare seus resultados com os das curvas fornecidas no início do roteiro.
- 4) Área interna por unidade de massa das substâncias utilizadas

### **IV - Discussões dos resultados**

### **V – Conclusões**



# Experimento 6

## PREPARAÇÃO DE SEMICONDUTORES

### Introdução

Semicondutores como silício, arseneto de gálio e germânio, entre outros, são importantes para a eletrônica e microeletrônica. O estudo de semicondutores corresponde a uma área extremamente importante na física uma vez que estes materiais são utilizados em larga escala em várias áreas de ciência e tecnologia. Eles são utilizados em vários componentes eletrônicos como em diodos, transistores, microprocessadores, lasers, leds, células solares, detectores de luz e muitas outras aplicações. Neste experimento trabalharemos com uma classe especial de semicondutores, os chamados semicondutores amorfos. Estes materiais podem ser fabricados por muitas técnicas e são geralmente películas muito finas, tipicamente entre 0.1 e 10  $\mu\text{m}$ . A preparação e medida de algumas características destes materiais permitirão ao aluno ter uma idéia de algumas propriedades gerais de um semicondutor. Após a preparação do filme o aluno fará uma medida de transmissão. Para isto, poderá ser utilizado o espectrofotômetro do laboratório do Instituto de Física.

Neste experimento os alunos farão uma deposição de um semicondutor amorfo pela técnica de sputtering (ou pulverização catódica), que é uma das técnicas mais importantes para a deposição de filmes finos de maneira geral. Por questões técnicas utilizaremos sputtering DC, que usa uma tensão contínua, e germânio cristalino como alvo. Para maiores informações sobre a técnica de sputtering e operação do sistema de vácuo veja o roteiro do primeiro experimento utilizando este sistema de vácuo.

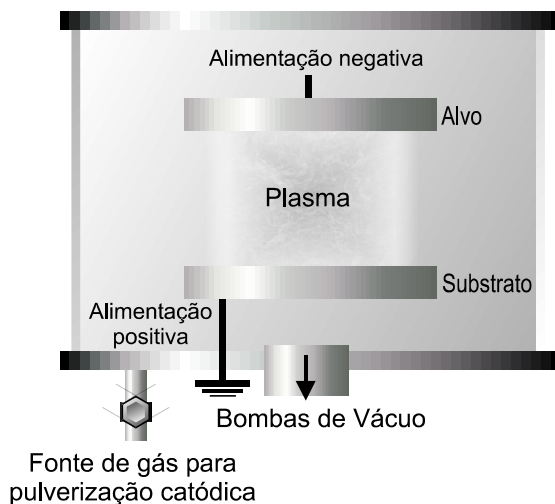


Figura 1 – Diagrama esquemático do sistema de sputtering semelhante ao utilizado neste experimento.

A Fig. 1 mostra um esquema simplificado de um sistema de pulverização catódica, que descreve bem a montagem experimental de nosso laboratório. Tipicamente, o "alvo", que é

uma placa de material a ser depositado ou do material do qual um filme deverá ser sintetizado, é ligado ao terminal negativo (catodo) de uma fonte de alta tensão. O substrato onde se quer depositar o filme (anodo) é colocado em um suporte que é ligado ao outro terminal da fonte de alta tensão. Usualmente, este terminal está aterrado. Para iniciar e manter a descarga é introduzido um gás a baixa pressão, usualmente no intervalo de pressão de mTorr. O gás mais usual para pulverização catódica é o argônio, embora outros gases, como o xenônio e kriptônio possam ser usados também.

Quando a descarga luminescente é iniciada, íons positivos incidem no alvo e removem principalmente átomos neutros por transferência de momentum, e estes átomos condensam no anodo formando o filme fino desejado. A taxa de pulverização catódica (sputtering yield) é definida como a razão entre o número de átomos ejetados da superfície por íon incidente, e é uma das grandezas mais importantes no processo de pulverização catódica. Existe um limiar inferior para esta taxa, que corresponde, grosso modo, à energia equivalente ao calor latente de sublimação do material do alvo. No intervalo prático de energias utilizadas em pulverização catódica (entre 10 e 5000 eV), esta taxa aumenta com a energia do íon incidente, ou seja, com a voltagem entre catodo e anodo.

## Experimento

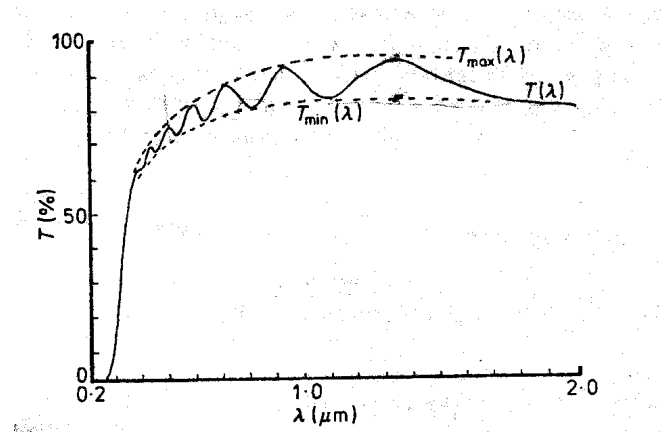
Neste experimento o aluno fará a deposição de um filme fino de germânio amorfo, seguindo o seguinte roteiro.

- 1) Nesta etapa o aluno seguirá o roteiro para a operação de um sistema de vácuo convencional composto de bomba mecânica e bomba difusora (procedimento descrito no primeiro experimento com o sistema e na apostila, página 45).
- 2) Abrir o sistema e colocar o alvo de germânio no eletrodo superior, e os substratos no eletrodo inferior (aterrado). Corte o substrato com a ponta de diamante, deixando-o com aproximadamente 1 cm x 2 cm.
- 3) Fazer vácuo no sistema até um valor próximo de  $10^{-5}$  Torr (para nossos propósitos este valor não é crítico, mas em tecnologia de semicondutores ele é decisivo na qualidade do material)
- 4) Colocar argônio na câmara até uma pressão de cerca de  $4-8 \times 10^{-2}$  Torr.
- 5) Aplicar 2000 V (observe a criação do plasma de argônio) e faça a deposição do filme por cerca de 40 minutos.
- 6) Após a deposição do filme, aguarde uns 20 minutos para resfriar a câmara e retire o filme depositado sobre o vidro.
- 7) Feche o sistema e faça vácuo novamente apenas com a bomba mecânica.
- 8) Desligue o sistema completo seguindo o roteiro para tal.
- 9) Utilize o filme depositado para realizar as medidas do índice de refração, espessura, taxa de crescimento ( $= (\text{espessura do filme})/(\text{tempo de deposição})$ , em Å/s) e a banda proibida do semicondutor, em eV (seguir instruções no apêndice)

PS.: O experimento deverá ser acompanhado pelo monitor ou pelo professor.

## APÊNDICE

As medidas de transmissão serão realizadas com o técnico Costa no laboratório de Óptica do IFGW (Lab 22, com o técnico Costa, fone 3788 5304 ou ramal 75111). Para estas medidas é necessário o uso de um substrato de referência (o mesmo substrato utilizado mas sem nenhum filme depositado). Assim, realize a medida (simultaneamente ou um por vez). Coloque o filme na face frontal. Obtenha uma **curva de transmissão versus comprimento de onda** da luz incidente na faixa apropriada (em nosso caso entre 800 nm a 3200 nm). A curva terá um aspecto semelhante ao da figura abaixo.



Nesta figura já estão incluídas as envoltórias (traçadas manualmente, ou por software) representando a transmissão máxima ( $T_{max}$ ) e mínima ( $T_{min}$ ) que são utilizados pelo modelo de Manifacier (*Journal of Physics E: Scientific Instruments* 1976 Volume 9, página 1002) para o cálculo do índice de refração e da espessura do filme.

:

**ÍNDICE DE REFRAÇÃO** - O índice de refração  $n$  pode ser obtido pela equação abaixo (ver artigo acima)

$$n = \left[ N + \left( N^2 - n_0^2 n_1^2 \right)^{\frac{1}{2}} \right]^{\frac{1}{2}}$$

onde

$$N = \frac{(n_0^2 + n_1^2)}{2} + 2n_0n_1 \frac{(T_{\max} - T_{\min})}{T_{\max} T_{\min}}$$

$n_0 = 1$  (índice de refração do ar)

$n_1 = 1.5$  (índice de refração do vidro)

Obs: T varia entre 0 e 1 (e não entre 0 e 100)

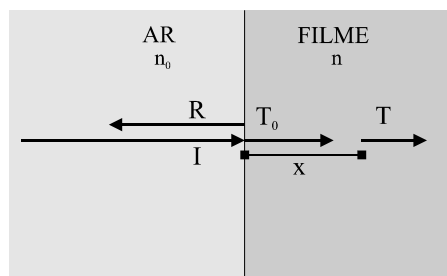
**ESPESSURA** - a espessura  $t$  pode ser obtida pela equação:

$$t = \frac{\lambda_1 \lambda_2}{2n(\lambda_2 - \lambda_1)}$$

onde  $\lambda_1$  e  $\lambda_2$  correspondem aos comprimentos de onda de dois máximos ou dois mínimos consecutivos.

**BANDA PROIBIDA** - Em semicondutores amorfo a banda proibida não é bem determinada e por isto existem algumas definições diferentes. Entre elas uma que é bastante utilizada (e fácil de ser obtida), é conhecido como  $E_{04}$ , que corresponde à energia para o qual o coeficiente de absorção do material é de  $10^4 \text{ cm}^{-1}$ . Neste experimento determine esta energia e mostre-a no gráfico obtido. Para isto é necessário o cálculo do coeficiente de absorção.

