

# Appunti di Laboratorio di Stato Solido

Davide Vertemati

# Indice

<b>1</b>	<b>Introduzione</b>	<b>1</b>
1.1	Caratteristiche generali di un sistema da vuoto . . . . .	3
<b>2</b>	<b>Le pompe a vuoto</b>	<b>6</b>
2.1	Pompa rotativa . . . . .	7
2.2	Pompa a diffusione . . . . .	9
2.3	Pompa turbomolecolare . . . . .	12
2.4	Pompe ad accumulazione . . . . .	13
<b>3</b>	<b>I vacuometri</b>	<b>16</b>
3.1	Misura del grado di vuoto . . . . .	16
3.2	Vacuometri di tipo meccanico . . . . .	16
3.3	Vacuometri a conducibilità termica . . . . .	17
3.4	Vacuometri a Ionizzazione . . . . .	20
<b>4</b>	<b>Elementi di criogenia</b>	<b>23</b>
4.1	Liquidi criogenici . . . . .	23
4.2	Contenitori . . . . .	24
4.3	Trasferimenti di liquidi criogenici . . . . .	25
4.4	Esempi di criostati . . . . .	26
4.5	Misura della temperatura . . . . .	29
4.6	Funzionamento di questi sistemi . . . . .	30

# Capitolo 1

## Introduzione

Le tecnologie quantistiche rappresentano un insieme più ampio rispetto ai soli qubits e ai computer quantistici. Queste si basano principalmente sull'entanglement: quando si fa una misura su un qubit entangled con un altro, quest'ultimo decadrà in funzione del primo. Inoltre, i sistemi interferometrici si basano su tecnologie quantistiche. Attraverso misure quantistiche si può ottenere una precisione maggiore, per cui la quantum sensing acquista un ruolo importante.

L'obiettivo di questo corso è fornire dei rudimenti di tecnologie nel vuoto e di criogenia. Infatti, affinché si possa fare un esperimento in criogenia diventa fondamentale avere dei contenitori sottovuoto. Dato che i gradi di libertà in meccanica quantistica sono molto fragili, occorre avere un sistema il meno disturbato possibile.

**Definizione 1 (*Vuoto*)** *Condizione fisica che si realizza in un ambiente in cui la materia è presente prevalentemente allo stato gassoso e la pressione è inferiore a quella atmosferica.*

A seconda dell'intervallo di pressione abbiamo la possibilità di utilizzare diversi dispositivi per arrivare alla condizione di vuoto. Inoltre, non esiste ad oggi un dispositivo che vada bene per tutti gli intervalli di pressione.

Il vuoto si può ottenere artificialmente, attraverso apparati sperimentali, oppure lo possiamo trovare in natura, ad esempio nello spazio e in prossimità della superficie terrestre. Nello spazio interstellare non si parla più di pressione, in quanto è irrilevante, ma di densità di molecole. Un'altra motivazione per arrivare a condizioni di vuoto spinto è stata la costruzione di acceleratori di particelle.

Ma perché cercare una condizione di vuoto spinto?

1. Si vuole impedire processi di tipo chimico-fisico, ad esempio i processi di fusione di materiali reattivi (vedi il titanio), che potrebbero intaccare la misura;
2. Accrescere il libero cammino medio delle molecole, in modo tale che le molecole viaggino il più possibile senza venire colpite da altre molecole;
3. Eliminare gas disciolti in un altro materiale o superficie. Ad esempio per la liofilizzazione, dove si vuole rimuovere l'acqua dal materiale;
4. Ridurre la concentrazione di particolari gas al di sotto di un certo livello critico, ad esempio quando si vuole studiare la scarica di gas;
5. Simulare situazioni estreme: se vogliamo mandare qualcosa nello spazio dobbiamo fargli fare un test nel vuoto;

6. Ridurre la frequenza delle collisioni con la superficie. Questo permette ad esempio di migliorare l'isolamento termico.

Nella Tabella 1.1 vediamo i regimi di vuoto tipici.

