



TECNOLOGIA DE VÁCUO PARA MICROSCOPIA ELETRÔNICA

Alexandre Mello de Paula Silva
Lab. Superfície e Nanoestruturas
05/04/2010



Vácuo é uma palavra de origem grega que significa **vazio**

Vácuo é qualquer ambiente com pressão **inferior à atmosférica**

Teoria cinética dos gases rarefeitos

Unidades de Pressão

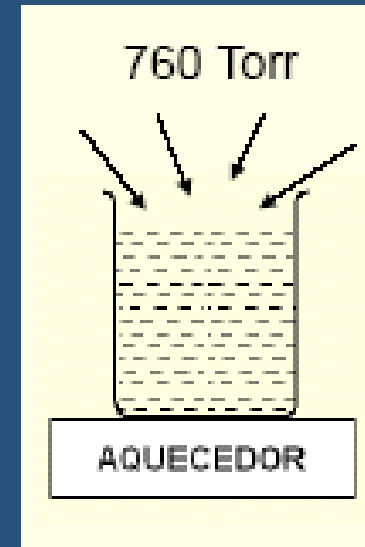
1 atm = 760 mm Hg = 760 Torr = 1,01325 bar = 101.325 Pa

1 atm = 10,33 mca (metros de coluna de água)

Bar é um múltiplo da Bária: 1 bar = 10⁶ bárias

Bária: unidade de pressão no C.G.S (1 bária = dyn/cm²)

Por que não há vácuo absoluto?



Porque Aristóteles acreditava que não havia ?

Porque energia pode se transformar em matéria ($e=mc^2$) ?

- **PRESSÃO DE VAPOR**

(p^*) é a pressão exercida por um vapor quando este está em equilíbrio com o líquido ou sólido que lhe deu origem a uma dada temperatura.

- Água a 20 C $p^* = 17,5 \text{ mmHg} = 17,5 \text{ Torr}$
- Água a 100C $p^* = 1 \text{ atm} = 760 \text{ Torr}$
- Água a 60 C $p^* = 150,4 \text{ mmHg} = 150,4 \text{ Torr}$

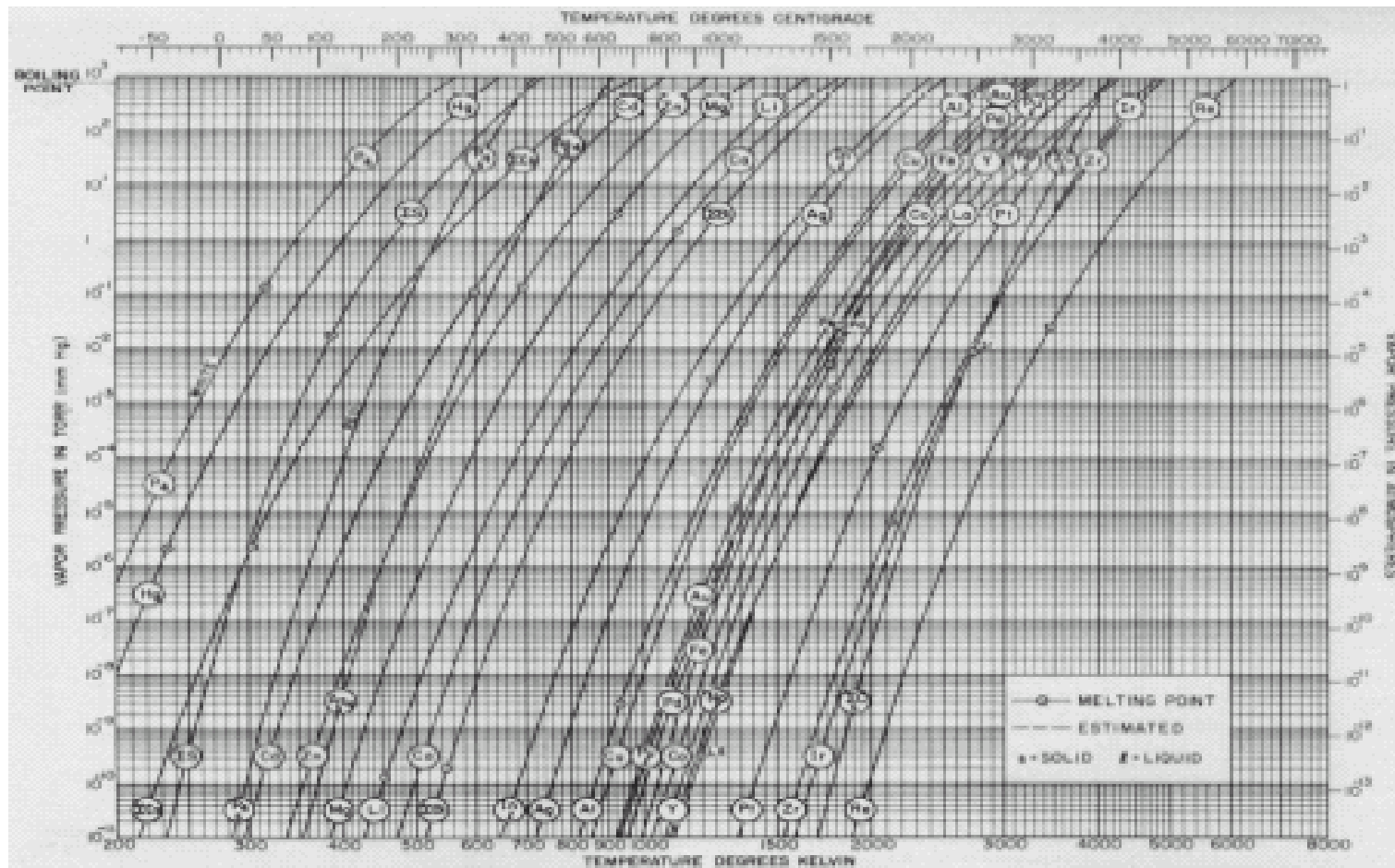


Fig. 3.4: Pressão de vapor de elementos

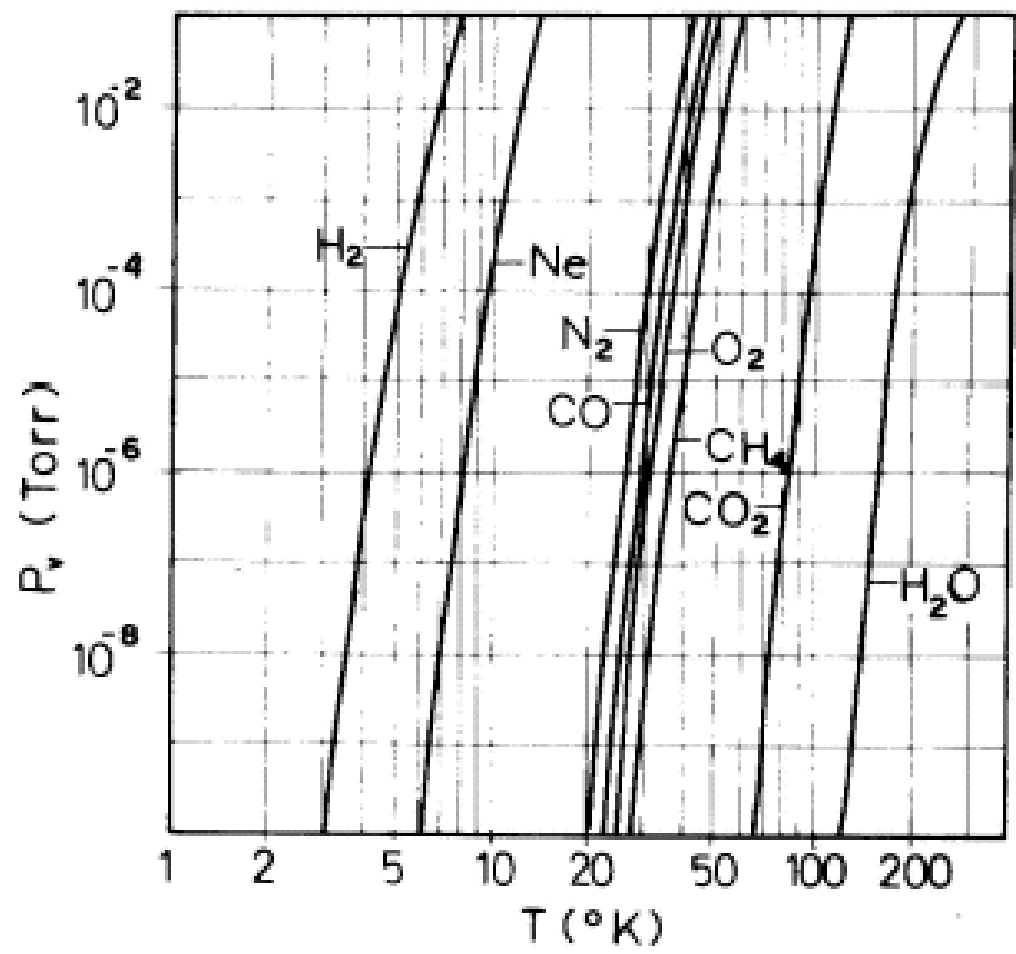


Fig. 3.7: Pressão de vapor de alguns gases



Temperatura (°C) para Pressões de Vapor (Torr)

Elemento	10^{-8}	10^{-7}	10^{-6}	10^{-5}	10^{-4}	10^{-3}	10^{-2}	10^{-1}	10^0
Ag	574	626	685	752	832	922	1027	1162	1322
Al	685	742	812	887	972	1082	1217	1367	1557
Au	807	877	947	1032	1132	1252	1397	1567	1767
Cu	722	787	852	937	1027	1132	1257	1417	1617
Mo	1592	1702	1822	1957	2117	2307	2527	2787	3117
Ta	1957	2097	2237	2407	2587	2807	3057	3357	3707
Ti	1062	1137	1227	1327	1442	1577	1737	1937	2177
W	2117	2247	2407	2567	2757	2977	3227	3537	3917
Zn	123	147	177	209	247	292	344	408	487

http://www.topometrix.com/learning/learning_vaporelements.asp



Descrição Faixa

Low Vacuum-

Baixo vácuo 760 a 25 Torr

Vacuum-

Médio vácuo 25 a 10^{-3} Torr

High Vacuum -

Alto vácuo 10^{-3} Torr a 10^{-6} Torr

Very High Vacuum

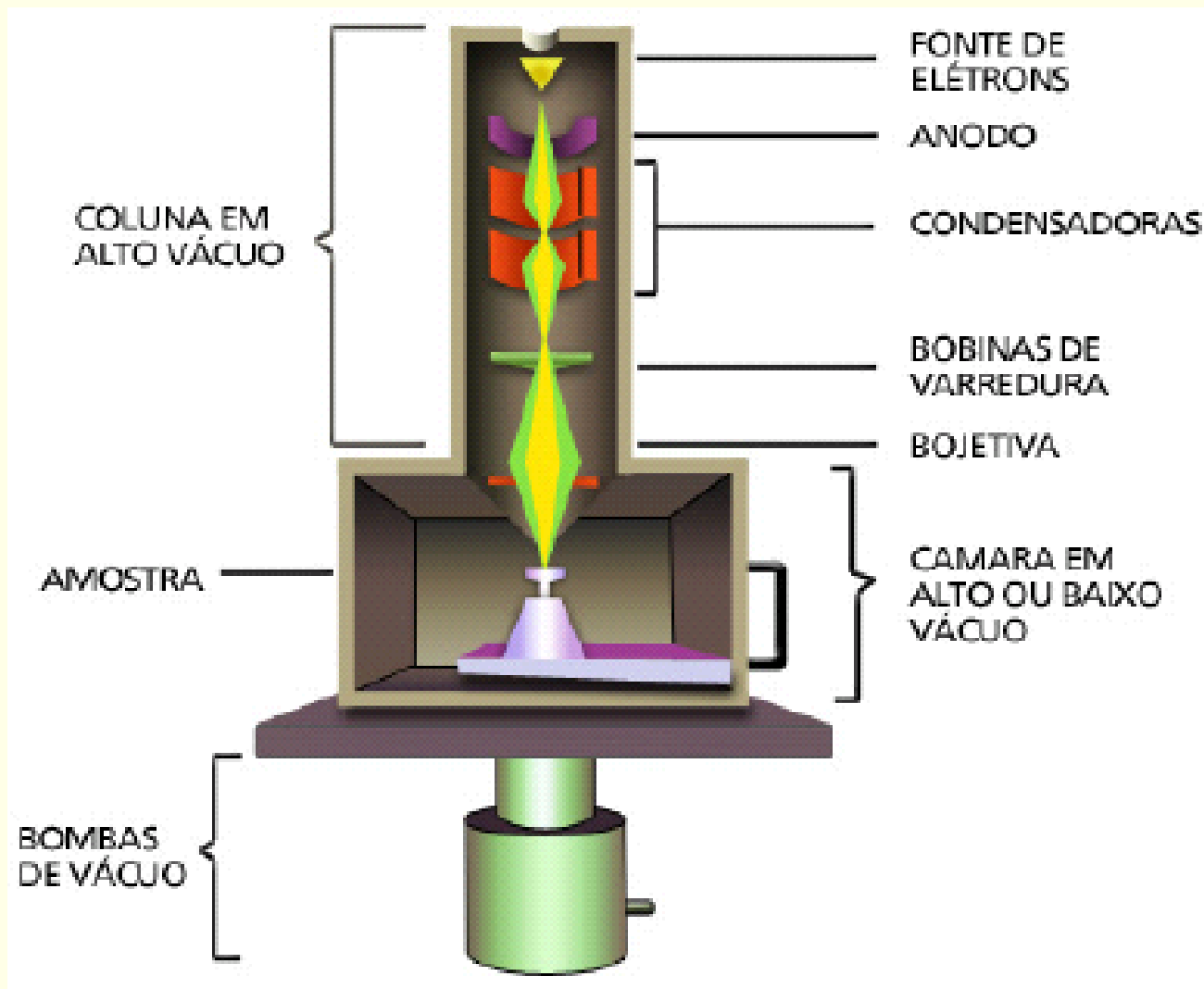
Altíssimo vácuo 10^{-6} Torr a 10^{-9} Torr

UHV Ultra High Vacuum

Ultra alto vácuo 10^{-9} Torr a 10^{-12} Torr

Extreme UltraHigh vacuum

Extremo ultra alto vácuo $p < 10^{-12}$ Torr





LIVRE CAMINHO MÉDIO

Por que as colunas em um MEV ou MET estão em vácuo?

$$\lambda \text{ (cm)} = \frac{5 \times 10^{-3}}{p \text{ (Torr)}}$$

$$\left\{ \begin{array}{l} p = 10^{-3} \text{ Torr} \Rightarrow \lambda = 5 \text{ cm} \\ p = 10^{-4} \text{ Torr} \Rightarrow \lambda = 50 \text{ cm} \\ p = 10^{-5} \text{ Torr} \Rightarrow \lambda = 500 \text{ cm} \\ p = 10^{-6} \text{ Torr} \Rightarrow \lambda = 5000 \text{ cm} \end{array} \right.$$



O nível de vácuo é determinado pelo **tipo de filamento** utilizado:

- Tungstênio $\Rightarrow 10^{-3}$ Pa ($7,5 \times 10^{-6}$ Torr)
- Cristal de LaB_6 $\Rightarrow 10^{-5}$ Pa ($7,5 \times 10^{-8}$ Torr)
- FEG $\Rightarrow 10^{-7}$ e 10^{-8} Pa ($7,5 \times 10^{-10}$ a $7,5 \times 10^{-11}$ Torr)

Qualidade do vácuo !