Para a definição do coeficiente de absorção considere a figura ao lado que representa a interface entre o filme e o meio ambiente.



Onde  $I$  é a intensidade da luz incidente,  $R$  a parte refletida e  $T_0$  a parte transmitida na superfície.  $T$  é a intensidade da transmissão numa distância  $x$  da interface. O coeficiente de absorção  $\alpha$  pode ser definido pela expressão:

$$T = T_0 e^{-\alpha x}$$

No nosso caso a expressão seria mais complicada devida à interface do filme com o substrato. Entretanto podemos utilizar esta expressão como boa aproximação para o cálculo do coeficiente de absorção e consequentemente do  $E_{04}$ , para isto use  $x$  = espessura do filme. Para isto ainda precisamos conhecer  $T_0$ :

$$T_0 = I - R$$

$$R = \left( \frac{n - n_0}{n + n_0} \right)^2$$

Se realizarmos a medida com referência (substrato sem filme depositado), então  $I = 1$ , podemos então determinar  $R$  e assim obter  $T_0$ , sendo  $T$  o valor experimental obtido na medida. Obs: Nas equações acima  $T$ ,  $I$ ,  $R$  e  $T_0$  variam entre 0 e 1, onde 1 corresponde a 100%.

Obs.:

$T$ ,  $T_0$ ,  $I$  e  $R$  variam entre 0 e 1 (e não entre 0 e 100)

$\lambda(\text{\AA}) = 12,4 / E \text{ (keV)}$

## RELATÓRIO

**I – Introdução** – Destaque os objetivos e a motivação para o estudo do experimento.

**II – Descrição do procedimento** – descreva como fez o experimento com informações de dados utilizados.

**III – Resultados:**

- Descreva os dados experimentais obtidos.
- Determine o índice de refração (para  $\lambda = 2000\text{nm}$ ), a espessura, a taxa de crescimento e a banda proibida do filme.
- Apresente os gráficos pertinentes e mostre, nos gráficos, TODOS os valores adotados nos cálculos.
- Obtenha também uma curva de Transmissão vs. Energia (utilizando o resultado obtido no laboratório de ótica L-22) e mostre no gráfico obtido o valor de  $E_{04}$ .

**IV - Discussões dos resultados**

**V – Conclusões**

## EXPERIMENTO 7

### VÁCUO ULTRA-ALTO

#### Introdução

As atividades desta aula constarão de uma visita ao Laboratório Nacional de Luz Síncrotron – LNLS (Campinas, SP). Este é o único síncrotron do hemisfério Sul. O objetivo principal é a observação do uso de vácuo ultra-alto, que neste caso é utilizado dentro das cavidades do acelerador. Serão demonstrados: o processo de manufatura das peças; os cuidados necessários para a obtenção e manutenção de ultra-alto vácuo; o sistema de vedação; e as dificuldades típicas nestes sistemas.

---

### RELATÓRIO

**I – Introdução** – destaque os objetivos e a motivação para este estudo.

**II – Descrição do sistema e princípios de funcionamento:**

- a) Descreva as características básicas de um síncrotron, e apresente sucintamente o princípio físico da geração de luz síncrotron .
- b) Descreva sucintamente as características do síncrotron LNLS em relação ao uso de vácuo (dimensões do acelerador, volume a ser bombeado, material, etc).
- c) Descreva o procedimento para obtenção e manutenção de ultra-alto vácuo no acelerador.
- d) Como é determinada a posição do feixe dentro da cavidade do síncrotron LNLS?
- e) Descreva as razões da redução da corrente do feixe de elétrons no síncrotron.

**IV - Discussões** – descreva as propriedades básicas de ultra-alto vácuo (pressão, livre caminho médio, tempo de formação de monocamada, etc.). Descreva os detalhes na confecção de peças; as dificuldades relacionadas com a obtenção de vácuo ultra-alto, etc. etc.

**V – Conclusões**

# Experimento 8

## ESPECTROSCOPIA DE PLASMA

### Introdução

Hoje são conhecidos cinco estados físicos da matéria: sólido, líquido, gasoso, plasma e condensado de Bose-Einstein. Uma substância qualquer pode existir em um ou mais desses três primeiros estados, dependendo apenas dos valores de determinados parâmetros, tais como temperatura e pressão. Em geral, se tivermos uma substância inicialmente no estado sólido, podemos, adicionando energia suficiente ao sistema, fazer com que esta mude para o estado líquido, como por exemplo, aquecendo a substância. Se continuarmos fornecendo energia ao sistema, até atingir pelo menos o calor de vaporização da substância, o líquido irá evaporar e será formado gás. Caso continuemos a fornecer energia ao sistema até que esta atinja o valor da energia de ionização da substância, o gás se ionizará, isto é, suas moléculas e átomos se separarão em elétrons e íons, resultando em uma “sopa” de íons e elétrons, a qual I. Langmuir chamou de plasma.

Os principais objetivos desta experiência são: Observar a formação de plasmas e a estrutura da descarga luminescente e, obter as linhas de emissão do elemento utilizado para gerar o plasma identificando quais as transições eletrônicas envolvidas na emissão desta radiação.

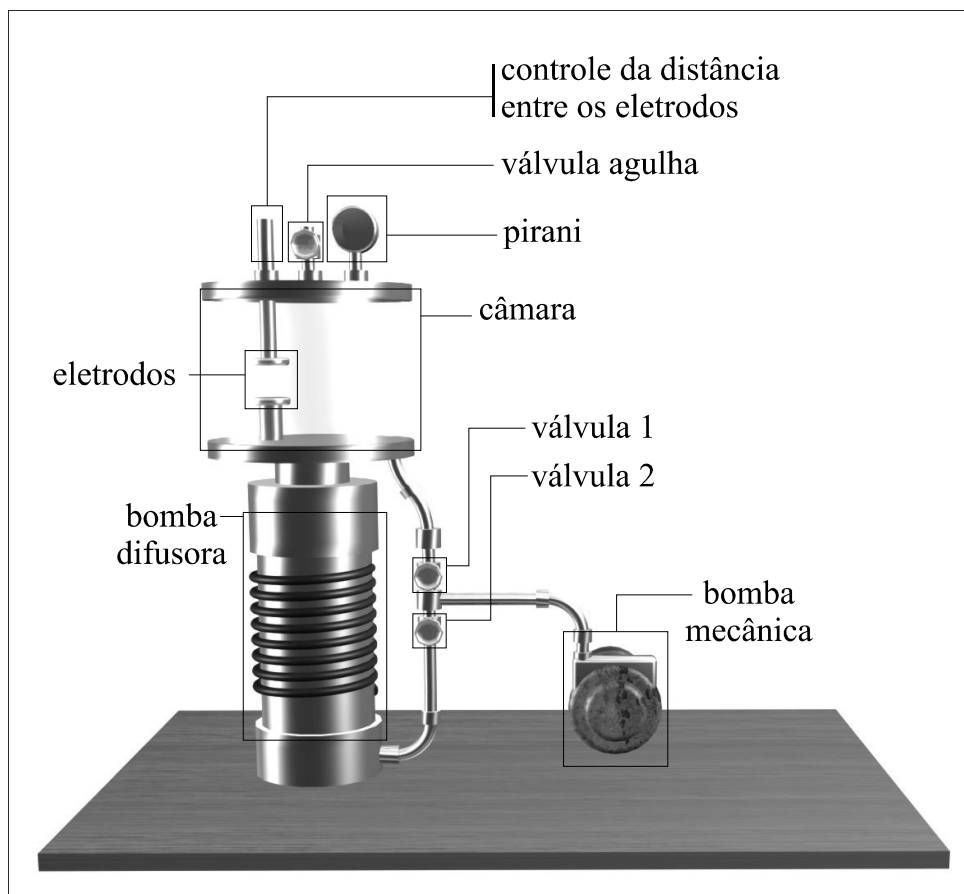
O método utilizado neste experimento para a produção do plasma será por descarga de gás (descarga luminescente d.c. a baixa pressão). Para isto são utilizados dois eletrodos. Quando um potencial d.c. alto o suficiente é aplicado entre os eletrodos, o gás se ioniza e um plasma com descarga luminescente (*glow discharge*) é formado.

### *Aparato experimental*

O aparato experimental utilizado para a realização deste trabalho é constituído por um sistema de vácuo (difusora em série com mecânica) cujo interior da câmara contém um par de eletrodos ligados a uma fonte de alta tensão d.c. A distância entre os eletrodos pode ser variada de alguns centímetros. Acoplada à câmara, uma válvula agulha regula o fluxo de injeção do gás a ser ionizado. Um espectrômetro acoplado a uma fibra óptica e um microcomputador com o software de interface micro-espectrômetro para a aquisição de dados.

### **Preparação do sistema para a produção de plasma**

Inicialmente ligue a bomba mecânica (BM) e abra a válvula  $V_2$  (veja o esquema da figura 1). Deixe bombeando a câmara até que a pressão atinja cerca de  $2 \times 10^{-2}$  Torr. Todo o experimento pode ser realizado usando-se apenas esta bomba de vácuo. Obs.: Se for necessário utilizar pressões mais baixas, ou se o estudo for realizado com pressões de gases abaixo de  $1 \times 10^{-1}$  Torr, pode-se utilizar a bomba difusora. Neste caso, após ligar a bomba mecânica abra a válvula  $V_3$  e o fluxo de água responsável pela refrigeração de bomba difusora (BD). Ligue a BD e aguarde alguns minutos (cerca de 20-30 minutos), até que ela fique bem quente. Quando a BD estiver pronta, feche  $V_3$  e abra  $V_2$  (ATENÇÃO: a válvula  $V_2$  somente poderá ser aberta quando  $V_3$  e  $V_1$  estiverem fechadas), espere a pressão na câmara ficar abaixo de  $1 \times 10^{-1}$  Torr e, então, feche  $V_2$  e abra  $V_3$  e  $V_1$ , nesta ordem, e espere alguns minutos (aproximadamente 5 minutos).