	$Pa$	$mbar$	Impieghi
Basso vuoto	$10^5 - 10^2$	$10^3 - 1$	Metallurgia
Vuoto medio	$10^2 - 10^{-1}$	$1 - 10^{-3}$	Liofilizzazione
Vuoto alto	$10^{-1} - 10^{-6}$	$10^{-3} - 10^{-8}$	Fisica sottili e fisica dei plasmi
Vuoto ultra-alto	$< 10^{-6}$	$< 10^{-8}$	Acceleratori e fisica delle sup.

Tabella 1.1: Regimi di vuoto

Inoltre, sappiamo che l'aria è una miscela di vari gas, quindi, per la legge di Dalton, possiamo affermare che  $P = \sum_i p_i$ , dove  $p_i$  è rappresenta le pressioni parziali. Ne vediamo qualche esempio in Tabella 1.2.

<i>Componente</i>	<i>Pressione parziale Pa</i>
Azoto ( $N_2$ )	$7,9104 \cdot 10^4$
Ossigeno ( $O_2$ )	$2,122 \cdot 10^4$
Argon ( $Ar_2$ )	$9,46 \cdot 10^2$
Diossido di carbonio ( $CO_2$ )	2,33
Altro ( $He_2, Ne_2, Kr_2, \dots$ )	$\simeq 2$

Tabella 1.2: Esempi di pressioni parziali

Tutti questi valori di pressione sono riconducibili ad una densità di molecole. Infatti, dalla teoria cinetica dei gas, ci ricordiamo che l'equazione di stato dei gas ideali è:

$$PV = nRT, \quad (1.1)$$

dove  $n$  è il numero di moli,  $R = 8,2 \cdot 10^{-2} \frac{l \cdot atm}{mol \cdot K} = 8,3145 \frac{Pa \cdot m^3}{mol \cdot K}$  è la costante universale dei gas,  $P$  la pressione e  $T$  la temperatura. Una scrittura alternativa è

$$nR = \frac{N}{N_A} = NK, \quad (1.2)$$

dove  $N$  è il numero di molecole totali nel gas,  $N_A = 6,0022 \cdot 10^{23} \frac{molecole}{mole}$ . Inoltre, ricordiamo che

$$n = \frac{m}{A[g]}, \quad (1.3)$$

che rappresentano le moli di una massa  $m$  di una sostanza di massa atomica  $M$ . Di conseguenza possiamo definire la costante di Boltzmann come

$$K = \frac{R}{N_A} = 1,38 \cdot 10^{-23} \frac{J}{K}. \quad (1.4)$$

Quindi, possiamo definire il grado di vuoto come densità di particelle:

$$\frac{N}{V} = \frac{P}{KT} [m^{-3}]. \quad (1.5)$$

E' possibile vederne qualche esempio nella Tabella 1.3.

	$N/V [m^{-3}]$
Aria alla superficie	$2 \cdot 10^{25}$
Atmosfera a 10 km	$4 \cdot 10^{24}$
Atmosfera a 100 km	$9 \cdot 10^{18}$
Alto vuoto	$3 \cdot 10^{13}$
Atmosfera a 1000 km	$5 \cdot 10^{13}$
Spazio interstellare	$10^6$
Spazio intergalattico	$\simeq 1$

Tabella 1.3: Esempi di densità di particelle

Ora, introduciamo qualche nuovo concetto.

**Definizione 2 (*Libero cammino medio*)** *E' lo spazio percorso tra due urti successivi e questo dipende dalla pressione: dalla teoria cinetica dei gas si ricava*

$$\lambda = \frac{KT}{\sqrt{2} 4\pi r^2 P}, \quad (1.6)$$

dove  $r$  è il raggio di ciascuna particella, ed è dell'ordine di decimi di nanometri e si basa sulla condizione che le molecole e gli atomi sono visti come sfere rigide.

Provando a fare un grafico del libero cammino medio, si ottiene qualcosa come quello in Fig.xx. Quindi possiamo vedere che al di sotto di certi valori ( $10^{-4} - 10^{-1}$ ) di pressione il libero cammino medio è maggiore delle dimensioni del recipiente e questo implica che gli urti che ci saranno avverranno per la maggior parte con il contenitore; questo è il regime di alto vuoto. Mentre, per altri valori ( $10^2 - 10^5$ ) c'è un vuoto viscoso, dove prevalgono gli urti tra le molecole.