BOMBAS DE VÁCUO

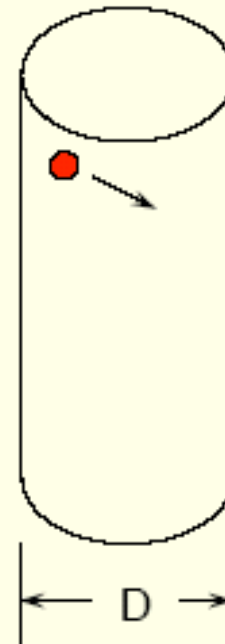


REGIMES DE ESCOAMENTO

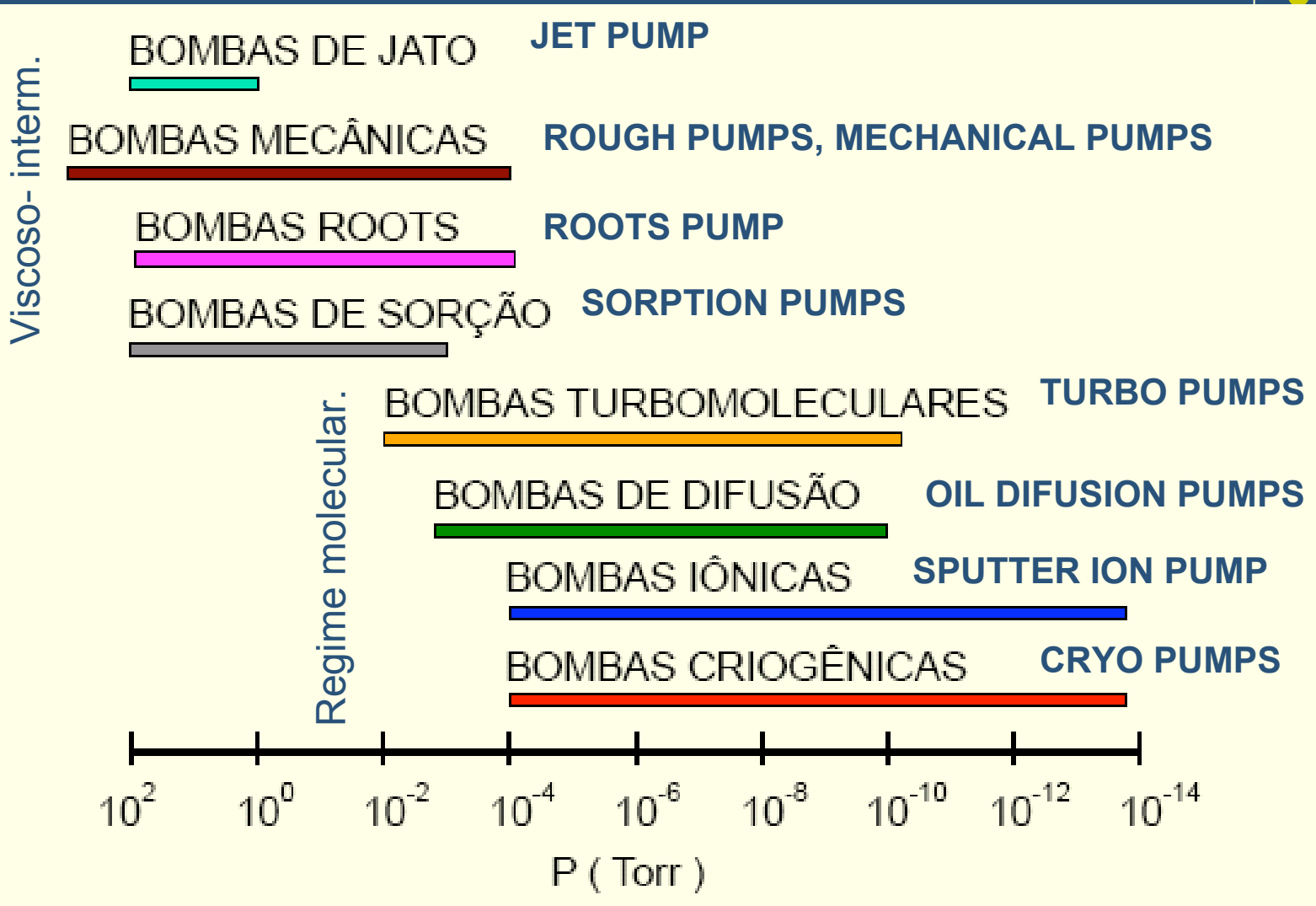
Escoamento Viscoso $\Rightarrow \lambda \ll D$

Escoamento Intermediário $\Rightarrow \lambda \cong D$

Escoamento Molecular $\Rightarrow \lambda \gg D$



FAIXA DE PRESSÃO DAS BOMBAS DE VÁCUO





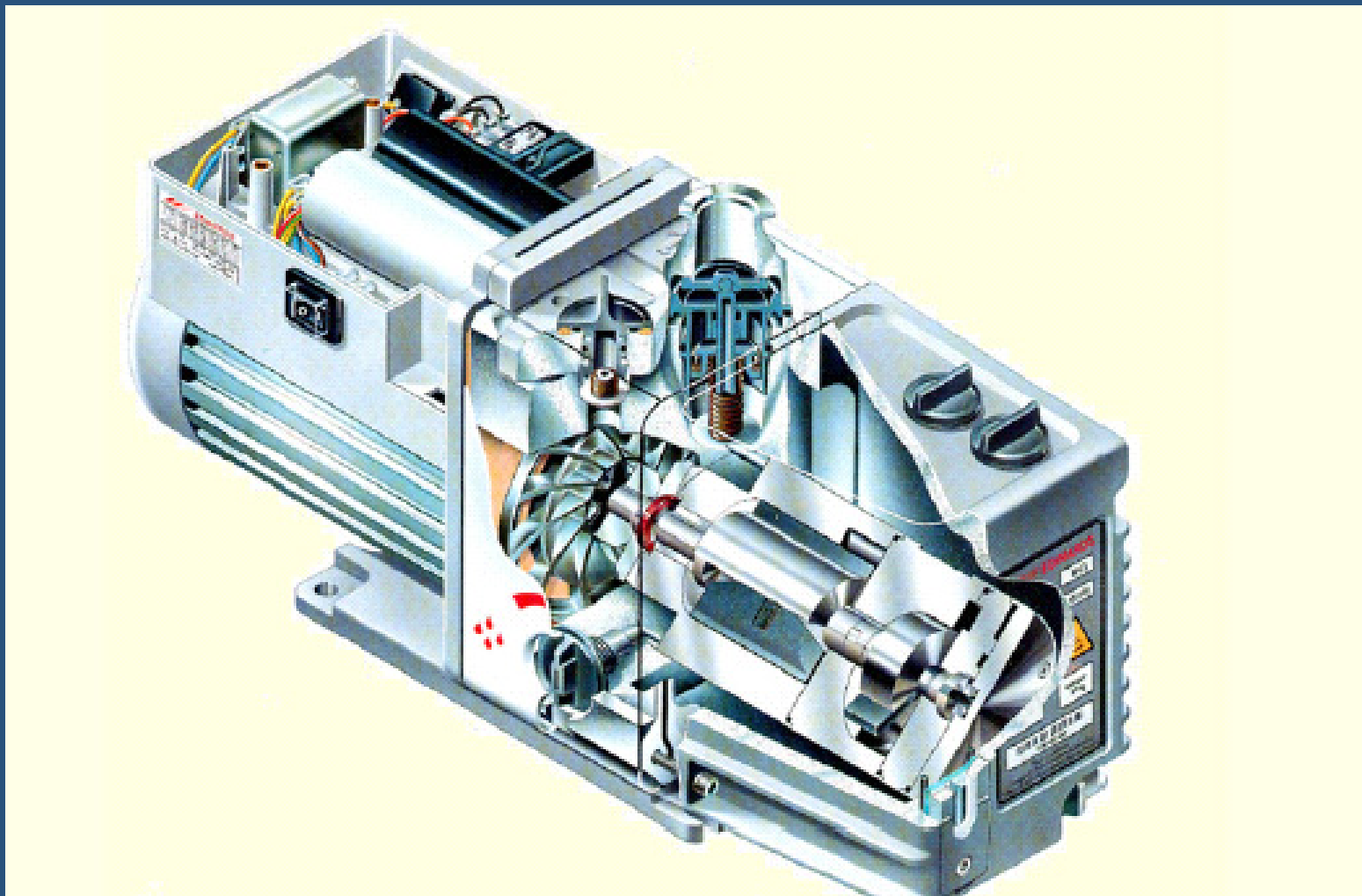
BOMBAS DE DESLOCAMENTO POSITIVO E CENTRÍFUGAS

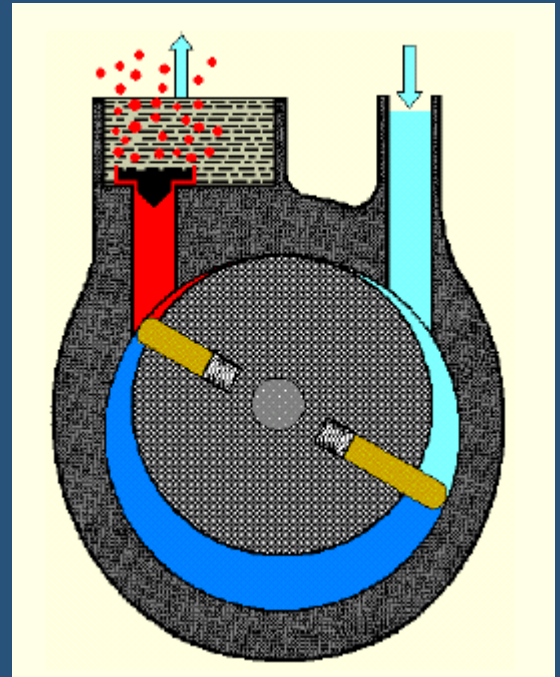
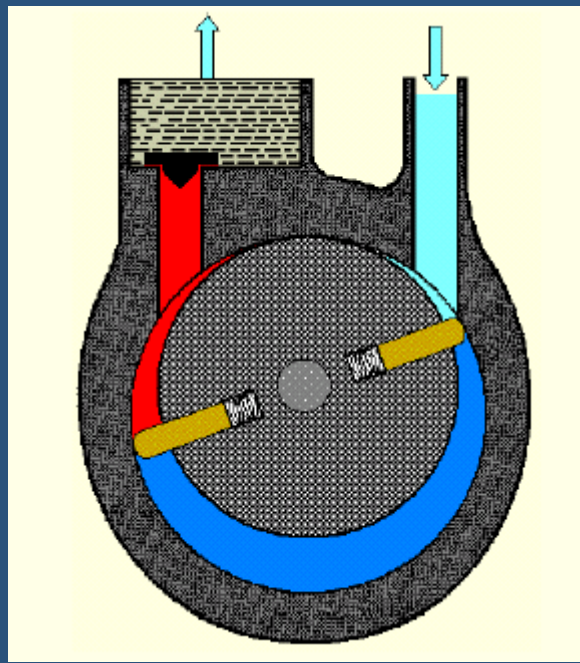
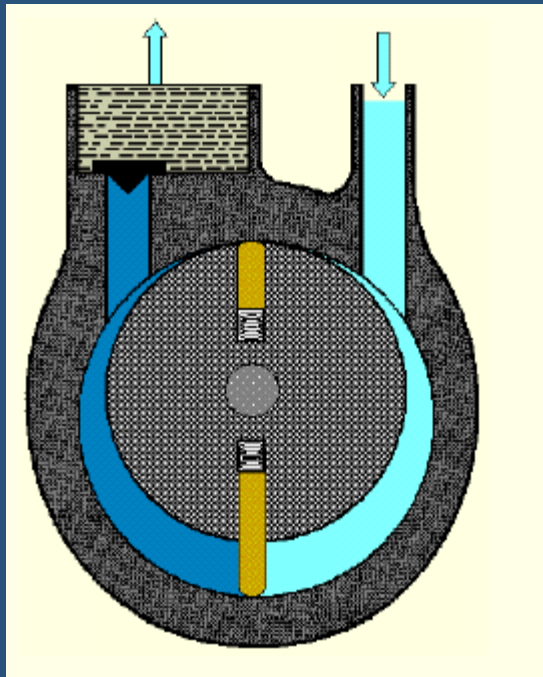
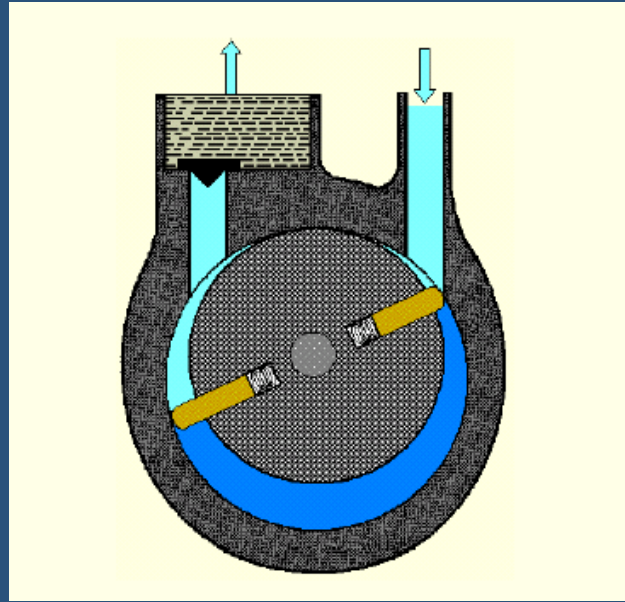
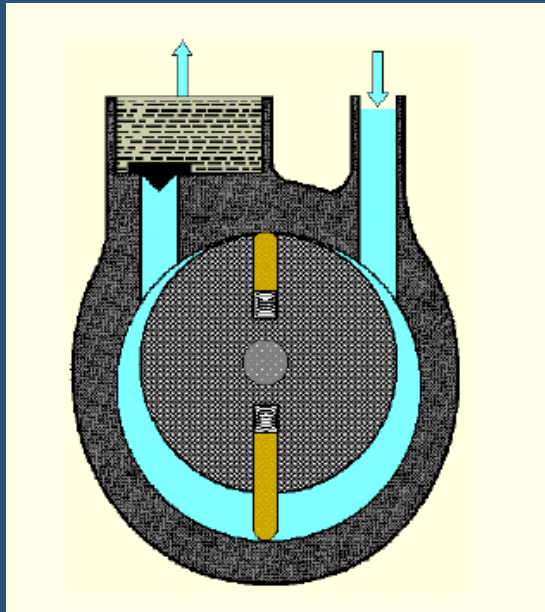
BOMBEAMENTO NO REGIME VISCOOSO E INTERMEDIÁRIO