**Figura 1** – Esquema do sistema de vácuo.



## 2 - Produção de plasma

Com  $V_2$  aberta (ou  $V_3$  e  $V_1$  se a bomba difusora estiver sendo usada), abra a válvula agulha e controle o fluxo de gás até estabilizar a pressão no interior da câmara em algum valor superior a  $2 \times 10^{-2}$  Torr e inferior a  $2 \times 10^{-1}$  Torr. Obs.: 1) A medida do piranni não é confiável para pressões com valores inferiores a  $10^{-2}$  Torr; 2) Não utilize a difusora para pressões superiores a  $10^{-1}$  Torr.

Depois de escolhida e fixada uma distância entre os eletrodos, ligue a fonte d.c. de alta tensão e aumente a tensão até obter o plasma.





## 3 - Obtenção das linhas de emissão

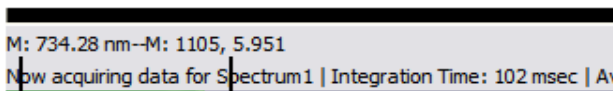
Posicione a lente do espectrômetro, bem próximo da câmara, em direção ao plasma. Abra o *software* OOBase32 e escolha a opção **scope mode**, clicando no ícone .



Aparecerão na tela alguns picos (linhas de emissão) característicos do material com o qual está sendo feito o plasma. Se os picos estiverem muito pequenos aumente o tempo de integração (usando o comando *integ.time*), se estiverem fora de escala diminua o tempo de integração. Para a normalização dos picos clique no seguinte ícone ; e  alterações na escala do espectro poderá ser feita clicando no  ícone .

## 4 - Determinando o comprimento de onda de cada pico



Para encontrar o comprimento de onda no ponto de intensidade máxima do pico clique no ícone  para paralisar a imagem, em seguida o ícone , aparecerá na tela uma linha paralela à ordenada do sistema de coordenadas. Ao clicar no ícone  ou  a linha posicionará no primeiro pico à esquerda e direita respectivamente. É possível também o uso das setas do teclado ou o mouse para localizar manualmente qualquer onda comprimento referente a um ponto qualquer no gráfico. No canto inferior esquerdo da tela aparecerá o comprimento de onda correspondente ao pico e sua intensidade.



Para retirar as linhas emitidas pelas fontes luminosas que provêm do plasma, primeiro selecione o background clicando em  Logo em seguida a opção  ficará em evidência, ao selecioná-la o background será subtraído das medidas. A utilização deste recurso pode ser feita durante qualquer momento das obtenções dos espectros.

## 5 – Procedimento

1) Obtenha as linhas de emissão das fontes de luz externas à câmara e em especial o espectro emitido pelas lâmpadas fluorescentes do laboratório (background). Compare as linhas emitidas pelas lâmpadas do laboratório com as linhas de emissão do mercúrio encontrada na literatura. Determine os cuidados experimentais utilizados para minimizar a interferência do espectro do plasma com os de fonte externa.

2) Obtenha também as linhas de emissão do argônio, do hélio e do nitrogênio para uma única condição (pressão, distância entre eletrodos e tensão de polarização do plasma).

3) Utilizando apenas o nitrogênio, (fixando uma distância entre os eletrodos e uma tensão de polarização), varie a pressão no interior da câmara entre  $2 \times 10^{-2}$  Torr e  $2 \times 10^{-1}$  Torr e registre em um gráfico a variação na intensidade das linhas de emissão em função da pressão (escolha uma das linhas).

4) Determine (1) a voltagem necessária para iniciar o plasma e a voltagem no qual o plasma se apaga no interior da câmara para diferentes pressões (com distância entre os eletrodos fixa) e (2) para diferentes distâncias entre os eletrodos (com pressão de nitrogênio fixa). Faça um gráfico para cada caso, (1) e (2), colocando juntos a tensão para iniciar o plasma e a tensão para o plasma se apagar.

## 6 - Salvando os dados

Existem, basicamente, duas formas distintas de salvar os dados:

(i) Com a imagem paralisada, escolha no menu a opção **File/Save/experiment**. Neste formato, os dados só poderão ser visualizados através deste *software*.

(ii) Com a imagem paralisada, escolha no menu a opção **Edit/Copy/Spectral Data/All Spectrometer Channels**. Em seguida abra o editor *bloco de notas (notepad)* e no menu **Edit**

escolha a opção **Paste**. Salve o arquivo com a extensão .dat para que seja possível abri-lo no *Origin*. O arquivo .txt também pode ser aberto pelo Excel.

## 7 - Análise de dados

Verifique se os comprimentos de onda encontrados para os picos concordam com os valores encontrados na literatura. Caso não haja concordância, verifique novamente a calibração do espectrômetro. Identifique as transições eletrônicas dos elétrons opticamente ativos correspondentes às linhas de emissão encontradas para os gases.

## 8 - Referências:

1) Tables Of Spectral Lines, A.R. Striganov and N.S. Sventitskii, Biblioteca do IFGW: (r535.84021/st85t)

2) Typical Spectra Of ORIEL Spectral Lamps

(Cópias no LF-24 - Vácuo e Criogenia e com Costa no Lab. de ótica)

Handbook of the Physicochemical Properties of the Elements

Biblioteca do "IFGW" - R546

**Agradecimentos:** Agradecemos a colaboração do Myriano H. de Oliveira Jr. e Luís Fernando Cypriano, alunos de física do IFGW, na montagem deste experimento.

---

## RELATÓRIO

**I – Introdução** – Destaque os objetivos e a motivação para o estudo do experimento

**II – Descrição do procedimento** – descreva detalhadamente como o experimento foi realizado.

**III - Resultados** – Apresente os espectros obtidos (**ver seção 5 - Procedimento**), a identificação das principais linhas observadas, e os demais gráficos dos experimentos descritos no texto.

**IV - Discussões dos resultados**

**V – Conclusões**

## Bibliografia:

1. Sminorv. B M., *Introduction to Plasma Physics*, Mir Publishers, Moscow (1975).
2. Reitz J. R., Milford F. J. and Christy R. W., *Fundamentos da Teoria Eletromagnética*, Campus, Rio de Janeiro (1982).
3. Shohet, J. L., *The Plasma State*, Academic Press, New York (1971).
4. Howatson, A. M., *An Introduction to Gas Discharge*, Pergamon Press, Oxford (1965).
5. *Operating Manual and User's Guide (USB2000 Miniature Fiber Optic Spectrometers and Accessories)*, Ocean Optics, Inc. (2000).
6. OOIBase32™ Spectrometer Operating Software Manual, Ocean Optics, Inc.(2000).
7. Eisberg, R. e Resnick, R., *Física Quântica*, Editora Campus, Rio de Janeiro (1979).

## EXPERIMENTO 9

### CRIOSTATOS

#### Introdução

Um criostato de pesquisa é um recipiente de forma complexa feito para receber líquidos criogênicos como nitrogênio líquido e hélio líquido. Em criostatos de hélio, o nitrogênio serve para abaixar a temperatura do criostato até 77 K, que é a temperatura de sua ebulição, e ao mesmo tempo formar uma blindagem térmica para o recipiente interno de hélio líquido. O isolamento térmico desses líquidos do ambiente e entre si é feito usando-se um sistema de alto vácuo, que em geral permite alcançar pressões da ordem de  $10^{-6}$  torr, o que minimiza o transporte de calor via gás rarefeito. A transferência de calor por condução nas paredes do criostato é minimizada utilizando-se materiais de baixa condutividade térmica, que no nosso caso específico é aço inox 304. Devido ao exíguo espaço disponível entre paredes, não se usa superisolação entre as paredes, de modo que o mecanismo de transferência de calor por radiação é importante para este tipo de criostato. O objetivo desta experiência é familiarizar o aluno com um criostato de nitrogênio líquido e a realização de medidas da taxa de evaporação do nitrogênio.

#### Aparato experimental

O aparato que vamos usar (ver figuras anexas) consiste de um criostato de pesquisa óptico tipo Varitemp, com uma câmara de nitrogênio líquido, e outra de hélio líquido (LHe) ligada à câmara de amostra através de um capilar controlado por uma válvula agulha. Para este experimento apenas parte do sistema será utilizada como iniciação. Esse criostato está ligado a um sistema de alto vácuo, para o isolamento térmico das suas diversas câmaras. Apenas para informação, este sistema está ligado também a uma "árvore" de válvulas que o conecta à linha de recuperação de He. Essa árvore está também ligada a uma possante bomba mecânica, de alta vazão, que é usada para bombear o LHe, e a um manômetro em U de mercúrio, que permite medir a pressão de vapor do LHe em relação à pressão atmosférica. As válvulas estão dispostas de modo que se pode isolar a câmara de amostra do Varitemp da linha de recuperação de He e conectá-la à bomba mecânica, de modo a abaixar a pressão de vapor do LHe. Neste experimento usaremos apenas o sistema de vácuo e a câmara de nitrogênio.

#### Procedimento

1. Fazer vácuo nas cavidades internas do criostato (ver figura anexa). Para isto proceda da seguinte forma:
  - 1.1 ligue o sistema de vácuo que consiste de uma bomba mecânica e uma difusora. Descubra por si mesmo como operar o sistema de vácuo utilizando o roteiro geral apresentado na apostilha do curso.
  - 1.2 Faça vácuo no criostato
2. Introduzir nitrogênio líquido na câmara apropriada do criostato (a mais externa com abertura para o meio ambiente) enchendo-a completamente. **Coloque o nitrogênio lentamente** para evitar fadiga das soldas do criostato devido ao choque térmico.