Diventa per cui importante definire un altro concetto: la coesistenza di liquido e vapore, quindi il concetto di *tensione di vapore*. Consideriamo allora una situazione dove abbiamo un'interfaccia tra un liquido (o un solido) e un vapore. Ora, se l'evaporazione e la condensazione avvengono alla stessa velocità si ha equilibrio tra la fase liquida (o solida) e la fase gassosa.

**Definizione 3 (*Tensione di vapore*)** *E' la pressione della fase gassosa all'equilibrio.*

Data una determinata sostanza, esiste una legge che lega la temperatura alla tensione di vapore:

$$\log P = A - \frac{B}{T} + C \cdot \log T, \quad (1.7)$$

dove  $A, B$  e  $C$  dipendono dalla sostanza.

Inoltre, se la pressione è minore della tensione di vapore, si ha passaggio di molecole dalla fase condensata a quella gassosa, fino al ristabilimento della condizione di equilibrio. Possiamo vedere in Fig. 1.1, la pressione in funzione della temperatura di alcuni gas.

**Osservazione 1** *Alla base del meccanismo del superconduttore c'è il trasporto delle particelle con spin diverso: dato che una particella ha un certo spin, questa non può cambiarlo nel tempo e sarà quindi costretta a propagarsi lungo una certa direzione; allora una particella con spin opposto dovrà propagarsi nella direzione opposta. Questo consente un trasporto quasi non dissipativo.*

## 1.1 Caratteristiche generali di un sistema da vuoto

Nello schema in Fig. si può osservare come è fatto un tipico sistema da vuoto. Ciò che ci interessa è studiare alcuni parametri di questo sistema, in particolare:

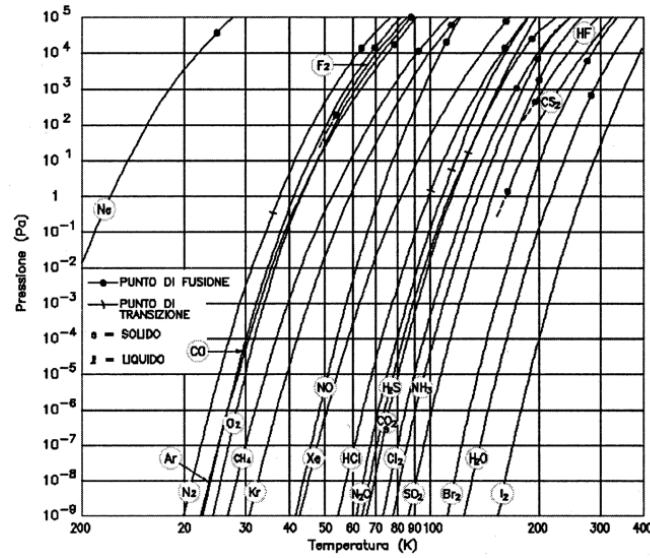


Figura 1.1: Grafico della pressione in funzione della temperatura di alcuni gas

1.  $V$ : volume della cavità da evacuare;
2.  $P_i$ : la pressione iniziale (760 torr);
3.  $P_f$ : la pressione finale che si vuole raggiungere;
4.  $A$ : superficie esposta al vuoto;
5.  $D$ : il tasso di degassaggio [ $\text{torr}/\text{cm}^2\text{s}$ ], ovvero il passaggio in fase gassosa di molecole sulla superficie;
6.  $T$ : tempo di evacuazione;
7.  $S$ : la velocità di pompaggio (a pressione data), che si misura in  $\text{l/s}$ ;
8.  $k$ : ovvero la portata, che viene definita come  $k = PS$  [ $\text{torr} \cdot \text{l/s}$ ].

Osserviamo che gli ultimi due punti rappresentano i parametri delle pompe.

Possiamo ora vedere qual è l'equazione fondamentale valida su intervalli di  $P$  tale che  $S$  sia costante:

$$\begin{aligned}
 -\frac{d(PV)}{dt} &= PS \\
 \Rightarrow -\frac{dP}{P} &= \frac{S}{V} \Rightarrow \ln P = -\frac{S}{V}t + \text{cost} \\
 \Rightarrow S &= \frac{v}{t} \cdot 2,3(\log_{10} P_i - \log_{10} P_f).
 \end{aligned} \tag{1.8}$$

Tuttavia,  $S$  non è costante, perché ogni pompa ha una sua velocità e regime di utilizzo. Per cui, ad esempio per il regime viscoso (basso vuoto), avremo un andamento come quello mostrato in Fig.