BOMBA DE ANEL LÍQUIDO SELADA A ÓLEO OU BOMBA MECÂNICA

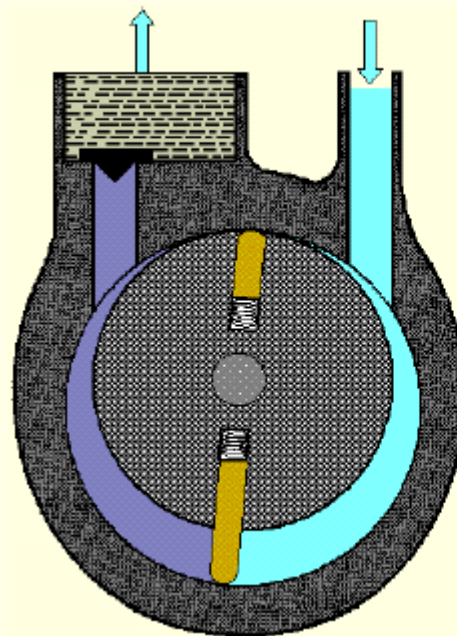
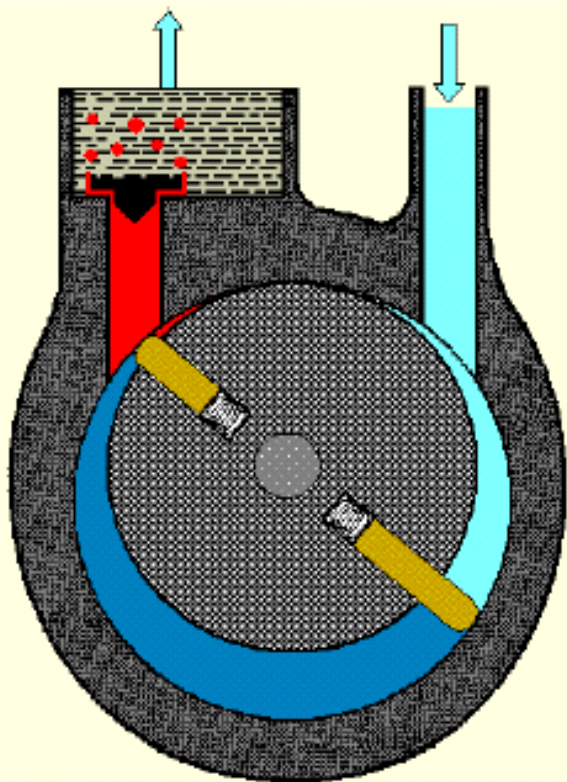


BOMBA DE ANEL LÍQUIDO SELADA A ÓLEO OU BOMBA MECÂNICA





BOMBA DE ANEL LÍQUIDO SELADA A ÓLEO OU BOMBA MECÂNICA: VAPORES CONDENSADOS



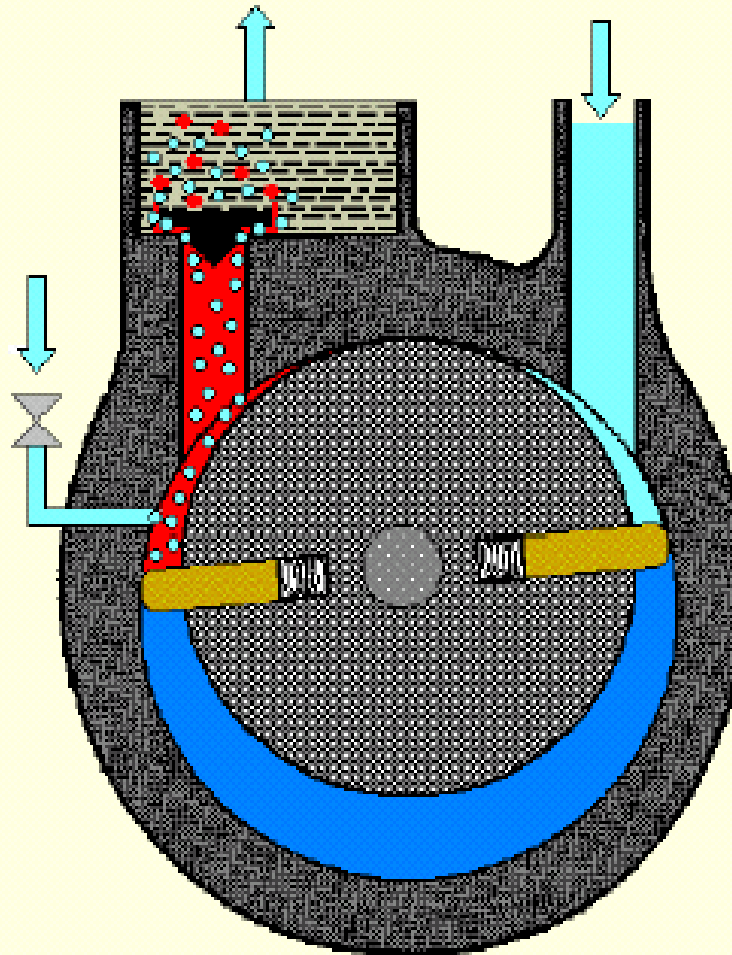
$$p_{\text{H}_2\text{O}}^* (20 \text{ }^\circ\text{C}) = 23,3 \text{ mbar}$$
$$p_{\text{H}_2\text{O}}^* (60 \text{ }^\circ\text{C}) = 200,0 \text{ mbar}$$