3. Medir a taxa de evaporação do nitrogênio por cerca de 2 horas. Para isto utilize uma escala qualquer milimetrada, uma régua por exemplo.

---

## **RELATÓRIO**

**I – Introdução** – destaque os objetivos e a motivação para o estudo deste experimento

**II – Descrição do procedimento** – descreva como o experimento foi realizado com informações de dados utilizados.

### **III - Apresentação dos resultados**

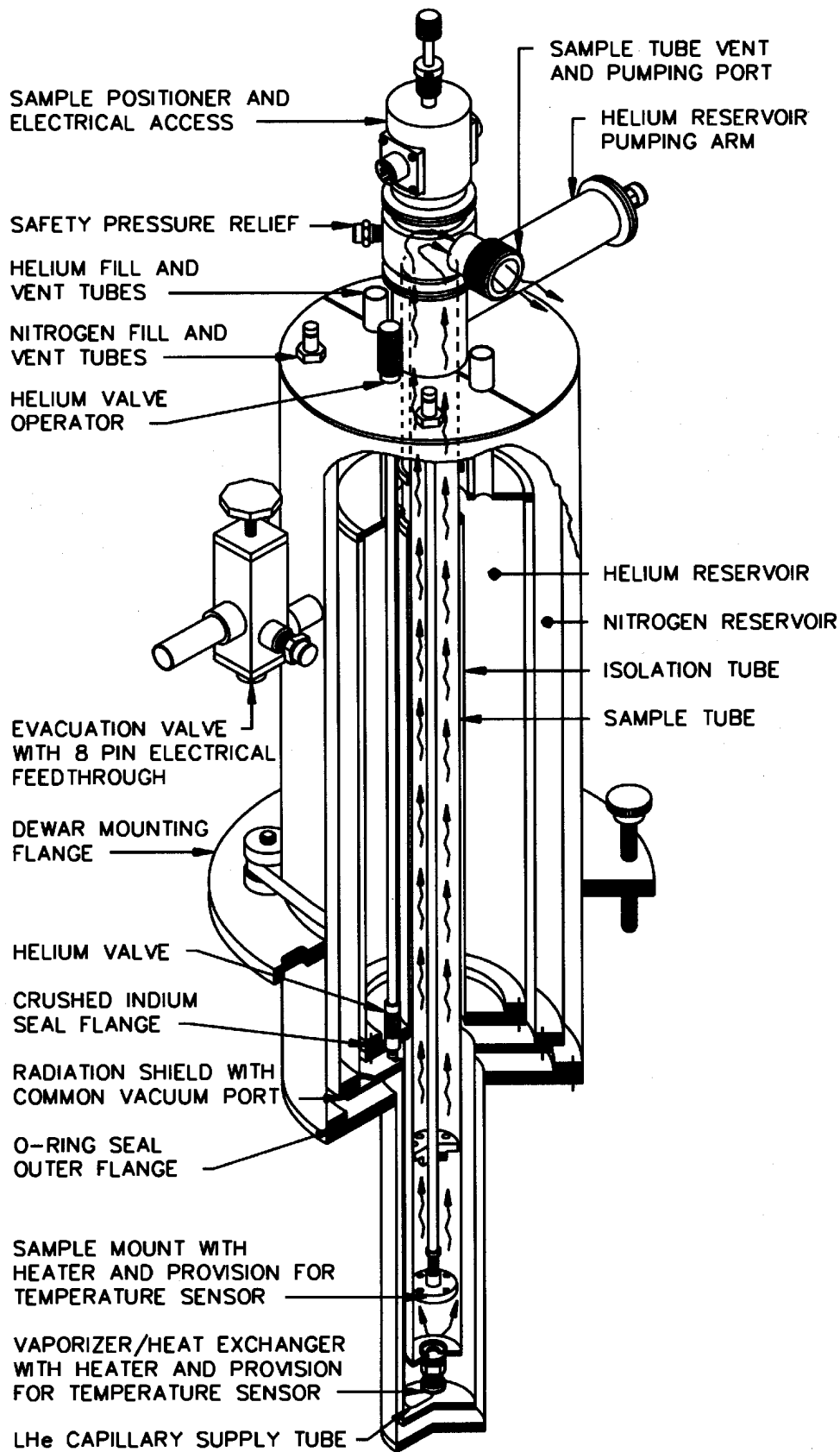
- a) Construir uma tabela e um gráfico do volume evaporado em função do tempo
- b) Utilizando o coeficiente angular da região para longos tempos determine a taxa de evaporação.
- c) Utilizando o dado acima determine a potência que é fornecida para o nitrogênio líquido.
- d) Faça uma estimativa teórica da taxa de evaporação e compare com as medidas experimentais. Explique as origens das diferenças obtidas. Justifique as aproximações usadas. Utilize as equações constantes da apostilha de criogenia. O criostato deve ser medido, de modo que se tenham todas as suas dimensões importantes para este cálculo.

### **IV - Discussões dos resultados**

- a) Descreva as características básicas de um criostato.
- b) Descreva quais são as origens dos diversos fluxos de calor.
- c) Explique o comportamento da curva obtida no experimento desde o início até o final do período medido (cerca de 2 horas), indicando quais as fontes de condução de calor e porque a taxa não é constante e as razões para as diferenças encontradas entre o experimento e o cálculo teórico.
- d) Estimar qual seria a pressão residual que daria uma potência de transferência de calor, devido a condutividade térmica do gás, equivalente ao valor obtido experimentalmente.

### **V - Conclusões**



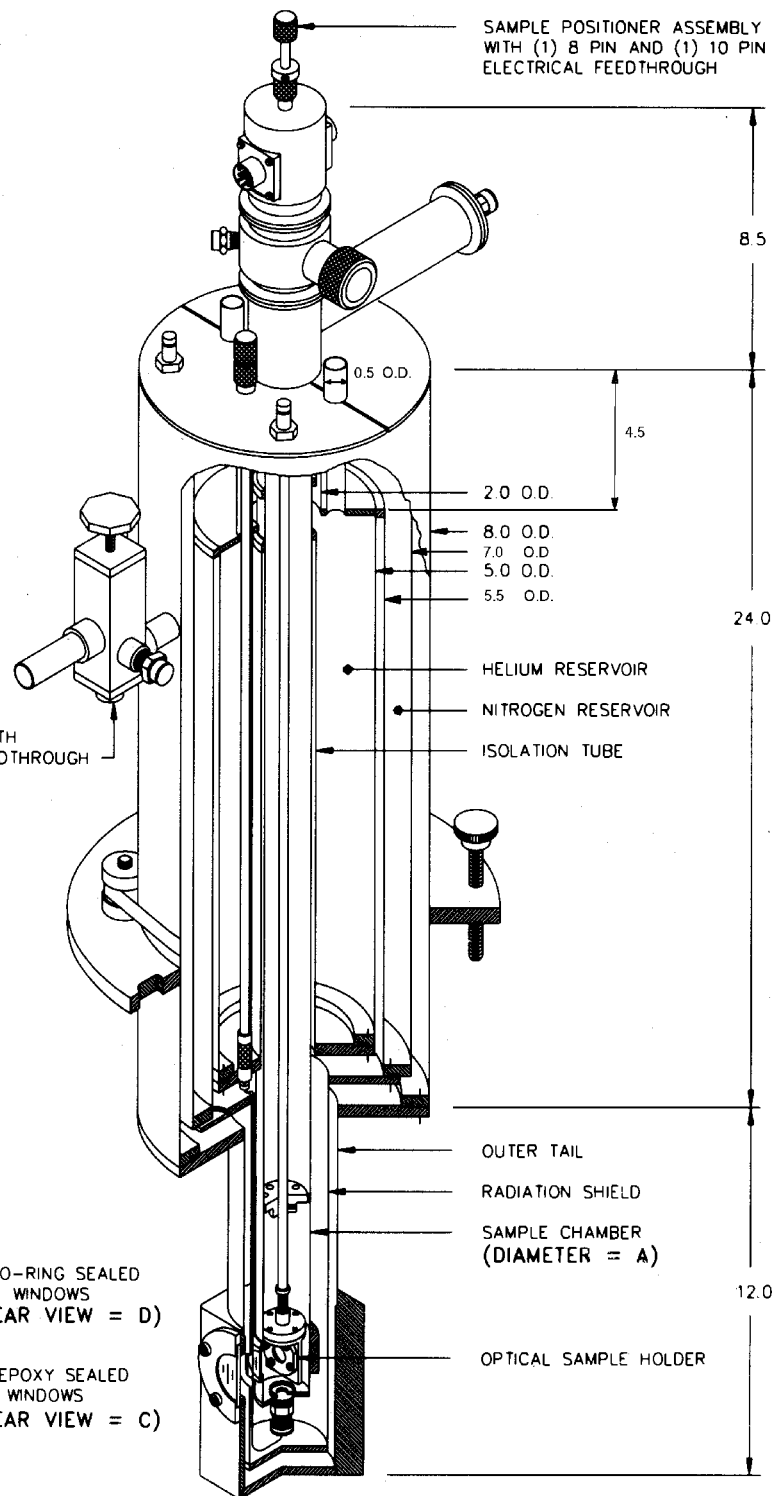
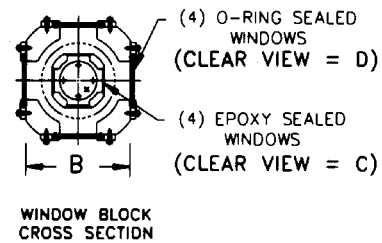