Per il regime molecolare, invece, avremo che la pressione finale sarà legata alla velocità di pompaggio da:

$$P_f = \frac{AD}{S}. \quad (1.9)$$

Quindi, la pressione finale è legata dalle superfici, però se esclusivamente se siamo in assenza di perdite. In Fig. possiamo vedere uno schema per questa pompa.

## Capitolo 2

# Le pompe a vuoto

Possiamo classificare le pompe da vuoto in tre tipi:

1. *Pompe primarie*: rappresentano il vuoto viscoso, ovvero  $> 10^{-1} Pa$ ;
2. *Pompe intermedie*
3. *Pompe molecolari*: si utilizzano per il vuoto molecolare, ovvero  $< 10^{-1} Pa$ .

Possiamo vedere la velocità di pompaggio in funzione della pressione in Fig. E' importante avere più pompe perchè non è possibile coprire tutto il range con una sola pompa.

**Esempio 1** Supponiamo di avere:

$$P_f = 10^{-7} \text{ torr}, 0126V = 500l, A = 2 \text{ m}^2, D = 10^{-9} \text{ torr} \cdot l \cdot s, Q = 0.$$

Allora, utilizzando l'eq. 1.8, otteniamo:

$$\Rightarrow S = 2.3 \cdot \frac{0.5 \text{ m}^3}{12 \text{ min}} (\log 760 - \log 10^{-2}) = 60 \text{ m}^3/h.$$

Introduciamo la simbologia secondo la *Norma ISO3753*, relativa a Vacuum Technology – Graphical Symbols. Questa è raccolta nella tabella di Fig.

Inoltre, è possibile rappresentare uno schema rudimentale di un impianto come mostrato in Fig. 2.1. A questo punto è conveniente vedere la maggiorparte delle pompe utilizzate.

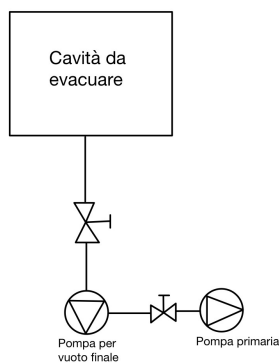


Figura 2.1: Schema rudimentale di un impianto



## 2.1 Pompa rotativa

E' una pompa di tipo meccanico, come rappresentata in Fig. 2.2. Vediamo i diversi punti:

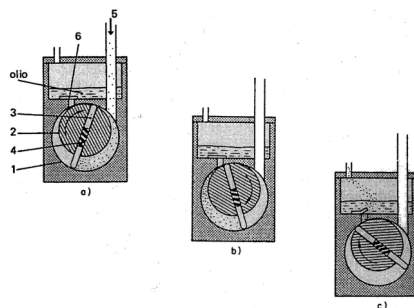


Figura 2.2: Schema di una pompa rotativa

1. *Statore*: è un cilindro cavo con all'interno un rotore centrato, tipicamente realizzato in ghisa;
2. *Rotore (centrico)*: l'elemento che gira al centro, tipicamente in acciaio;
3. *Pale*: sono delle palette spinte verso la superficie dello statore da delle molle, tipicamente in Teflon, Acciaio oppure Amianto (se sono molto vecchie);
4. *Velo d'olio*: tra lo statore e le palette, l'olio ha una tensione di vapore di  $10^{-5} - 10^{-6} \text{ torr}$ , che rappresenta un limite intrinseco.

**Funzionamento:** Il gas viene aspirato all'interno della pompa e questo mi fa capire perché rotore e statore devono essere centrati: il volume nel quale vogliamo introdurre il gas deve partire da un valore iniziale di  $V_0 = 0$ , ovvero quando le palette sono in verticale, e man mano che giriamo il gas viene risucchiato all'interno (vedi punto 5 in Fig. 2.2). Dopodiché, isoliamo il nostro volume grazie ad una valvola che si apre solo ad una certa pressione. Questa valvola è immersa nell'olio (vedi punto 6 in Fig. 2.2), che fa tenuta nella valvola e nei punti di tangenza. Il velo d'olio è estremamente importante per assicurarmi una tenuta tra la regione in cui comprimiamo il gas e la regione in cui il gas non è ancora compresso.