$$\frac{200,0 \text{ mbar}}{23,3 \text{ mbar}} = 8,6$$

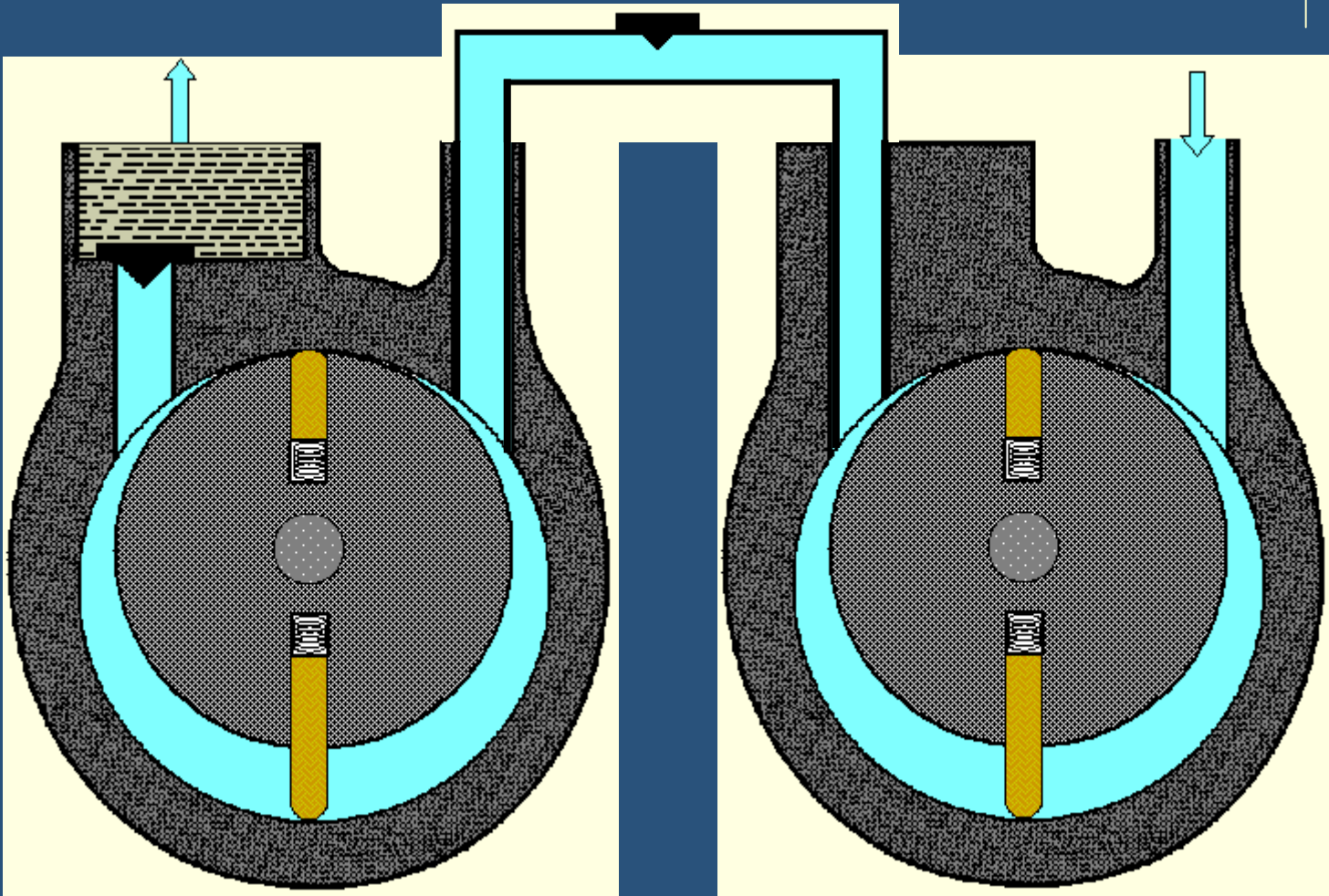
BOMBA DE ANEL LÍQUIDO SELADA A ÓLEO OU BOMBA MECÂNICA: VAPORES CONDENSADOS



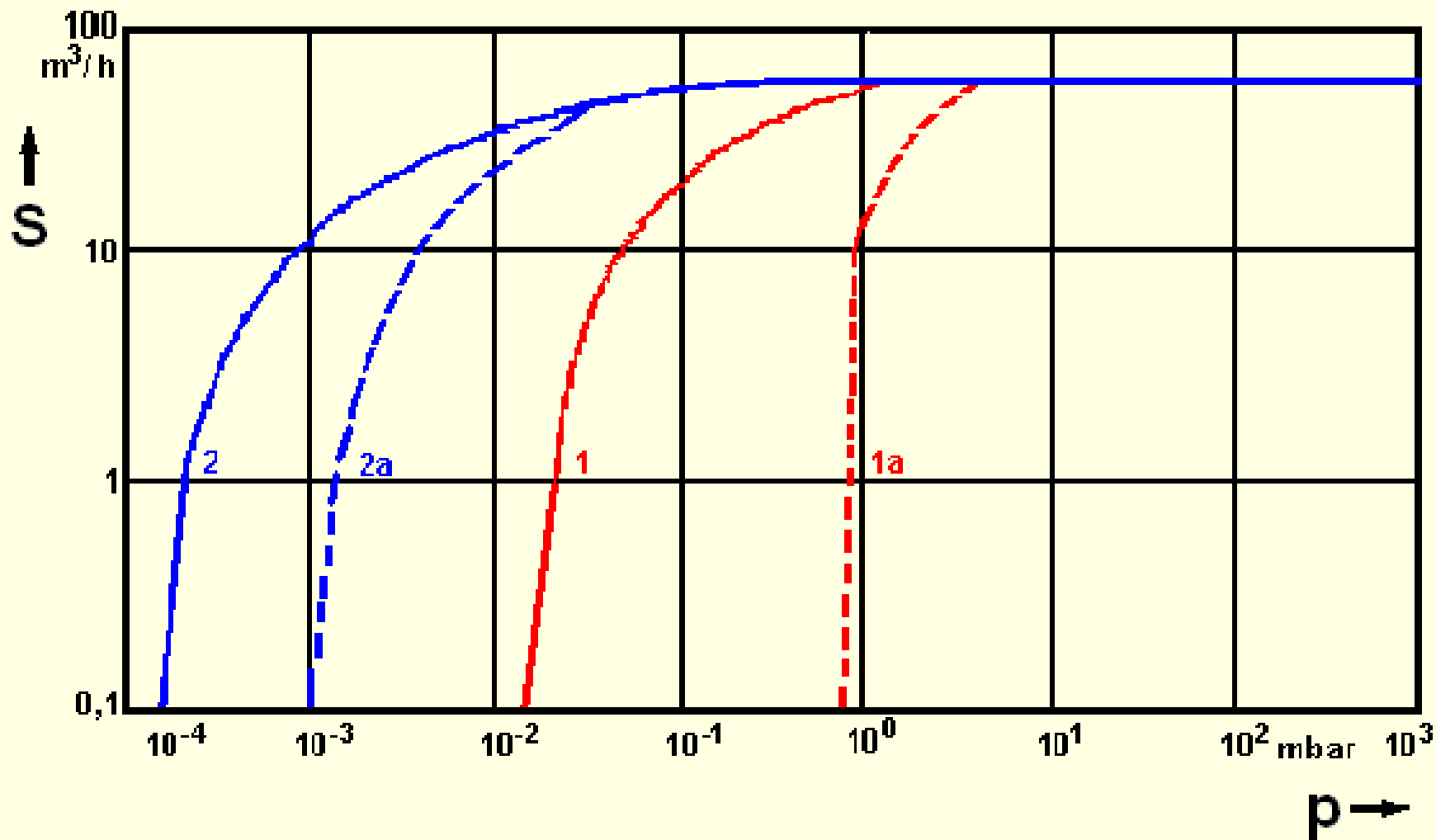
Gas ballast



BOMBA DE ANEL LÍQUIDO SELADA A ÓLEO OU BOMBA MECÂNICA: DUPLO ESTÁGIO



BOMBA DE ANEL LÍQUIDO SELADA A ÓLEO OU BOMBA MECÂNICA: VELOCIDADE DE BOMBEAMENTO



BOMBAS ISENTAS DE ÓLEO

BOMBAS DE DIAFRAGMA



VARIO diaphragm pumps always consist of a vacuum pump combined with a vacuum controller with separate vacuum gauge head.
For detailed information on the Vacuum Controller CVC 2000^{II} see page 129.



MV 10C VARIO



MD 4C VARIO

SPECIAL ADVANTAGES

- Optimum control of predetermined vacuum
- Fully automatic adaptation of the vacuum to actual process parameters (distillation, drying, etc.)
- Always the appropriate pumping speed, regardless of size and gas volume
- Unrivalled lifetime of diaphragms; minimum service and maintenance costs
- Interactive communication by serial interface RS 232C

MV 10C VARIO four-stage

..... 8.2 m³/h

..... 4.8 cfm

..... 137 l/min

..... 0.6 mbar

..... 0.45 Torr

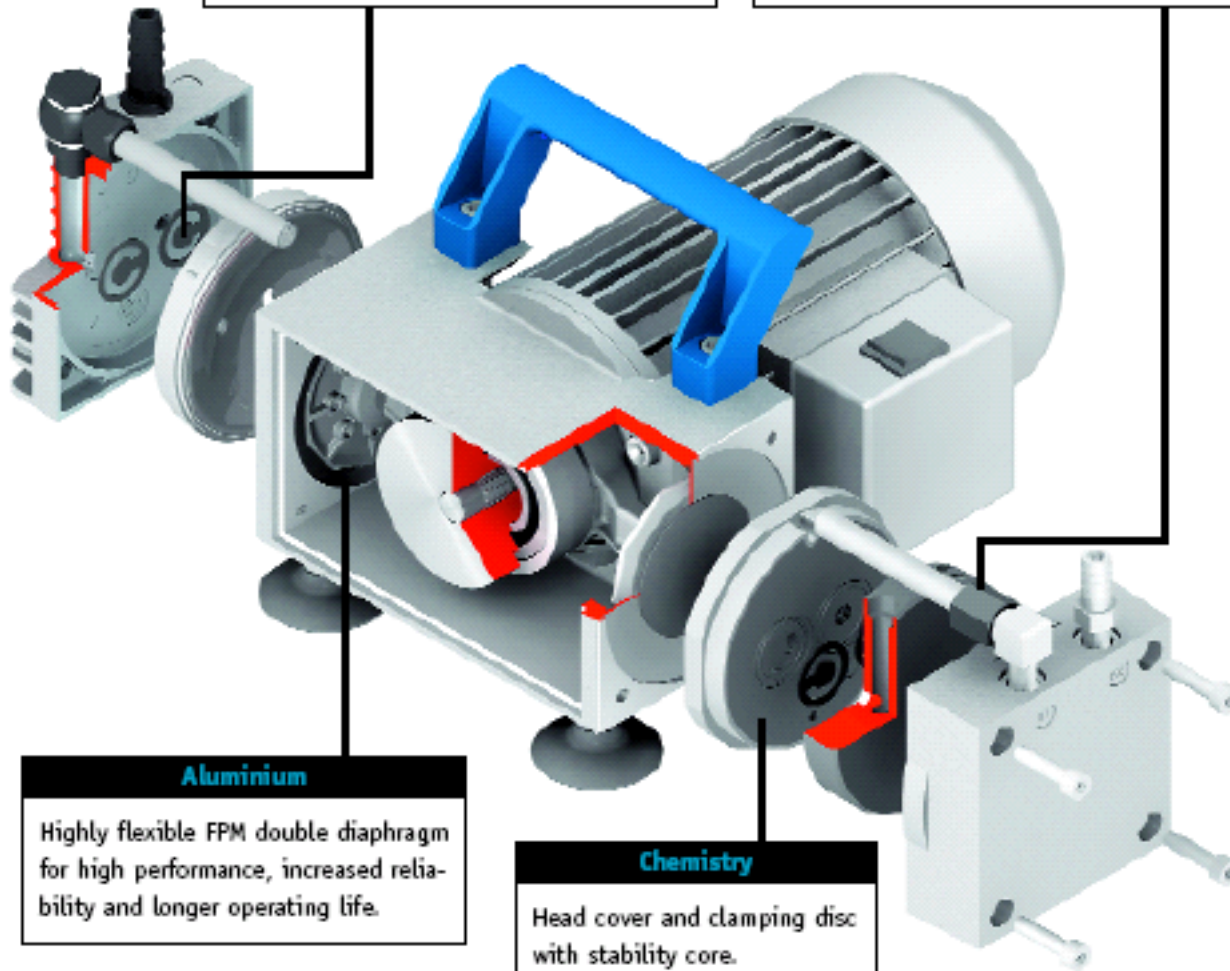


Aluminium

FPM valves with outstanding lifetime.
High performance due to large swept volume combined with minimal dead space.

Chemistry

High chemical resistance: All major parts in contact with pumped media are made from fluoroplastics; PTFE sandwich diaphragms and perfluoroelastomer or PTFE valves.



Aluminium

Highly flexible FPM double diaphragm for high performance, increased reliability and longer operating life.

Chemistry

Head cover and clamping disc with stability core.



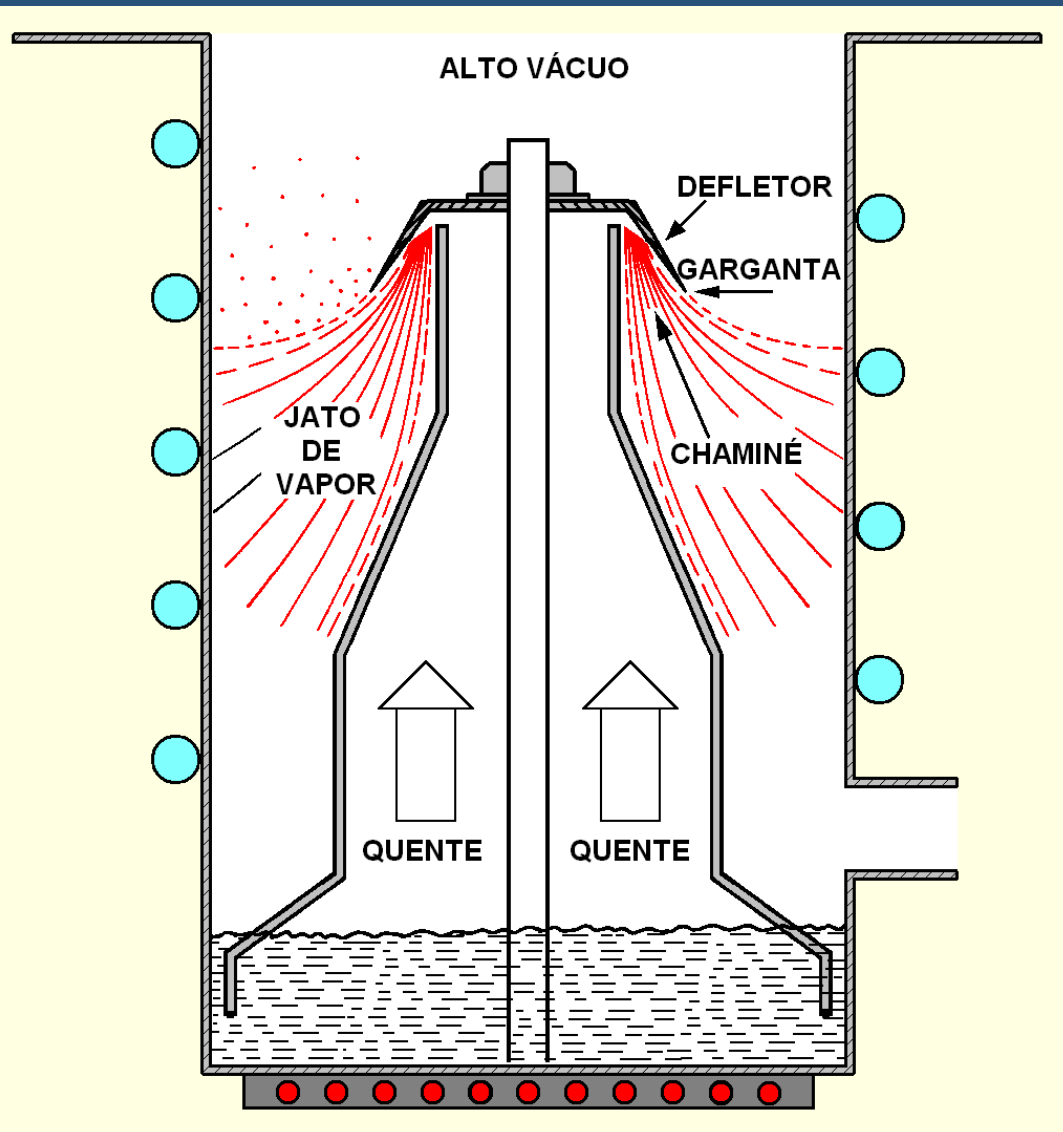
BOMBAS CINÉTICAS

BOMBEAMENTO NO REGIME MOLECULAR

BOMBA DIFUSORAS OU DE DIFUSÃO (DIFUSION PUMPS BACKING PUMPS)



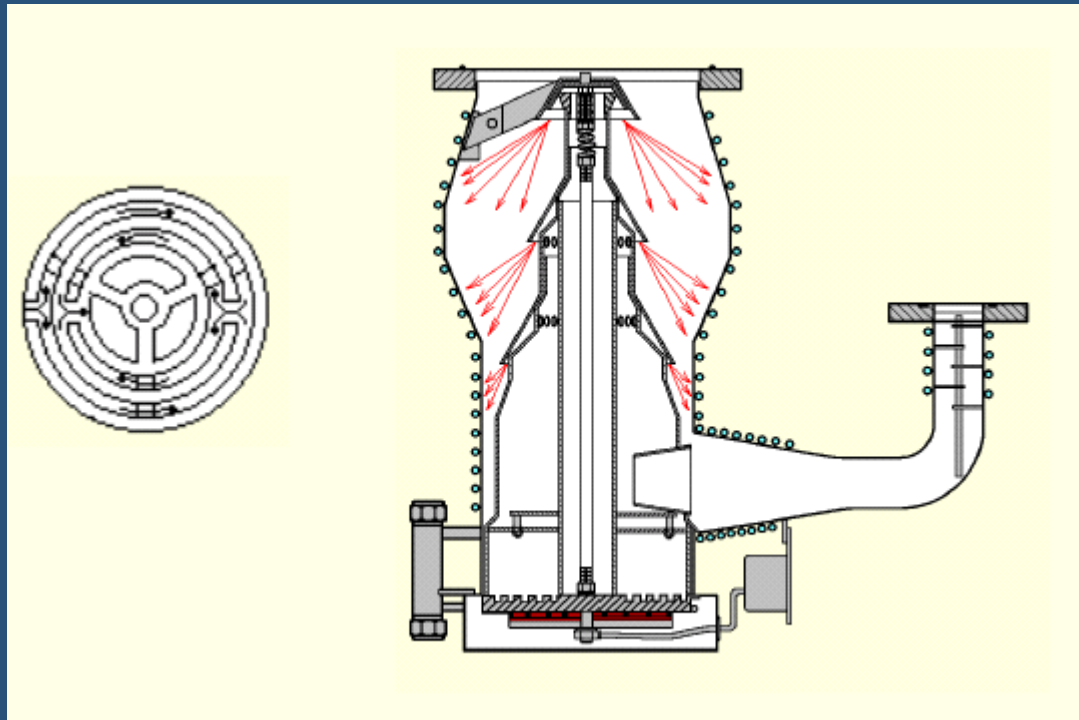
BOMBA DIFUSORAS OU DE DIFUSÃO (DIFUSION PUMPS, BACKING PUMPS)