**TYPICAL SUPERVARITEMP SYSTEM**

**NOTES:**

1. ALL DIMENSIONS ARE FOR REFERENCE PURPOSES
2. UNITS = INCHES

OPTION	A	B	C	D
1	0.75	2.75	0.5	0.75
2	1.0	3.0	0.62	1.0
3	1.5	3.25	0.75	1.25

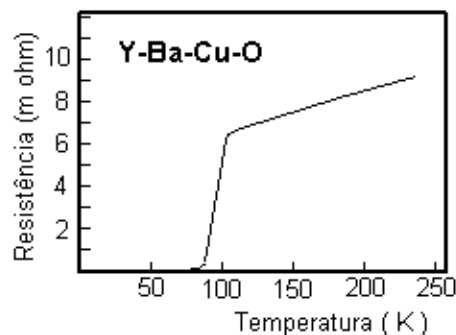


## Experimento 10

### *SUPERCONDUTIVIDADE*

Só após 46 anos da descoberta da supercondutividade por Onnes é que surgiu uma explicação bem sucedida do fenômeno. Em 1957, os físicos John Bardeen, Leon Cooper e Robert Schrieffer apresentaram um modelo teórico que concordava muito bem com as observações experimentais nos supercondutores. Esse modelo ficou conhecido por Teoria BCS, das iniciais dos autores, e lhes rendeu o Prêmio Nobel de Física de 1972. Bardeen já recebera outro Nobel pela invenção do transistor e, até hoje, foi o único a receber dois prêmios de Física.

Nos anos seguintes à descoberta da supercondutividade por Onnes, muitos materiais supercondutores foram encontrados, quase todos metálicos. No entanto, todos tinham temperaturas críticas baixíssimas. Até o início da década de 80, o recorde era o  $\text{Nb}_3\text{Ge}$ , com  $T_c$  perto de 23 K ( $-250^\circ\text{C}$ ). Para piorar o quadro, a teoria BCS indicava que dificilmente supercondutores com temperaturas críticas acima de 25 K seriam encontrados. Mas, em 1986, dois físicos que trabalhavam no laboratório da IBM em Zurich, Alemanha, mudaram tudo ao descobrir que um material cerâmico, um óxido de cobre com bário e lantânio, ficava supercondutor a 30K. A notícia se espalhou rapidamente e vários outros compostos foram descobertos por laboratórios de todo o mundo, com temperaturas críticas cada vez mais elevadas. Até que, em Janeiro de 1987, Paul Chu, da Universidade de Houston, mostrou que o  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$  era supercondutor com uma incrível temperatura crítica acima de 90 K. A figura 2 ilustra a dependência da resistência com a temperatura deste tipo de supercondutor.



*Figura 1 – ilustração da dependência da resistência de um supercondutor cerâmico.*

Hoje já são conhecidos supercondutores com temperatura crítica acima de 130 K. A grande vantagem de um supercondutor ter temperatura de transição acima de 77 K vem do fato de ser esta a temperatura de liquefação do nitrogênio. O nitrogênio é o elemento mais abundante de nossa atmosfera ( $\sim 80\%$ ) e é relativamente barato e fácil de liquefazer. Portanto, quando se fala de supercondutores de alto  $T_c$ , estamos falando em temperaturas críticas ainda muito baixas, da ordem de  $-150^\circ\text{C}$ . Outra grande beleza desses materiais é



que eles são relativamente fáceis de serem sintetizados. Hoje, isso já é até projeto de Feira de Ciência de estudantes de segundo grau. Uma receita (em inglês) pode ser encontrada na Internet em <http://imr.chem.binghamton.edu>. Ao que parece, até agora ainda não surgiu nenhuma teoria satisfatória para explicar o mecanismo da supercondutividade nessas cerâmicas. Desde o início ficou mais ou menos claro que a teoria BCS não funciona a contento para esses supercondutores.

## EXPERIMENTO

Neste experimento utilizaremos o criostato utilizado no experimento 6. Nele se encontra uma cerâmica supercondutora, com temperatura crítica em torno de 90K. Serão realizadas medidas de condutividade em função da temperatura.

Como a pastilha está dentro do criostato, e lembrando que estamos trabalhando com o método de quatro pontas (ver apêndice), é necessário que saibamos com qual conexão estamos lidando, deste modo, o criostato possui indicações em suas conexões, que devem fazer referência às conexões da amostra supercondutora. Assim fizemos então as seguintes discriminações para com as indicações das conexões.



*Figura 2 – Indicação dos contatos na amostra supercondutora relacionada com os contatos na saída do criostato.*

Antes de se realizarmos qualquer tomada de medida, é necessário que se faça vácuo no sistema. Para isto, liga-se inicialmente a bomba mecânica junto à bomba de apoio, para que seja feito o pré-vácuo da ordem de  $10^{-1}$  a  $10^{-2}$  Torr. Isto feito, já tem vácuo suficiente na “boca” da bomba difusora para colocá-la em uso, e obtermos assim um alto-vácuo.

O passo seguinte é inserir nitrogênio líquido na armadilha (“trap”). Isto deve ser feito, para auxiliar o processo de evacuação e também para proteger o sistema contra um possível fluxo de óleo da bomba difusora, o que causaria uma diminuição na qualidade do vácuo que o sistema é capaz de atingir. Posto o nitrogênio, é possível abrir a válvula de alto vácuo para o restante do sistema (criostato). O vácuo máximo que o sistema consegue atingir está na ordem de  $10^{-5}$  Torr.

A pastilha supercondutora já está fixa dentro do criostato, que neste ponto deve estar a temperatura ambiente. Isto pode ser verificado com o auxílio de um termopar.

Além do termopar, o criostato possui mais oito cabos conectores discriminados através de letras, as quais mantêm a mesma discriminação da pastilha, como ilustrado na figura 3. Os cabos A e D estão associados aos contatos na pastilha em que se deve entrar com a corrente. Os cabos C e B estão associados às conexões reservadas para a leitura da tensão na amostra. Sabendo a corrente e a tensão na pastilha, obtemos sua resistência e em posse de suas dimensões calculamos sua resistividade.

A pastilha constitui-se de um supercondutor do tipo II, cuja temperatura de transição é relativamente alta e assim não é necessário à utilização de hélio líquido para atingir a temperatura de transição. Esta temperatura pode ser alcançada com nitrogênio líquido que com ajuda de um funil é colocado dentro do criostato, no recipiente que seria destinado ao hélio. Como pode ser visto no esquema do criostato no experimento 6 (ver roteiro), existe uma válvula que põe em contato o nitrogênio no mesmo ambiente da pastilha. Assim se começa baixar a temperatura. Também é possível se controlar a pressão que está submetida

à amostra através de uma bomba mecânica associada ao sistema. Esta pode ser medida com o auxílio de um tubo em “U” com mercúrio que se encontra instalado junto ao sistema. Com este sistema é possível baixar ainda mais a temperatura do ambiente da pastilha, pois estamos também submetendo o nitrogênio a pressões menores.

Controlando então a entrada de nitrogênio e a pressão no ambiente da pastilha, deve-se tomar a tensão na amostra relacionada à temperatura que a mesma está submetida, que é medida com um termopar. Faz-se isto até que a tensão na amostra seja zerada. No caso de nosso equipamento a tensão em que a amostra é supercondutora irá oscilar em torno do zero, devido à imprecisão do aparelho.

**Agradecimentos:** agradecemos a colaboração do Gustavo Alexandre Viana, aluno de física do IFGW por sua colaboração na montagem deste experimento.

### **Referências**

- 1) Manual on the use of thermocouples in temperature measurement, American Society for testing and Materials, 1979 (referência na biblioteca do IFGW: R536.52-A512m)
- 2) Sparks, L.L. and Powell, R.L., “Low Temperature Thermocouples: KP, “Normal” Silver, and Copper Versus Au-0.02 at% Fe and Au-0.07 at %Fe,” Journal of Research, National Bureau of Standards, Vol 76A, No. 3, May-June 1972.

---

## **RELATÓRIO**

**I – Introdução** – Destaque os objetivos e a motivação para o estudo do experimento

**II – Descrição do procedimento** – descreva detalhadamente como o experimento foi realizado.

**III - Resultados** – apresente as curvas de condutividade em função da temperatura dos supercondutores medidos.

**IV - Discussões dos resultados:**

- a) Descreva o efeito Seebeck e o efeito Peltier.
- b) Faça uma descrição sucinta sobre a supercondutividade e o modelo BCS (Bardeen, Cooper e Schrieffer).
- c) descreva o efeito Meissner

**V – Conclusões**

## APÊNDICE

# O MÉTODO DE QUATRO PONTAS

Quando estamos fazendo algumas medidas, principalmente no caso de resistência de materiais, precisamos saber qual a contribuição resistiva dos fios e contatos, para se descontar da medida em que realmente se está interessado em tomar. No caso de medidas em supercondutores, estes cuidados tornam-se ainda mais necessários quando nos atentamos ao fato de que o que queremos é medir a ausência de resistência. É dentro deste quadro que o método de quatro pontas se torna necessário para realizarmos as medidas.

Se usássemos um sistema simples de duas pontas para a medida da tensão na amostra, teríamos o seguinte caso. Ao entrar com a corrente na amostra, esta deveria obrigatoriamente passar pelos contatos, e pelo que já sabemos pela lei de Ohm, iríamos sempre medir uma tensão entre os contatos. No entanto, com o auxílio de um sistema de quatro pontas, conseguimos contornar este problema, e o que realmente medimos é a tensão na amostra e não mais nos contatos. As figuras abaixo ajudam a elucidar.