La tipica velocità di rotazione del rotore è di  $1800 \text{ giri/min}$ . Mentre la pressione massima nella zona di compressione è di  $4 \text{ atm}$ . Si può così definire una nuova grandezza, il *rapporto di compressione*:

$$\text{Rapporto di compressione} = \frac{\text{Pressione gas espulso}}{\text{Pressione gas aspirato}} \leq 10^5 - 10^6 \quad (2.1)$$

Questo valore evidenzia il problema del punto di tenuta nel punto di tangenza  $T_\gamma$ , un altro limite intrinseco di questo sistema. Inoltre, la velocità di pompaggio è proporzionale al volume per la pressione del gas aspirato:

$$V_{\text{pompaggio}} \equiv S \propto V \cdot P_{\text{gas aspirato}}. \quad (2.2)$$

Un altro elemento importante è il vuoto limite:  $10^{-2} - 10^{-3} \text{ torr}$ .

E' possibile effettuare alcuni accorgimenti:

1. Per diminuire il salto di pressione  $\Delta P$  al punto di tangenza  $T_\gamma$  si utilizzano le pompe a doppio stadio (vedi Fig. 2.3).

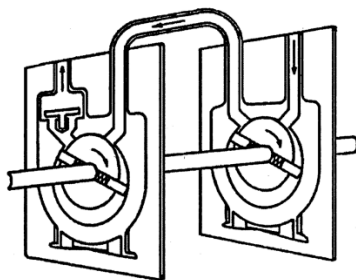


Figura 2.3: Schema di una pompa a doppio stadio

2. Un altro elemento importante è la temperatura di lavoro, tipicamente tra i  $60^\circ - 70^\circ$ . La temperatura potrebbe essere un problema perché a queste temperature alcuni gas (soprattutto il vapore acqueo  $H_2O$ ) sono *coercibili*, ovvero che i gas condensano durante la fase di compressione, per cui:
  - a. la pressione non aumenta, di conseguenza la valvola non si apre e il gas non viene espulso;
  - b. il vapore acqueo si emulsiona con l'olio, quindi la pompa si grippa.

La soluzione è il *Gas Ballast* (o *zavorra d'aria*) (Fig. 2.4). Come funziona? Iniettiamo il gas nella pompa, giriamo le palette e ad un certo punto apriamo una valvola che ci permette di fare entrare aria fresca (non siamo ancora nella fase di compressione); il risultato è che arrivati alla fase di compressione il gas arriva con una pressione adeguata e grazie all'aria fresca (che all'interno ha anche azoto) il gas risulta incoercibile, così raggiungiamo la pressione di  $4\ atm$  facendo così uscire il gas dalla valvola unidirezionale. Lo svantaggio di questa tipologia di pompa è che la velocità di rotazione (e perciò di pompaggio) diminuisce per fare entrare l'aria fresca, ma il vantaggio è che non si grippa.

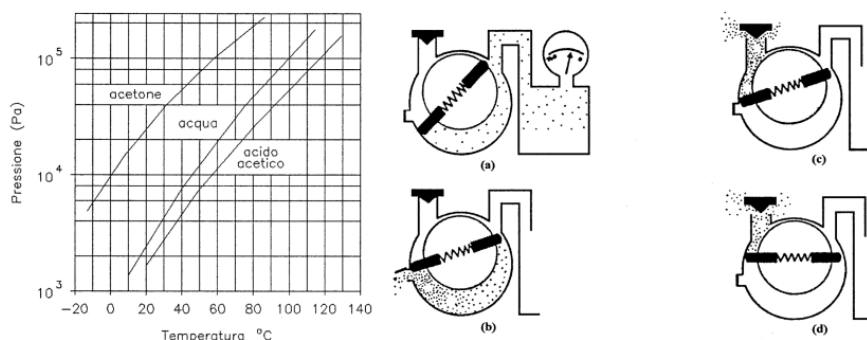


Figura 2.4: Processo di gas ballast

Un altro aspetto negativo di questa pompa è che siamo in presenza di olio, per cui dobbiamo assicurarci che ci sia un filtro dell'olio e, vista l'elevata temperatura, potrebbe vaporizzare

e noi respirarlo. Inoltre, una pompa del genere non viene utilizzata per vuoti spinti, perché l'olio comunque un po' contamina l'ambiente.