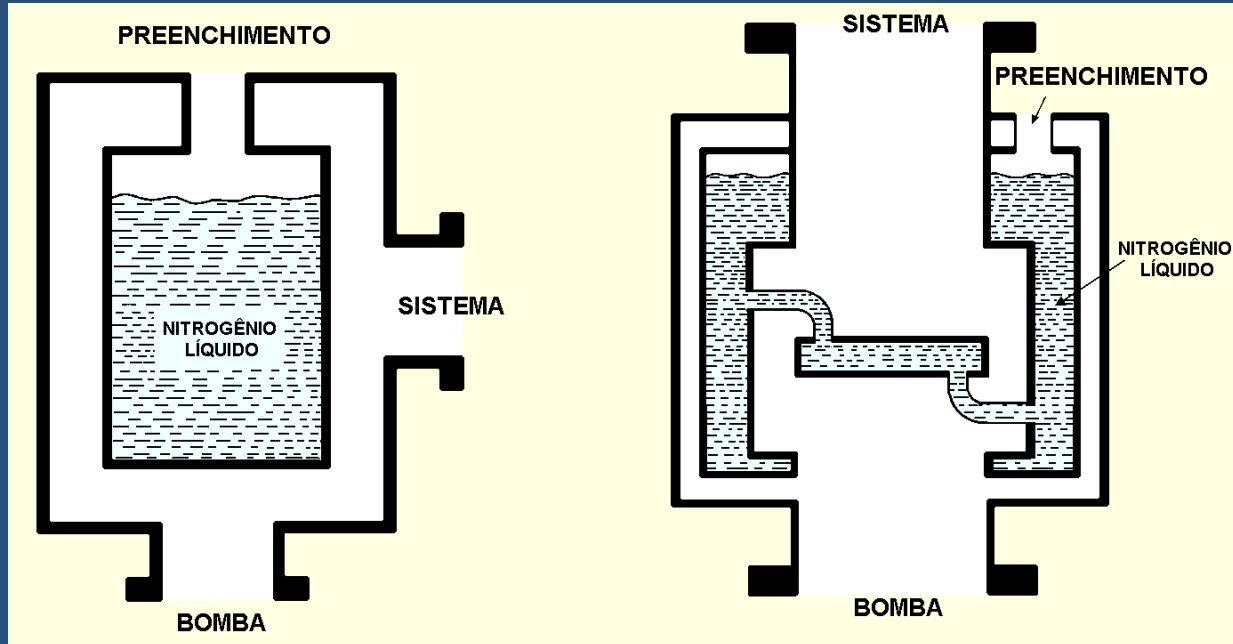
BOMBA DIFUSORAS

RETORNO DE VAPORES PARA O SISTEMA BACK STREAMING



BOMBA DIFUSORAS

ARMADILHAS CRIOGÊNICA (TRAPS) E ARMADILHAS DE ÁGUA GELADA (BAFFLES) VÁCUO FINAL (pf)



Óleos

Santovac 5	$p^* = 4 \times 10^{-10}$ Torr	(pf ~ 10^{-9})
Fomblim	$p^* = 10^{-9}$ Torr	(pf ~ 10^{-8})
Silicone DC704	$p^* = 10^{-8}$ Torr	(pf ~ 10^{-7})

BOMBA TURBOMOLECULARES



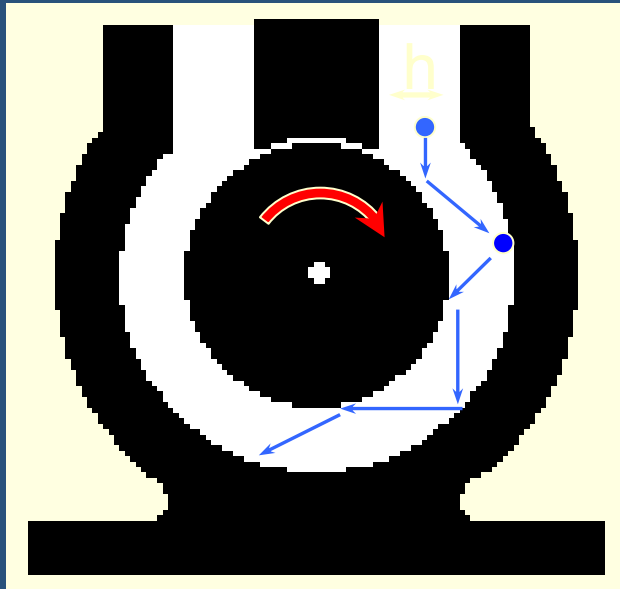
Flange
ISO



PRÍNCIPIO DE FUNCIONAMENTO: ADSORÇÃO

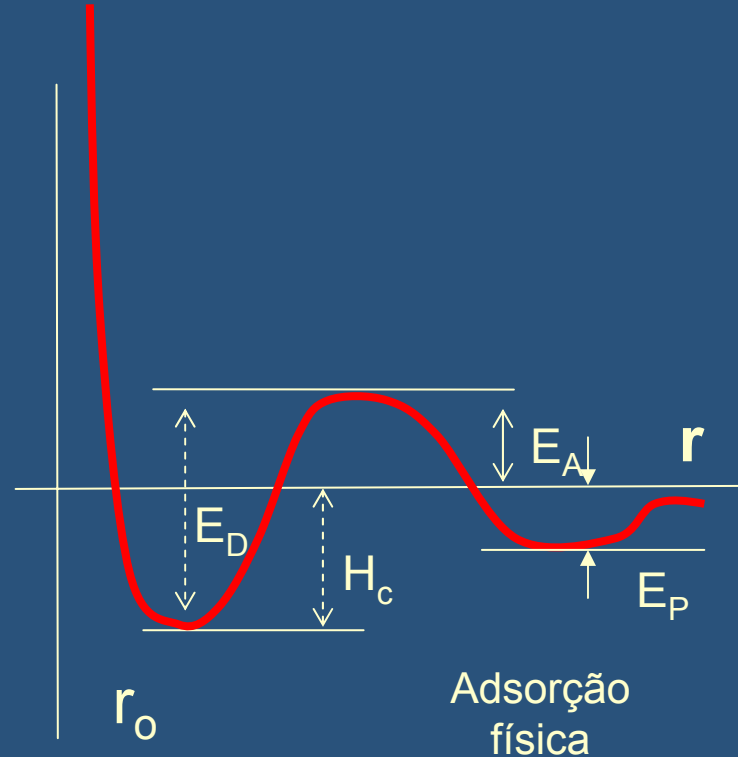


- Adsorção física e química nas paredes da bomba +
- Mudança da direção do movimento das moléculas



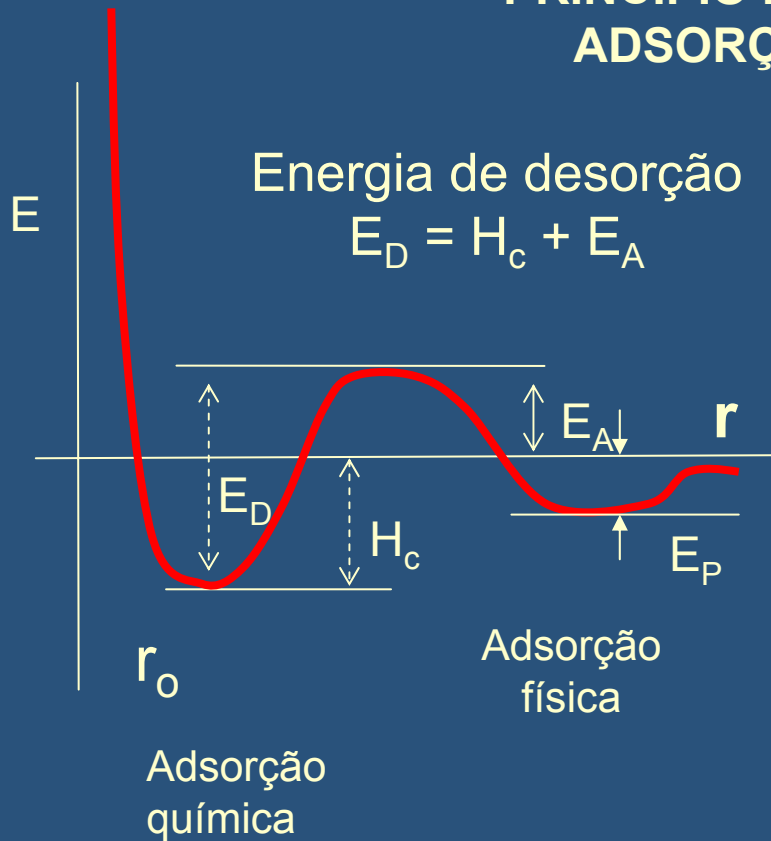
Bomba de Gaede (1913)

vel. de bombeamento $S = 1,5$ l/s a uma 8200 rpm e com taxa de compressão de 10^5 .



Adsorção química

PRÍNCIPIO DE FUNCIONAMENTO: ADSORÇÃO NAS PAREDES



H_c é o calor de adsorção

E_A a energia de ativação.

E_D pode ser transferida à molécula por meios térmicos, aquecendo a superfície (backing)

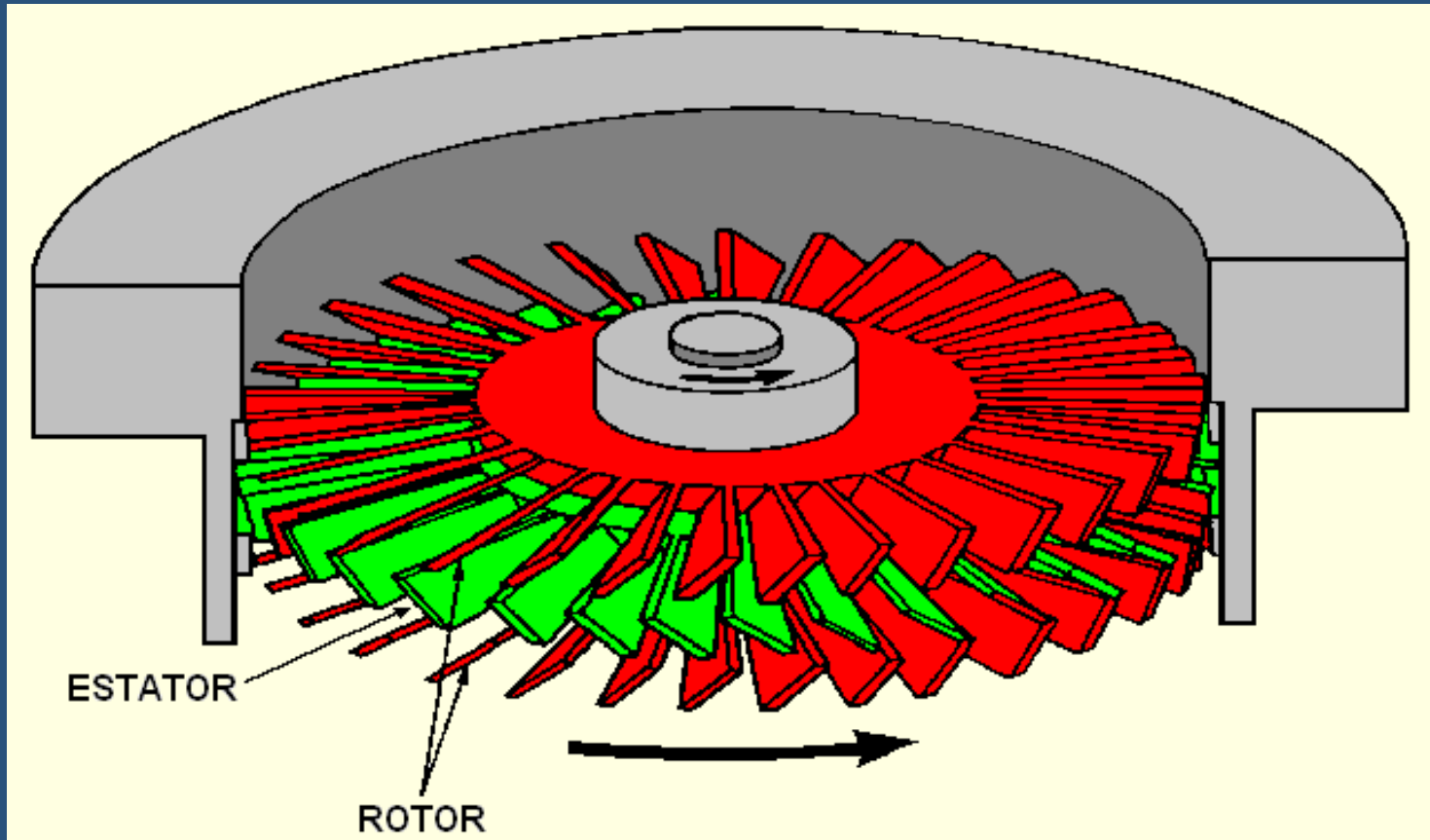
ou mecânico por bombardeamento da camada adsorvida por íons pesados (sputtering)

$E_D \leq 20$ kcal/mol adsorção física (Forças fracas de Van der Waals)
Argônio adsorvido em tungstênio $E_D = 1,9$ Kcal/mol