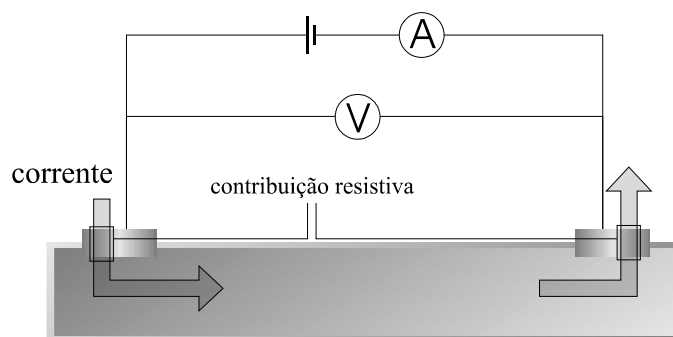


Figura 1 – Medida de resistência com dois contatos.

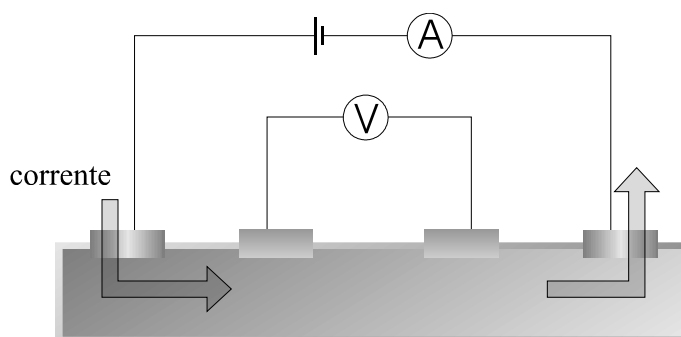


Figura 2 – Medida de resistência com quatro contatos.



## Experimento 11

# SUPERFLUIDEZ DO HÉLIO

### Introdução

Um dos problemas experimentais importantes em criogenia é a medida de temperaturas. No intervalo 300 a 4,2 K, vários termômetros são utilizados, como, por exemplo, resistores de vidro de carbono (carbon-glass), resistores de platina (usualmente para temperaturas acima de 30 K), termopares de cromel-alumel (tipo K, para temperaturas acima de 77 K), termopares (Fe-Au)-cromel (para todo o intervalo citado) e diodos de AsGa, entre outros. Em geral, a sensibilidade de todos esses termômetros diminui drasticamente à medida que nos aproximamos da temperatura do Hélio líquido (LHe). Se quisermos trabalhar abaixo de 4,2 K, como freqüentemente acontece, precisamos lançar mão de termômetros apropriados, que apresentem alta variação de suas propriedades termométricas com pequenas variações de temperatura, em temperaturas tão baixas. Um termômetro que satisfaz essa exigência é o de resistor de filme de carbono, que pode apresentar alta sensibilidade, dependendo de seu processo de fabricação.

Normalmente, obtemos temperaturas abaixo da ambiente e até 4,2 K utilizando LN2 e LHe em um criostato ou dewar, e um variador de temperatura, normalmente um suporte de amostra com um aquecedor e um termômetro, acoplados a um controlador de temperatura. Por exemplo, em nosso laboratório usamos um criostato óptico chamado Varitemp, exatamente porque permite a variação controlada da temperatura da amostra. Quando queremos temperaturas abaixo de 4,2 K, a maneira mais fácil é usar a propriedade de que a temperatura de ebulição de um líquido depende da pressão a que ele está submetido. Em geral, abaixando-se a pressão abaxamos também a temperatura de ebulição. Isso pode ser usado no caso do LHe. A dependência da temperatura de ebulição do LHe com a pressão de vapor foi determinada experimentalmente e é dada na tabela I em anexo.

Como sabemos, quando abaxamos a temperatura do LHe, ele sofre uma transição de fase a 2,17 K e 37,80 mmHg para uma fase superfluida, em que a condutividade térmica do fluido é muito alta e sua viscosidade é zero. Nessas condições, o LHe, que normalmente mostra muitas bolhas, deixa de fazê-lo, pois todo o calor é conduzido imediatamente para as paredes do recipiente que contém o LHe, eliminando as bolhas. A evaporação do He superfluido se dá ao longo das paredes do recipiente que o contém, pois ele forma um filme que "escala" essas paredes até encontrar uma região de temperatura alta o suficiente para evaporar. O desaparecimento brusco das bolhas de evaporação permitem a observação visual da transição normal-superfluido.

Neste experimento temos como objetivo observar a transição de fase normal- superfluido para o He e, aproveitando o aparato para bombeamento do LHe, temos como segundo objetivo variar lentamente a pressão de vapor do LHe e calibrar um resistor de carbono como termômetro no intervalo de 4,2 a- 1,8 K. Também observaremos o efeito "Meissner" em supercondutores

### Aparato Experimental

Nosso equipamento de medida (ver experimento anterior) é relativamente complexo e deve ser manipulado com muito cuidado, sempre com a assistência do professor ou do auxiliar.

Em particular, nunca faça uma ação se você está inseguro a respeito dos efeitos dela. Siga sempre a regra: na dúvida, não faça, pergunte. O aparato que vamos usar consiste de um criostato de pesquisa óptico tipo Varitemp, com a câmara de LHe ligada à câmara de amostra através de um capilar controlado por uma válvula agulha. Esse criostato está ligado a um sistema de alto vácuo, para o isolamento térmico das suas diversas câmaras; está ligado também a uma "árvore" de válvulas que o conecta à linha de recuperação de He. No nosso caso, essa árvore está também ligada a uma possante bomba mecânica, de alta vazão, que é usada para bombear o LHe, e a um manômetro em U de mercúrio, que permite medir a pressão de vapor do LHe em relação à pressão atmosférica, que em Campinas pode ser tomada como 715 mmHg. As válvulas estão dispostas de modo que se pode isolar a câmara de amostra do Varitemp da linha de recuperação de He e conectá-la à bomba mecânica, de modo a abaixar a pressão de vapor do LHe. Uma válvula agulha permite a regulação fina do bombeamento.

## Procedimento

### a) Superfluidez

Em primeiro lugar observaremos a transição normal-superfluido. Para isso, faremos a transferência de LHe. Em seguida, a câmara de He será pressurizada, fechando-se a válvula que a liga à linha de recuperação de He, e encheremos a câmara de amostra com LHe. Esse He poderá ser observado através da janela óptica. Quando essa câmara estiver cheia, a câmara de He será despressurizada, e a câmara de amostra será bombeada. Os alunos deverão observar a janela óptica, iluminando-a com uma lanterna, para poder enxergar o momento da transição de fase.

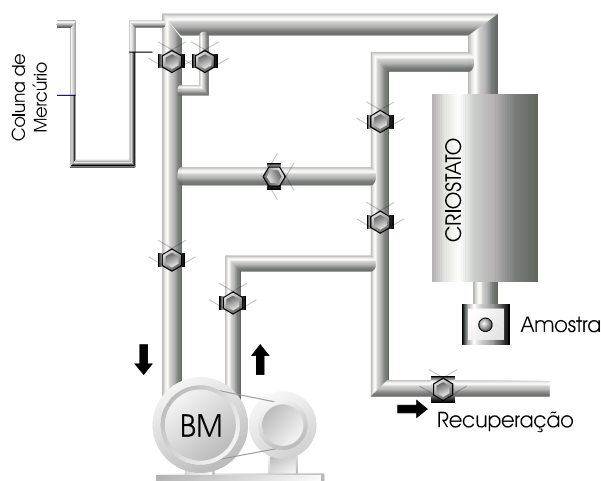


Figura 1: Montagem Experimental.

### b) Taxa de evaporação de hélio líquido

Neste experimento o grupo deverá medir também a taxa de evaporação de hélio. Após o preenchimento da camisa de nitrogênio e da transferência de hélio, meça o nível do hélio usando o provador, que é um tubo fino de aço inox que termina em uma peça cônica fechada com uma membrana de borracha, e que vibra em consonância com vibrações termo-acústicas típicas de hélio líquido gasoso em temperaturas muito próximo à de ebulição (leia artigo em anexo). Como o gás tem frequência dessas oscilações termo-acústicas diferente da do hélio, esse dispositivo simples permite medir o nível de hélio dentro do criostato. Deve-se então construir uma tabela de altura do líquido em função do tempo. O criostato deve ser medido, de modo que se tenham as suas dimensões importantes. Em seguida, deve-se fazer uma estimativa dos diversos fluxos de calor pelos diferentes mecanismos, e com essa estimativa, deve-se estimar qual é a taxa de evaporação esperada, e comparar com a taxa medida experimentalmente.

## **RELATÓRIO**

**I – Introdução** – Destaque os objetivos e a motivação para o estudo do experimento

**II – Descrição do procedimento** – descreva detalhadamente como o experimento foi realizado. Descreva o dispositivo e o procedimento usado para a medida do nível do Hélio usando o efeito thermo-acústico.

**III - Resultados** – descreva os resultados obtidos.

**IV - Discussões dos resultados:**

- a) Discuta os resultados obtidos e descreva as características básicas de Hélio superfluido.
- b) Descreva os procedimentos convencionais para se obter temperaturas baixas para várias faixas, desde pequenos valores como em geladeiras domésticas até temperaturas da ordem de mK, usando desmagnetização isentrópica (que utiliza variações na entropia).