## 2.2 Pompa a diffusione

Sono pompe a fluido-motore e viene spesso utilizzata come pompa ad alto vuoto in congiunzione con una pompa rotativa. In Fig. 2.5. Abbiamo una cameretta in cui viene inserito dell'olio, che, scaldato attraverso una serpentina, risale fino al punto in cui sono presenti degli ugelli, ovvero degli ombrelletti piegati verso il basso. Il risultato è che l'olio fuoriesce in forma gassosa come un jet, per come sono fatti gli ugelletti, va verso il basso; così facendo le particelle di olio vaporizzato colpiscono le molecole di gas, facendole andare verso il basso. Risultato: questa pompa tende ad accumulare il gas nella sua regione di fondo. Le molecole d'olio finiscono poi sulle pareti (raffreddate attraverso delle serpentine ad acqua) facendole condensare e di conseguenza scivolare fino al pozzetto in cui erano inizialmente.

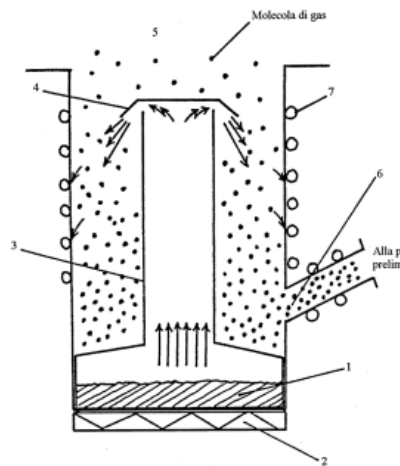


Figura 2.5: Schema di una pompa a diffusione

Possiamo vedere allora che questa pompa non funziona da sola, perché accumula solo il gas verso il fondo. Per questo viene utilizzata in serie con un'altra pompa. Questa pompa preliminare serve per ridurre la pressione di partenza ( $10^{-1} Pa$ ) e rimuovere il gas accumulato sul fondo. La pressione va ridotta perché altrimenti il jet all'uscita dall'ugello viene alterato e la velocità di pompaggio può arrivare addirittura a zero. Inoltre, l'olio può reagire con il gas, comportando il deterioramento dell'olio ed incrostazioni.

Ora, elenchiamo una serie di caratteristiche degli oli:

1. Bassa tensione di vapore: tipicamente  $\simeq 8 \cdot 10^{-5} Pa$ ;
2. Non tossico;
3. Inerte rispetto ai materiali di cui è composto il sistema (per non reagire);
4. Alto peso molecolare: per avere più probabilità nell'urto con le molecole.

Tuttavia, gli oli hanno anche degli svantaggi:

1. Si decompongono perché non sono stabili;
2. Si bruciano e si decompongono se esposti all'aria.

E' utile vedere ora come si comporta la velocità di pompaggio per una pompa a diffusione; in Fig. 2.6 ne è riprodotto un tipico andamento.

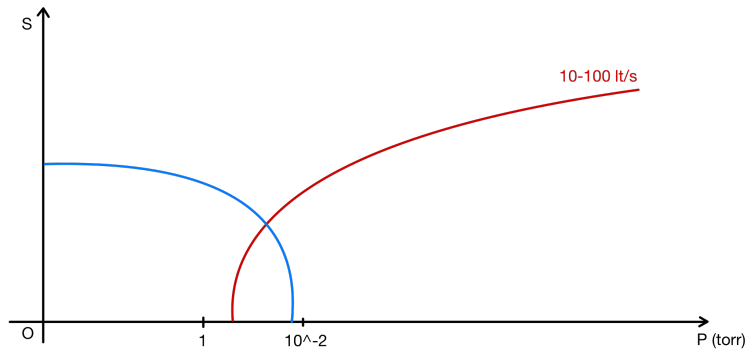


Figura 2.6: Andamento della velocità di pompaggio in funzione della pressione in una pompa a diffusione

Possiamo, inoltre, rappresentare uno schema tipico di una pompa a diffusione (Fig. 2.7 e il tipico grafico della pressione (Fig. 2.8).