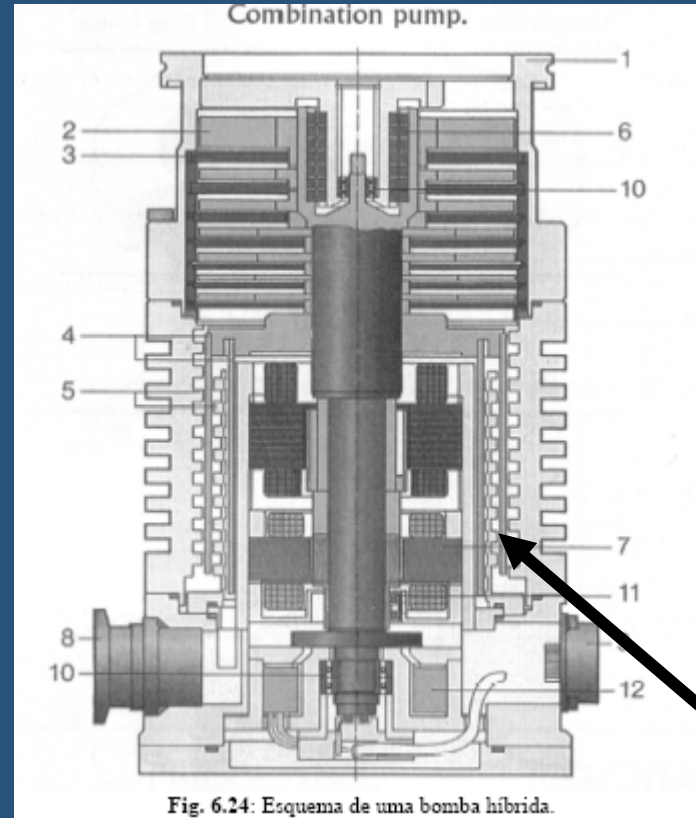
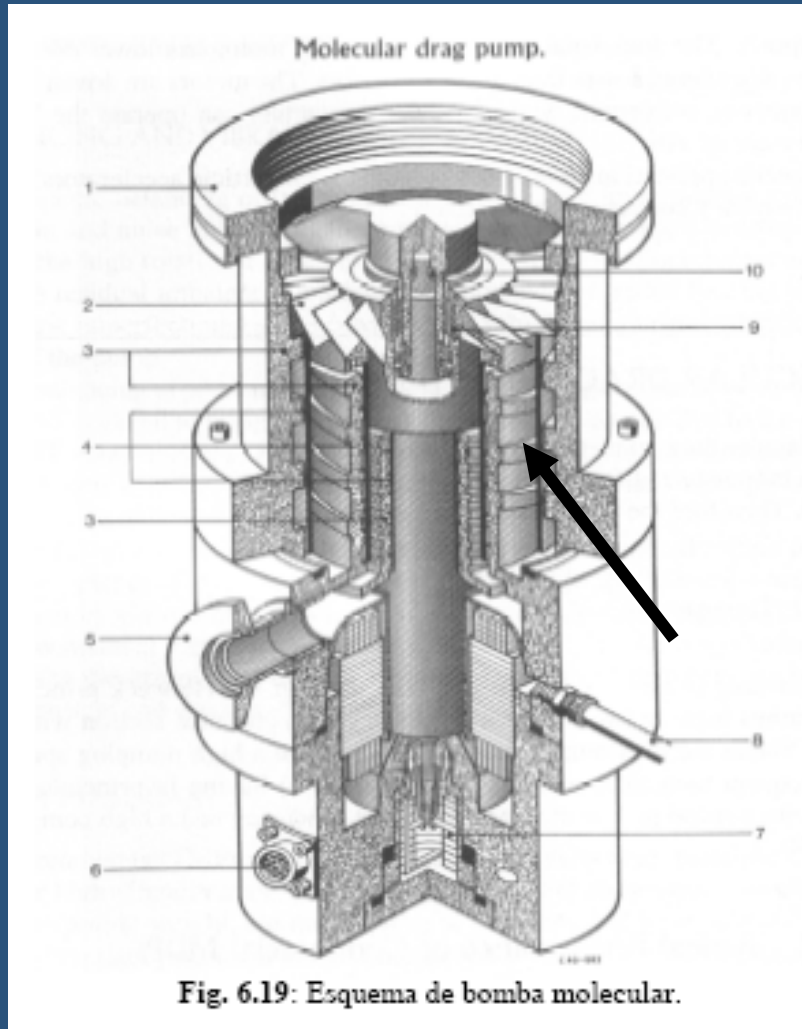
$E_D \geq 20$ kcal/mol quimissorção (forças fortes nas ligações químicas)
Oxigênio adsorvido em níquel $E_D = 115$ kcal/mol

BOMBA TURBOMOLECULARES

- Adsorção física e química nas paredes da bomba
- +
- Mudança da direção do movimento das moléculas



BOMBA TURBOMOLECULARES COM ARRASTE TURBO DRAG PUMPS



Rosca
Labirinto

Altas taxas de compressão
permitem bombas de apoio de alta
pressão como as bombas de
diafragma – isentas de óleo:
Qualidade do vácuo



BOMBAS DE ADSORÇÃO E FIXAÇÃO

CRYO PUMPS

**ION PUMPS
ION GETTER PUMPS**

Ti SUBLIMATION PUMPS

**BOMBEAMENTO NO REGIME
MOLECULAR**

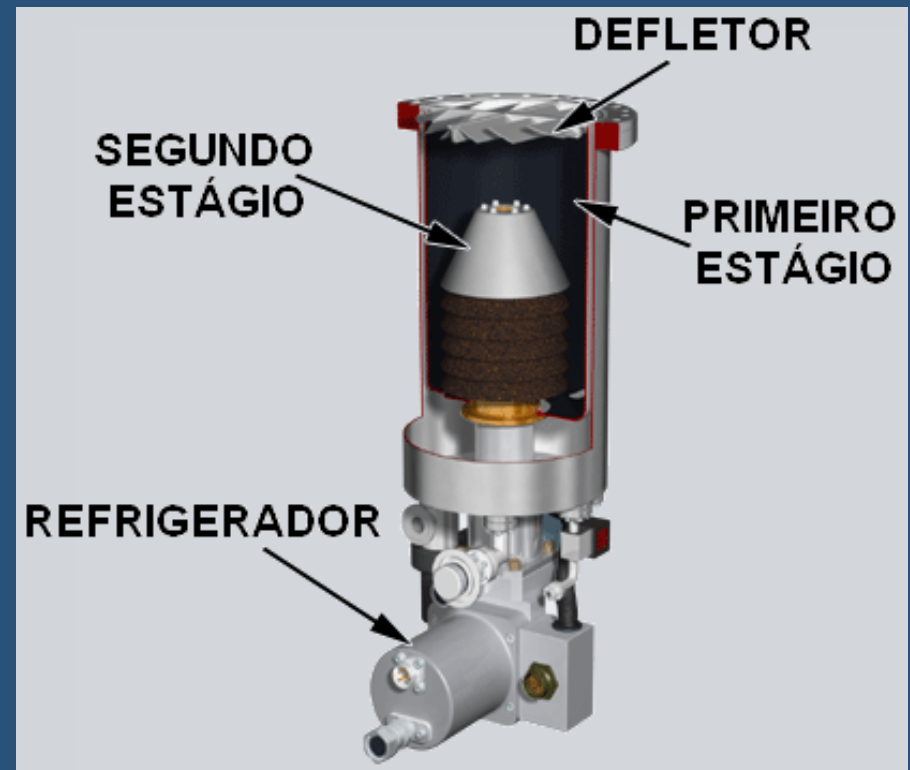
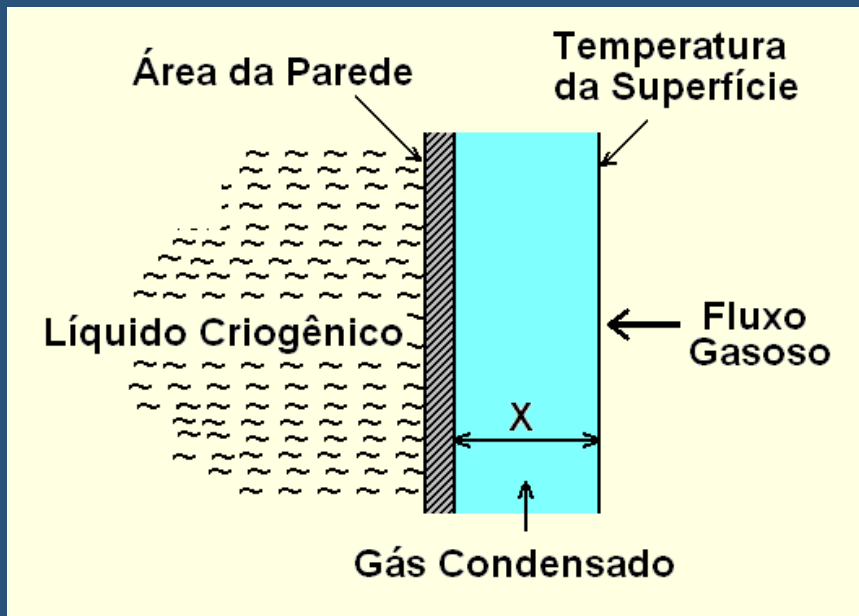
BOMBAS CRIOGÊNICAS

Cryo pumps



Paredes frias » $E_{\text{Térmica}} < E_{\text{desorção}}$

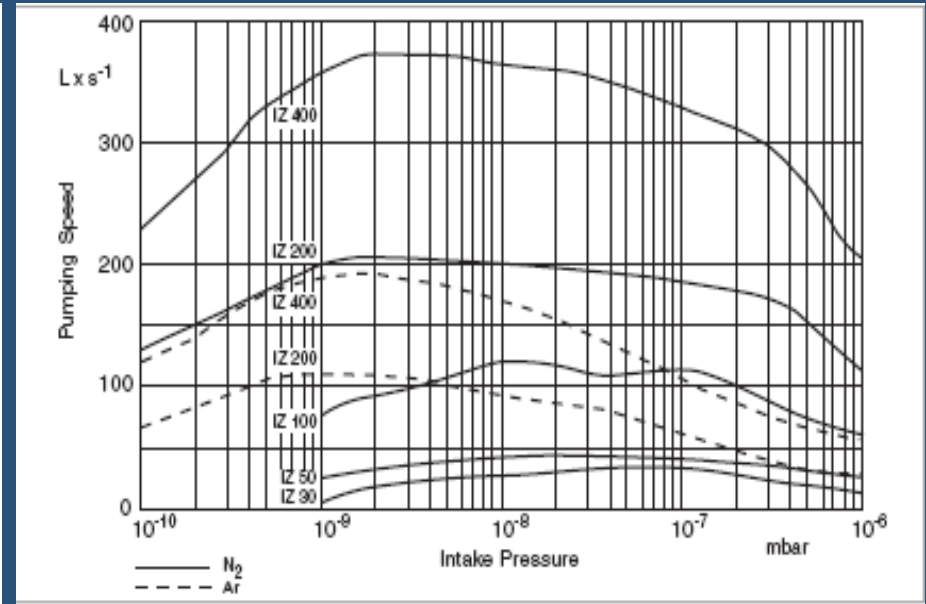
$T \approx 4\text{K a } 15\text{K}$



BOMBAS IÔNICAS

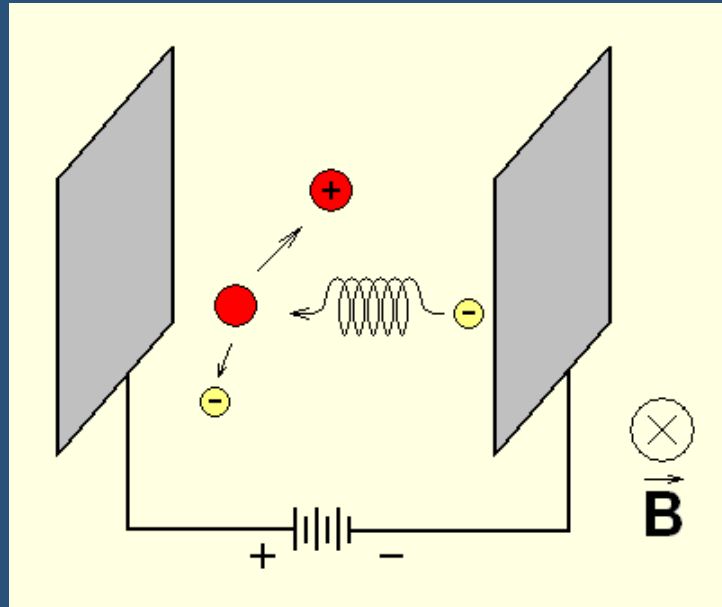
SPUTTER ION PUMPS

ION PUMPS



BOMBAS IÔNICAS

Pulverização catódica e implantação iônica



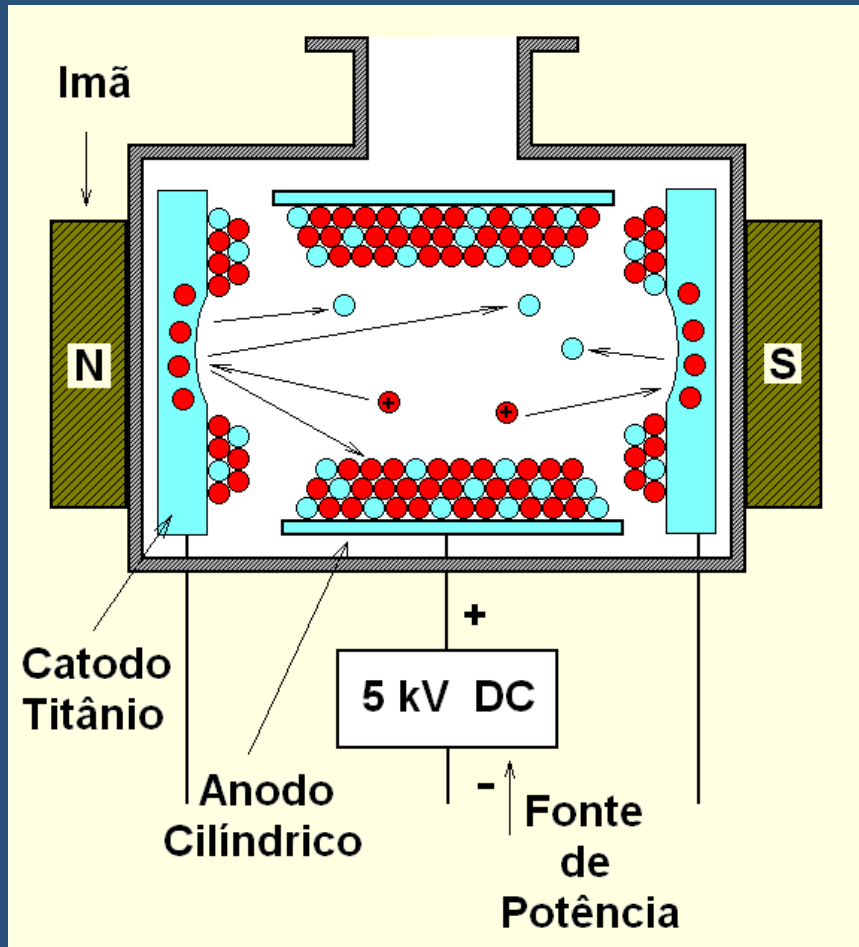
Descarga de Penning

Forças de Lorentz confinam os elétrons e aumentam a ionização das moléculas do gás