**V – Conclusões**

*Literatura: Cryogenics, Michael McClintock*

*Advanced Cryogenics, C. A. Bailey*

*Cryogenics Fundamentals, G. G. Haselden*

*Cryogenics – Research and Applications, Marshall Sittig*

*Artigo: J. Gaffney and J.R. Clement, "Liquid Helium Level-finder", Review of Scientific Instruments, 26 (6) 620 (1955)*

Tabela adicional  
Pressão de Vapor – Temperatura do Hélio

<b>P</b> <b>(mmHg)</b>	<b><sup>3</sup>He (K)</b>	<b><sup>4</sup>He (K)</b>			
800	3,2395	4,2700	140	1,9585	2,8315
780	3,2152	4,2427	130	1,9192	2,7865
760	3,1905	4,2150	120	1,8779	2,7390
740	3,1653	4,1868	110	1,8343	2,6888
720	3,1396	4,1580	100	1,7881	2,6354
700	3,1134	4,1287	90	1,7387	2,5781
680	3,0866	4,0989	80	1,6856	2,5163
660	3,0594	4,0684	70	1,6279	2,4489
640	3,0315	4,0373	60	1,5646	2,3745
620	3,0030	4,0056	50	1,4939	2,2911
600	2,9739	3,9731	45	1,4550	2,2450
580	2,9441	3,9399	40	1,4131	2,1952*
560	2,9136	3,9059	35	1,3676	2,1413
540	2,8824	3,8711	30	1,3176	2,0827
520	2,8504	3,8354	25	1,2617	2,0174
500	2,8175	3,7987	20	1,1978	1,9427
480	2,7838	3,7611	18	1,1692	1,9092
460	2,7491	3,7224	16	1,1384	1,8729
440	2,7133	3,6825	14	1,1049	1,8333
420	2,6765	3,6414	12	1,0679	1,7893
400	2,6385	3,5990	10	1,0266	1,7396
380	2,5992	3,5551	9	1,0038	1,7120
360	2,5586	3,5097	8	0,9791	1,6820
340	2,5164	3,4625	7	0,9523	1,6490
320	2,4726	3,4134	6	0,9227	1,6123
300	2,4269	3,3622	5	0,8894	1,5707
290	2,4033	3,3357	4	0,8512	1,5221
280	2,3792	3,3086	3,5	0,8295	1,4943
270	2,3545	3,2808	3	0,8055	1,4632
260	2,3292	3,2524	2,5	0,7785	1,4277
250	2,0333	3,2231	2	0,7474	1,3863
240	2,2767	3,1931	1,5	0,7101	1,3359
230	2,2493	3,1622	1	0,6624	1,2699
220	2,2212	3,1304	0,9	0,6508	1,2536
210	2,1922	3,0976	0,8	0,6383	1,2359
200	2,1623	3,0637	0,7	0,6246	1,2162
190	2,1314	3,0287	0,6	0,6093	1,1942
180	2,0994	2,9924	0,5	0,5920	1,1691
170	2,0663	2,9546	0,4	0,5720	1,1395
160	2,0319	2,9153	0,3	0,5477	1,1032
150	1,9959	2,8744	0,2	0,5163	1,0554
			0,1	0,4693	0,9814
			0,08	0,4556	0,9595



0,06	0,4391	0,9325
0,04	0,4174	0,8967
0,02	0,3844	0,8407
0,01	0,3557	0,7907
0,005	0,3305	
0,001	0,2829	

\* - Transição do He<sup>I</sup> para He<sup>II</sup> em

**T = 2,1720K**

**P = 37,80mm Hg**

TABLE 66—Thermocouple, KP or EP versus gold-0.07 atomic percent iron—thermoelectric voltage, Seebeck coefficient, and derivative of the Seebeck coefficient;  $E = f(T)$  [152].

T, K	E, $\mu$ V	S, $\mu$ V/K	$dS/dT$ , nV/K <sup>2</sup>	T, K	E, $\mu$ V	S, $\mu$ V/K	$dS/dT$ , nV/K <sup>2</sup>
0	0.00	0.000	0.0	45	710.22	16.569	26.9
1	7.85	8.673	1565.8	46	726.81	16.597	29.3
2	17.27	10.127	1346.7	47	743.42	16.628	31.4
3	28.04	11.375	1152.4	48	760.06	16.660	33.3
4	39.96	12.439	980.4	49	776.74	16.694	35.0
5	52.86	13.342	828.8	50	793.45	16.730	36.5
6	66.59	14.103	695.4	51	810.20	16.767	37.8
7	81.03	14.739	578.6	52	826.99	16.806	38.9
8	96.04	15.265	476.7	53	843.81	16.845	39.9
9	111.52	15.697	388.1	54	860.68	16.885	40.7
10	127.40	16.045	311.5	55	877.58	16.926	41.4
11	143.59	16.323	245.6	56	894.53	16.968	42.0
12	160.03	16.540	189.2	57	911.52	17.010	42.5
13	176.65	16.704	141.4	58	928.55	17.053	42.9
14	193.42	16.825	101.0	59	945.63	17.096	43.2
15	210.29	16.909	67.3	60	962.74	17.139	43.4
16	227.23	16.962	39.5	61	979.90	17.183	43.6
17	244.21	16.989	16.8	62	997.11	17.226	43.7
18	261.20	16.997	-1.4	63	1014.36	17.270	43.7
19	278.19	16.988	-15.7	64	1031.65	17.314	43.7
20	295.17	16.966	-26.6	65	1048.99	17.358	43.7
21	312.12	16.935	-34.6	66	1066.36	17.401	43.7
22	329.04	16.898	-40.1	67	1083.79	17.445	43.6
23	345.92	16.856	-43.5	68	1101.25	17.489	43.5
24	362.75	16.811	-45.1	69	1118.76	17.532	43.4
25	379.54	16.766	-45.3	70	1136.32	17.575	43.3
26	396.28	16.721	-44.2	71	1153.92	17.619	43.2
27	412.98	16.678	-42.1	72	1171.56	17.662	43.1
28	429.64	16.637	-39.2	73	1189.24	17.705	42.9
29	446.26	16.600	-35.7	74	1206.96	17.748	42.8
30	462.84	16.566	-31.8	75	1224.73	17.790	42.7
31	479.39	16.536	-27.5	76	1242.55	17.833	42.6
32	495.92	16.511	-23.0	77	1260.40	17.875	42.4
33	512.42	16.490	-18.4	78	1278.30	17.918	42.3
34	528.90	16.474	-13.8	79	1296.24	17.960	42.2
35	545.37	16.463	-9.2	80	1314.22	18.002	42.0
36	561.83	16.456	-4.7	81	1332.24	18.044	41.9
37	578.28	16.453	-0.4	82	1350.30	18.086	41.8
38	594.73	16.455	3.8	83	1368.41	18.128	41.6
39	611.19	16.461	7.8	84	1386.56	18.169	41.5
40	627.66	16.471	11.6	85	1404.75	18.211	41.3
41	644.13	16.484	15.2	86	1422.98	18.252	41.2
42	660.63	16.501	18.5	87	1441.25	18.293	41.0
43	677.14	16.521	21.5	88	1459.57	18.334	40.9
44	693.67	16.544	24.3	89	1477.92	18.375	40.7

(Continued)

TABLE 66—Continued.

T, K	E, $\mu$ V	S, $\mu$ V/K	dS/dT, nV/K <sup>2</sup>	T, K	E, $\mu$ V	S, $\mu$ V/K	dS/dT, nV/K <sup>2</sup>
90	1496.32	18.415	40.5	140	2462.15	20.094	26.7
91	1514.75	18.456	40.3	141	2482.25	20.120	26.5
92	1533.23	18.496	40.2	142	2502.39	20.147	26.3
93	1551.74	18.536	40.0	143	2522.55	20.173	26.1
94	1570.30	18.576	39.7	144	2542.73	20.199	26.0
95	1588.89	18.615	39.5	145	2562.94	20.225	25.8
96	1607.53	18.655	39.3	146	2583.18	20.250	25.6
97	1626.20	18.694	39.1	147	2603.45	20.276	25.4
98	1644.92	18.733	38.8	148	2623.73	20.301	25.3
99	1663.67	18.772	38.5	149	2644.05	20.327	25.1
100	1682.46	18.810	38.3	150	2664.39	20.352	24.9
101	1701.29	18.848	38.0	151	2684.75	20.376	24.7
102	1720.16	18.886	37.7	152	2705.14	20.401	24.6
103	1739.06	18.924	37.4	153	2725.55	20.426	24.4
104	1758.00	18.961	37.1	154	2745.99	20.450	24.2
105	1776.98	18.998	36.8	155	2766.45	20.474	24.1
106	1796.00	19.035	36.5	156	2786.94	20.498	23.9
107	1815.05	19.071	36.2	157	2807.45	20.522	23.7
108	1834.14	19.107	35.8	158	2827.98	20.545	23.5
109	1853.27	19.143	35.5	159	2848.54	20.569	23.4
110	1872.43	19.178	35.2	160	2869.12	20.592	23.2
111	1891.62	19.213	34.8	161	2889.72	20.615	23.0
112	1910.85	19.248	34.5	162	2910.35	20.638	22.8
113	1930.12	19.282	34.2	163	2931.00	20.661	22.6
114	1949.42	19.316	33.8	164	2951.67	20.683	22.5
115	1968.75	19.350	33.5	165	2972.37	20.706	22.3
116	1988.12	19.383	33.2	166	2993.08	20.728	22.1
117	2007.52	19.416	32.8	167	3013.82	20.750	21.9
118	2026.95	19.449	32.5	168	3034.58	20.772	21.7
119	2046.41	19.481	32.2	169	3055.37	20.793	21.5
120	2065.91	19.513	31.8	170	3076.17	20.815	21.3
121	2085.44	19.545	31.5	171	3096.99	20.836	21.1
122	2105.00	19.576	31.2	172	3117.84	20.857	21.0
123	2124.59	19.607	30.9	173	3138.71	20.878	20.8
124	2144.21	19.638	30.6	174	3159.60	20.899	20.6
125	2163.87	19.668	30.3	175	3180.51	20.919	20.4
126	2183.55	19.698	30.0	176	3201.44	20.939	20.2
127	2203.26	19.728	29.7	177	3222.38	20.960	20.1
128	2223.00	19.758	29.4	178	3243.35	20.980	19.9
129	2242.78	19.787	29.2	179	3264.34	20.999	19.7
130	2262.58	19.816	28.9	180	3285.35	21.019	19.6
131	2282.41	19.845	28.7	181	3306.38	21.038	19.4
132	2302.27	19.873	28.4	182	3327.43	21.058	19.2
133	2322.16	19.902	28.2	183	3348.50	21.077	19.1
134	2342.07	19.930	28.0	184	3369.58	21.096	18.9
135	2362.02	19.958	27.7	185	3390.69	21.115	18.8
136	2381.99	19.985	27.5	186	3411.81	21.133	18.6
137	2401.99	20.013	27.3	187	3432.96	21.152	18.5
138	2422.01	20.040	27.1	188	3454.12	21.171	18.4
139	2442.07	20.067	26.9	189	3475.30	21.189	18.3

(Continued)

TABLE 66—Continued.