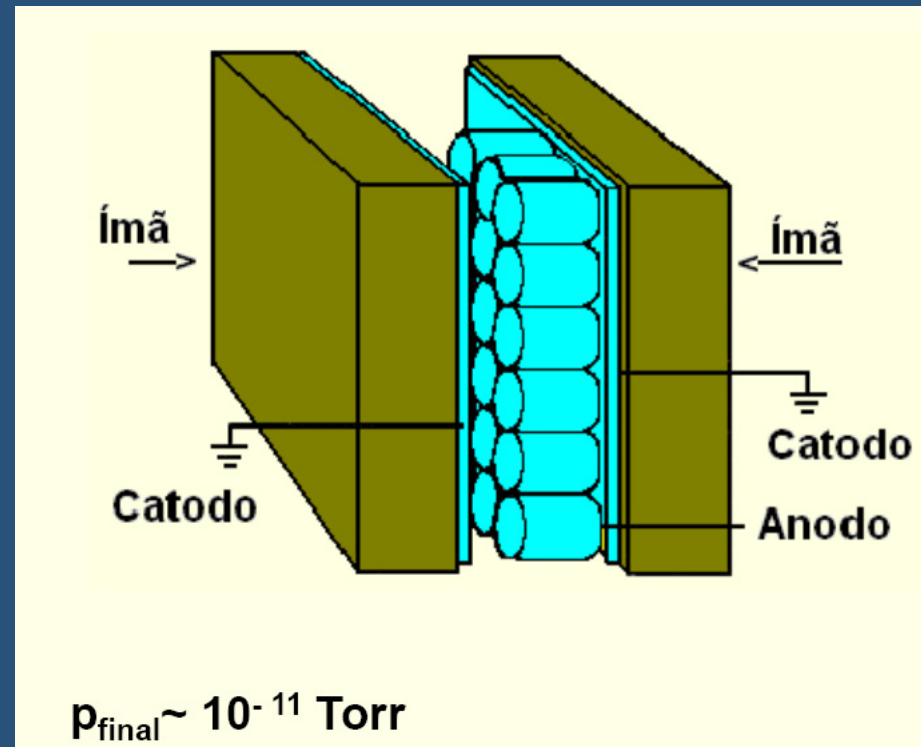
Os íons + se chocam com o catodo provocando pulverização catódica (sputtering) do seu material e/ou implantação no mesmo (burying)

BOMBAS IÔNICAS

Ion Pumps

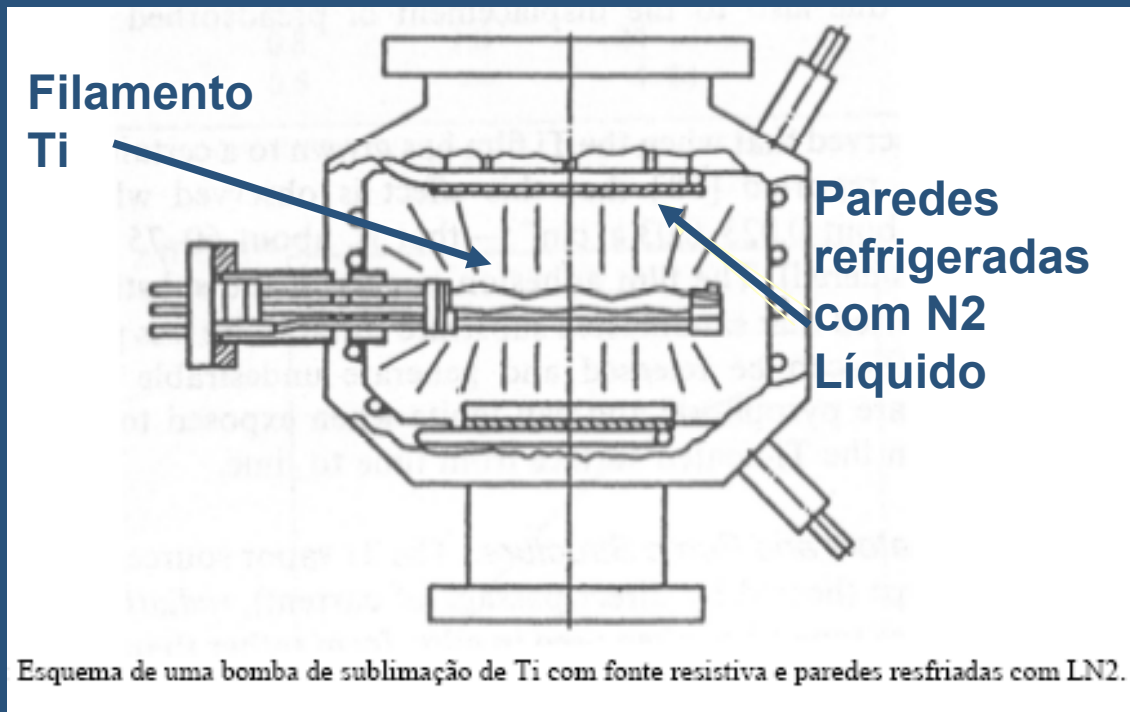


Implantação dos gases
Nas paredes da bomba



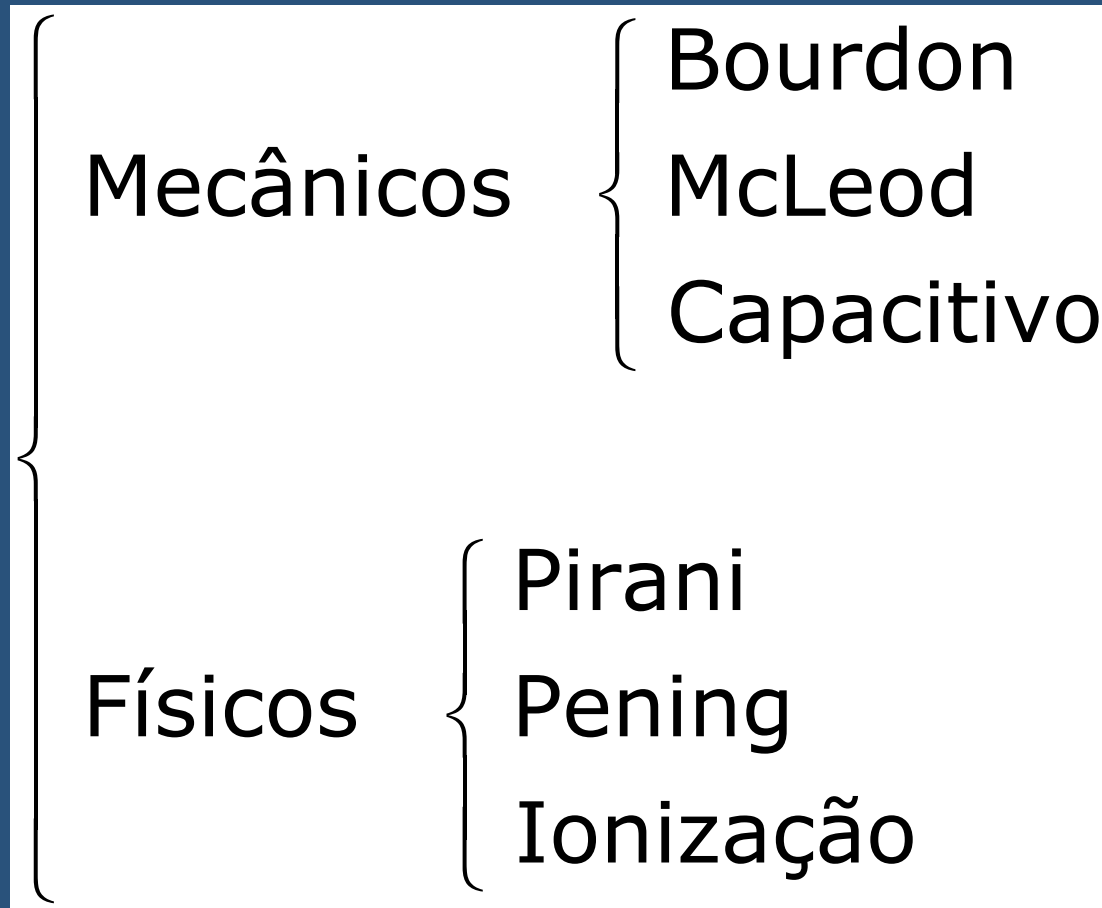
BOMBAS DE FIXAÇÃO QUÍMICA

Getter Pumps Ti Sublimation Pumps



$$P_f = 10^{-12} \text{ torr.}$$

MEDIDORES DE PRESSÃO

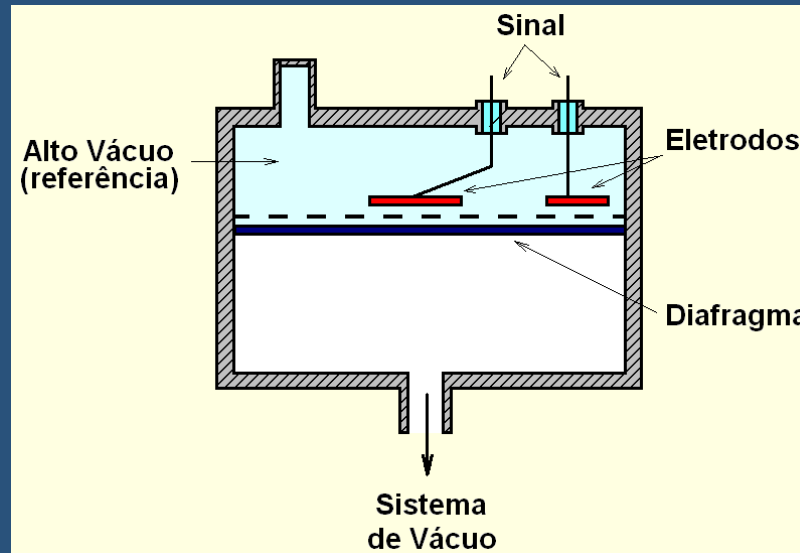


MEDIDORES DE PRESSÃO



McLeod : Capilar de mercúrio
Manômetro Absoluto 10^{-6} Torr
Sensível, frágil e escala limitada

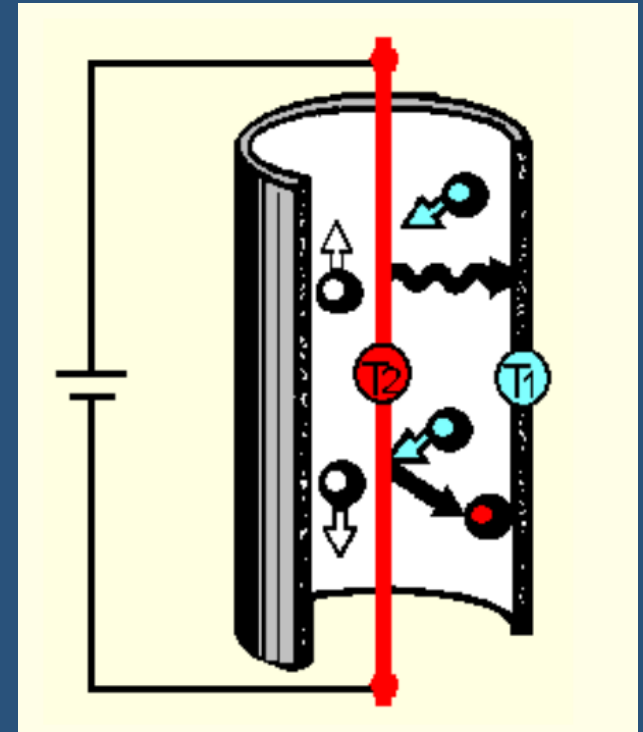
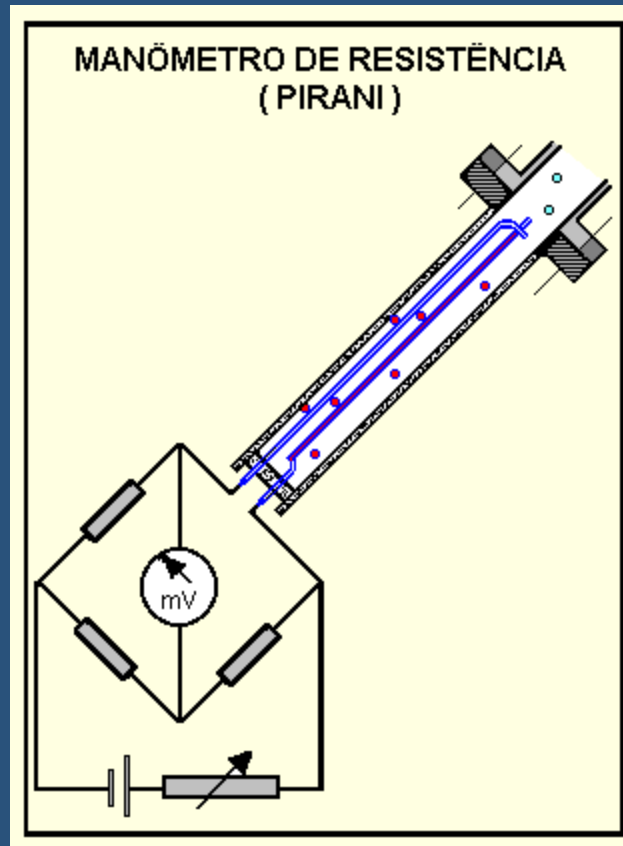
Baratron : Manômetro capacitivo
Pressão absoluta $\sim 10^{-3} - 1000$ Torr
somente baixo vácuo



P.S. Não
são usados
em MEV
MET

MEDIDOR PIRANI

Maior pressão , mais moléculas, maior troca térmica com o filamento, menor resistência elétrica



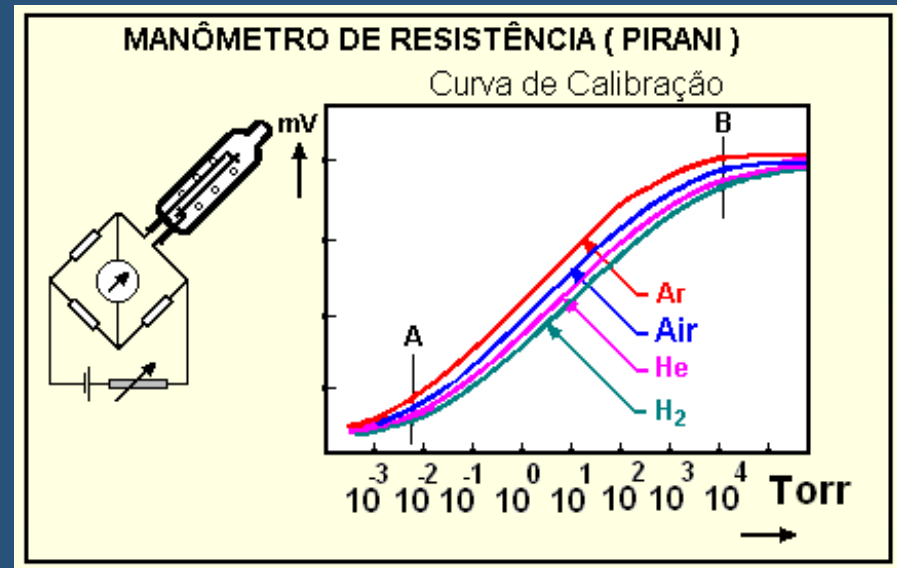
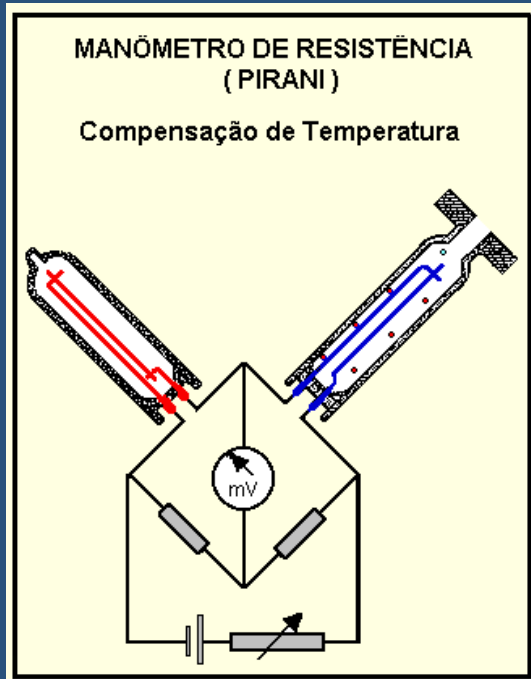
Se $R1 \times R2 \neq R3 \times R4$ na ponte de Whitestone
então no voltímetro $mV \neq 0$



MEDIDOR PIRANI



Medida depende da massa atômica do gás e da Temperatura



Usuais 20 a 10⁻³ Torr
Especiais 0,1 a 10⁻⁵ Torr

MEDIDOR DE IONIZAÇÃO

Catodo Frio

Medidor Penning

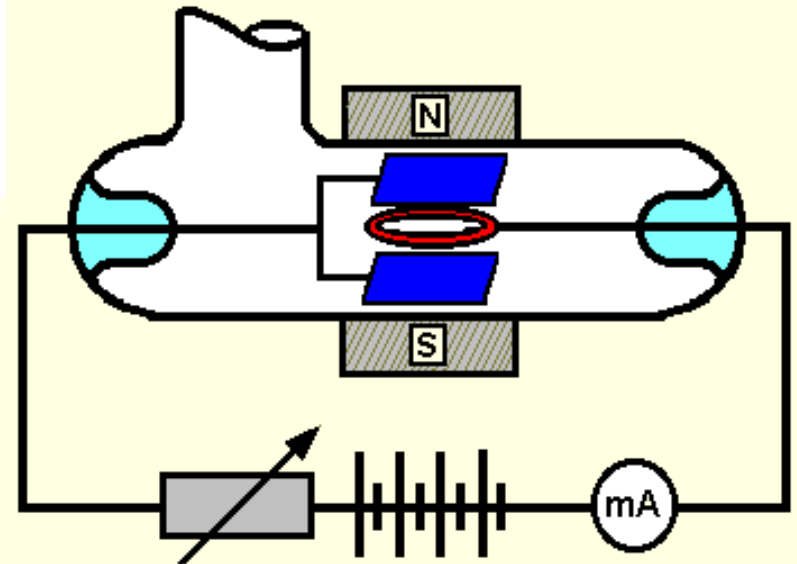


Maior pressão , mais íons,
maior corrente elétrica

Usual 10^{-3} a 10^{-7} Torr

Wide Range= atm até 10^{-10} Torr

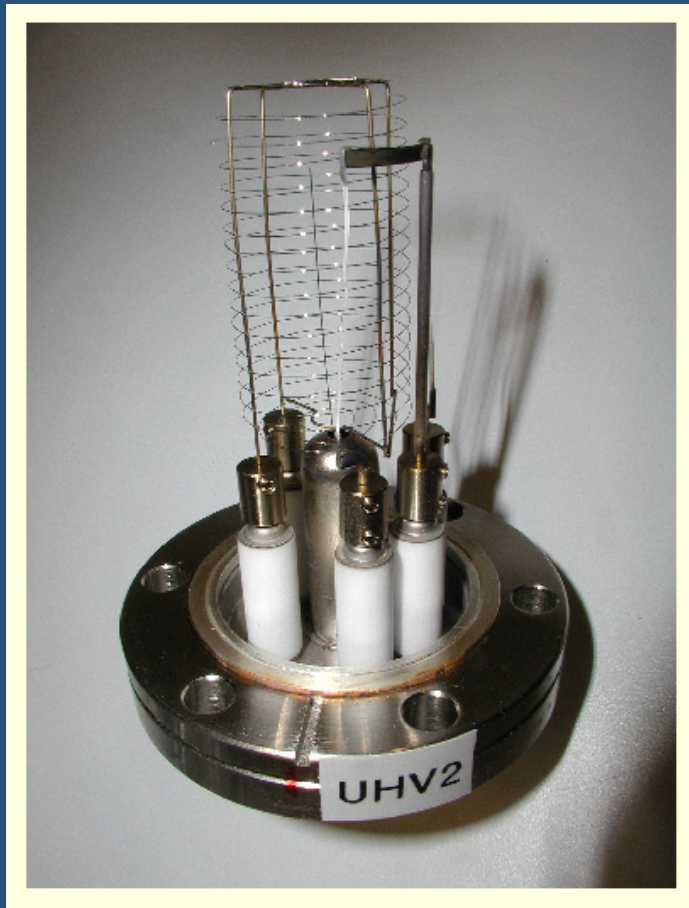
(possui um Pirani integrado, maior campo magnético, coletor otimizado e amplificador de baixo ruído)



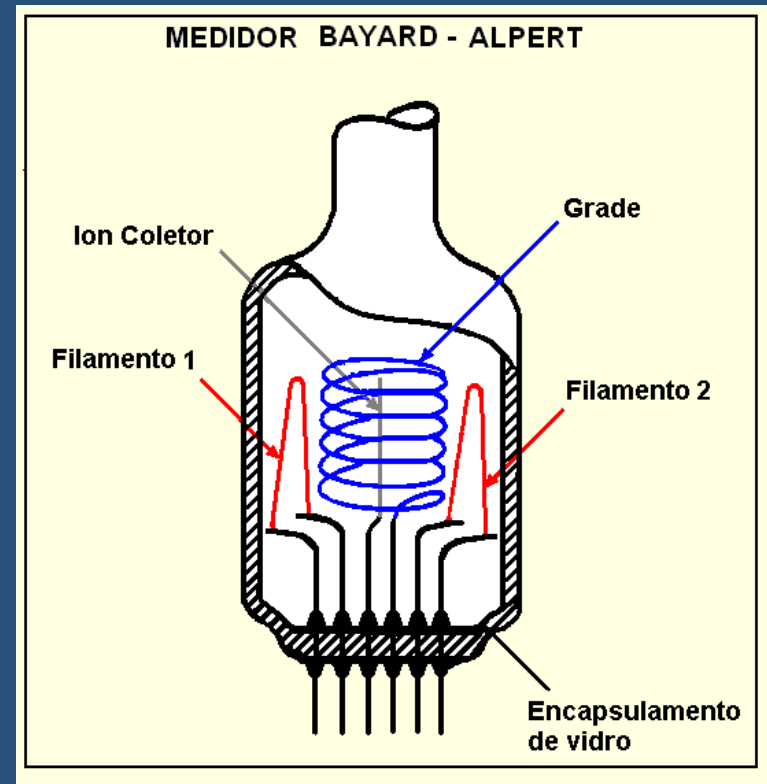
MEDIDOR DE IONIZAÇÃO

Catodo quente

Mais usado Bayard-Alpert

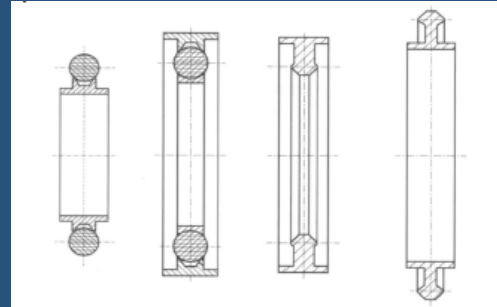
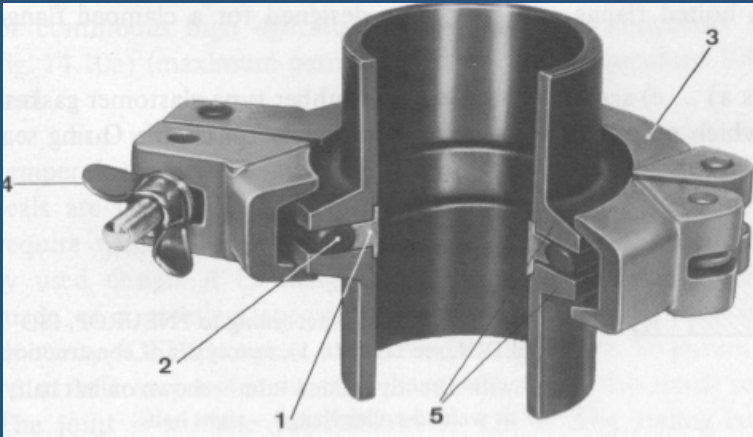


de 10^{-4} a 10^{-11} Torr

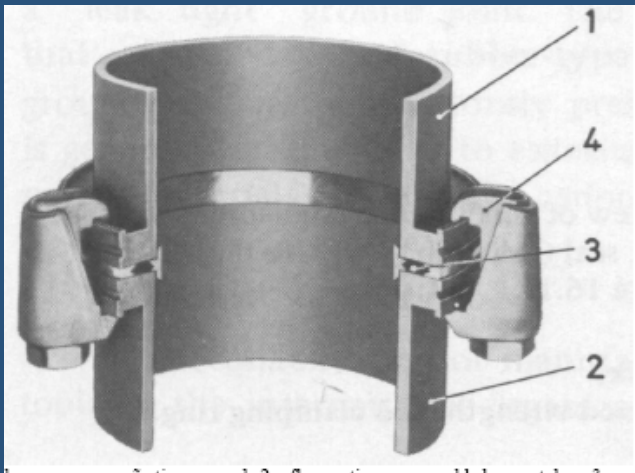


Minimização de correntes iônicas, corrente de raios X e dessorção iônica que ocorria nos medidores tipo triodo antigos

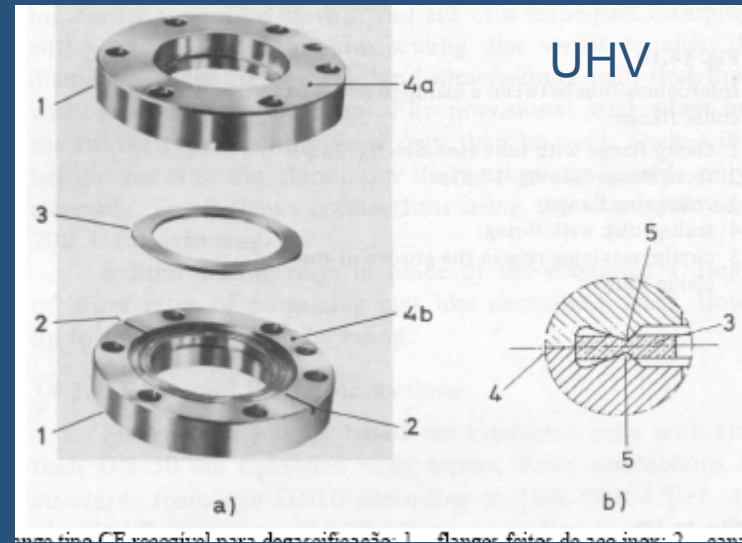
CONEXÕES PARA VÁCUO



Quick Flange "KF"



Flange ISO



Flange ConFlat "CF"

Tecnologia de Vácuo
Carlos Luis Ferreira - IME

Ciência e Tecnologia de Vácuo (Sociedade Brasileira de Vácuo)

Mário B. de Moraes

Gilberto de Matos

Ross Alan Douglas Leis dos gases

Introdução à Ciência e Tecnologia de Vácuo (SBV)

Sergio Gama

João Roberto Moro

Basic Vacuum Technology

A Chambers, R.K. Fitch, B.S. Halliday

Ed. Adam Hilger, Bristol, Philadelphia and New York

5- Manuais

Edwards, kurt j Lesker, Varian, Leybold, Balzers,