T, K	E, $\mu$ V	S, $\mu$ V/K	dS/dT, nV/K <sup>2</sup>	T, K	E, $\mu$ V	S, $\mu$ V/K	dS/dT, nV/K <sup>2</sup>
190	3496.49	21.207	18.1	235	4467.28	21.881	10.3
191	3517.71	21.225	18.0	236	4489.17	21.891	10.1
192	3538.94	21.243	17.9	237	4511.06	21.901	9.9
193	3560.20	21.261	17.8	238	4532.97	21.911	9.8
194	3581.47	21.279	17.7	239	4554.88	21.921	9.6
195	3602.75	21.296	17.6	240	4576.81	21.930	9.5
196	3624.06	21.314	17.5	241	4598.74	21.940	9.4
197	3645.38	21.331	17.4	242	4620.69	21.949	9.3
198	3666.72	21.348	17.3	243	4642.64	21.958	9.3
199	3688.08	21.366	17.2	244	4664.61	21.968	9.2
200	3709.45	21.383	17.1	245	4686.58	21.977	9.2
201	3730.84	21.400	17.0	246	4708.56	21.986	9.3
202	3752.25	21.417	16.9	247	4730.55	21.995	9.3
203	3773.68	21.434	16.8	248	4752.55	22.005	9.4
204	3795.12	21.450	16.7	249	4774.56	22.014	9.5
205	3816.58	21.467	16.5	250	4796.58	22.024	9.6
206	3838.05	21.483	16.4	251	4818.61	22.034	9.8
207	3859.54	21.500	16.3	252	4840.64	22.043	10.0
208	3881.05	21.516	16.2	253	4862.69	22.053	10.2
209	3902.58	21.532	16.0	254	4884.75	22.064	10.3
210	3924.12	21.548	15.9	255	4906.82	22.074	10.6
211	3945.67	21.564	15.8	256	4928.90	22.085	10.8
212	3967.24	21.580	15.6	257	4950.99	22.096	11.0
213	3988.83	21.595	15.4	258	4973.09	22.107	11.1
214	4010.43	21.610	15.3	259	4995.20	22.118	11.3
215	4032.05	21.626	15.1	260	5017.33	22.129	11.5
216	4053.69	21.641	14.9	261	5039.46	22.141	11.6
217	4075.33	21.655	14.7	262	5061.61	22.152	11.6
218	4097.00	21.670	14.5	263	5083.77	22.164	11.7
219	4118.67	21.684	14.3	264	5105.94	22.176	11.6
220	4140.36	21.698	14.0	265	5128.12	22.187	11.5
221	4162.07	21.712	13.8	266	5150.31	22.199	11.3
222	4183.79	21.726	13.6	267	5172.52	22.210	11.1
223	4205.52	21.739	13.3	268	5194.73	22.221	10.7
224	4227.27	21.753	13.1	269	5216.96	22.231	10.3
225	4249.03	21.766	12.8	270	5239.19	22.241	9.7
226	4270.80	21.778	12.5	271	5261.44	22.251	9.0
227	4292.58	21.791	12.3	272	5283.70	22.259	8.2
228	4314.38	21.803	12.0	273	5305.96	22.267	7.3
229	4336.19	21.815	11.8	274	5328.23	22.274	6.3
230	4358.01	21.826	11.5	275	5350.51	22.280	5.2
231	4379.84	21.838	11.3	276	5372.79	22.284	4.0
232	4401.68	21.849	11.0	277	5395.08	22.288	2.7
233	4423.54	21.860	10.8	278	5417.36	22.290	1.3
234	4445.40	21.870	10.5	279	5439.65	22.290	-0.1

Review of Scientific Instruments 26(6) 620 (1955)

## Liquid Helium Level-Finder

JOHN GAFFNEY AND J. R. CLEMENT

United States Naval Research Laboratory, Washington 25, D. C.

(Received March 22, 1955)

IT has been known for some time<sup>1</sup> that spontaneous oscillations may occur in a gas-filled tube inserted in a liquid helium cryostat, especially when the end of the tube remaining at room

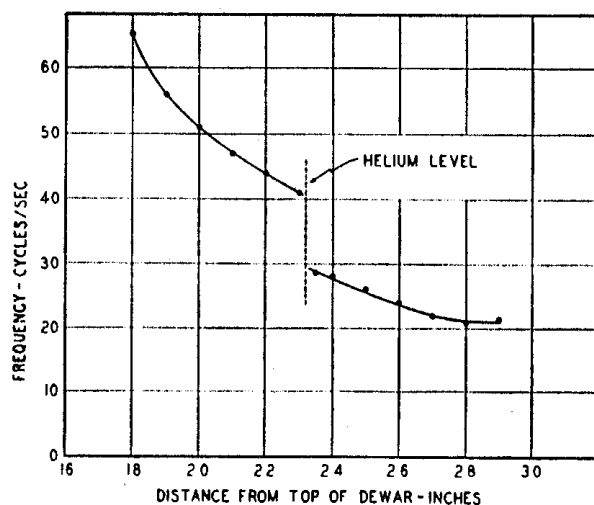


FIG. 1. Frequency of oscillation vs position of cold end for a  $\frac{1}{8}$  in. o.d. tube oscillating in a 25-liter storage Dewar.

temperature is closed. Some experiments were carried out in this Laboratory in an effort to obtain more quantitative data concerning this phenomenon.<sup>2</sup> During the course of these experiments abrupt changes in at least two properties of the oscillations were observed to occur when the cold end of the tube crossed the liquid-vapor boundary. Specifically, when the cold end of a tube containing an oscillating gas column passes from the vapor into the liquid, the frequency of the oscillation decreases about 30 percent, and the intensity of the oscillation decreases about 60 percent. An accurate and extremely simple level finder<sup>3</sup> has been developed which depends on one or both of these abrupt changes for its operation.

For convenience, experiments were performed in a commercially available metal storage Dewar. The body of this Dewar is a sphere about 11 $\frac{1}{2}$  in. in diameter, and it has a filling neck approximately 18 $\frac{1}{2}$  in. long and  $\frac{1}{8}$  in. o.d. When an Inconel tube was inserted in this Dewar, the enclosed gas column began to oscillate when the lower end was approaching the bottom of the filling tube. Figure 1 shows, from that point downward, the course of frequency vs length of tube inserted in the Dewar.

The problem of constructing a level finder which would utilize these effects, yet remain portable and simple to operate, was solved by placing a thin rubber membrane over a machined brass reducer and attaching the reducer to one end of the tube containing the oscillating gas column. A typical construction is illustrated in Fig. 2. The liquid helium level may be easily found by holding the thumb or forefinger over the rubber membrane and noting the point at which the abrupt frequency-intensity change occurs. The reducer at the top of the tube increases the area of contact between the finger and the oscillating gas. With care, helium levels can be measured to within  $\pm 1$  mm.

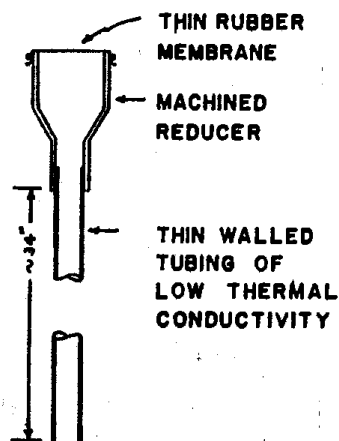


FIG. 2. Sketch of the level finder.

For the tubing containing the oscillating gas column, we have found that  $\frac{3}{16}$  in. o.d. thin-walled (0.008-in.) Inconel works very well. If a much smaller diameter tube is used, air may freeze inside the tube, stopping the oscillations. If much larger diameter tubes are used, the oscillations may become so intense that the liquid surface is disturbed, causing the level to become uncertain. Small sections cut from surgical gloves make rugged and sufficiently sensitive membranes. Thinner membranes give greater sensitivity, but may occasionally be broken by intense oscillations.

Since these spontaneous oscillations also occur in tubes inserted in liquid hydrogen Dewars, this level finder may be used for measuring liquid hydrogen levels.

<sup>1</sup>W. H. Keesom, *Helium* (Elsevier Publishing Company, Houston, Texas, 1942), p. 174.

<sup>2</sup>J. R. Clement and J. Gaffney, Proceedings of the 1954 Cryogenics Engineering Conference, NBS report 3517, February 1955, pp. 227-231.

<sup>3</sup>For a bibliography of level finders, see W. T. Kitts and F. L. Harler, Rev. Sci. Instr. 25, 926 (1954).