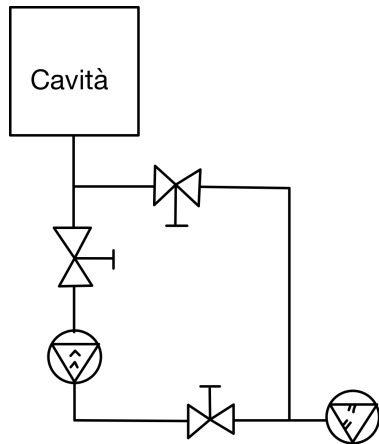


Figura 2.7: Schema tipico di una pompa a diffusione

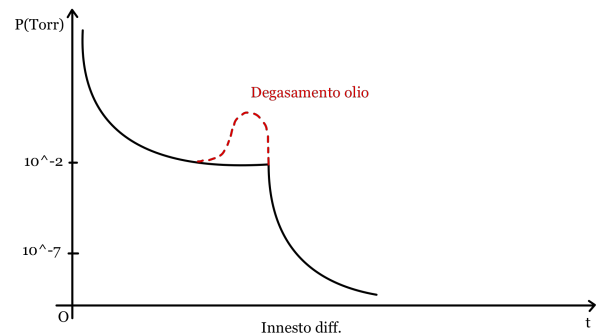


Figura 2.8: Grafico della pressione in funzione del tempo in una pompa a diffusione

Abbiamo visto come gli oli possono essere dei fattori limitanti per il lavoro di una pompa. Sfortunatamente, il problema del reflusso di olio rimane e dobbiamo cercarlo di ridurlo; per farlo ci sono diverse strategie:

- *Barriere anti-strisciamento*: Sono delle lamine realizzate in Teflon, perché l'olio su questo materiale ha un'altissima tensione superficiale, di conseguenza l'olio non bagna il Teflon, ma forma delle gocce che possono ricadere nella regione da cui provenivano;

- *Trappole a zeoliti (o allumina)*: Sono dei materiali porosi che assorbono i fumi d'olio, impedendo agli oli, sia della pompa rotativa che della pompa a diffusione, di scambiarsi tra di loro; questo processo avviene mediante l'*adsorbimento*. Queste vengono implementate a livello della canalizzazione tra la rotativa e la diffusiva. Queste trappole non durano per sempre, perché arrivano anche loro a saturazione (vengono cambiate ogni pochi giorni e sono svendute sottoforma di cartucce).

Inoltre, ci sono anche dei metodi per impedire la contaminazione della camera da vuoto:

- *Ferma vapori ("A Chevron")*: sono costituiti da dei piatti a "V", con ai lati delle serpentine in cui passa dell'acqua, per far raffreddare i piatti (vedi schema in Fig. 2.9);
- *Trappola ad azoto liquido ( $lN_2$ )*: Si inserisce nel sistema un contenitore chiuso con all'interno dell'azoto liquido, in modo tale che i vapori d'olio condensino sulle superfici, perché queste sono raffreddate a  $77\text{ K}$ . Inoltre, le superfici diminuiscono anche la tensione di vapore dell'olio (vedi schema in Fig. 2.10).

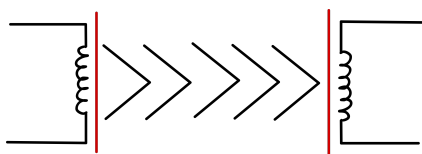


Figura 2.9: Schema tipico di una ferma vapori

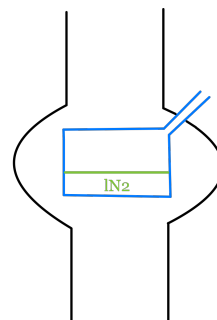


Figura 2.10: Schema di una trappola ad azoto liquido

**Schema completo:** Possiamo ora rappresentare uno schema completo, ad esempio per un impianto da  $10^{-8}\text{ torr}$  (vedi Fig. 2.11).

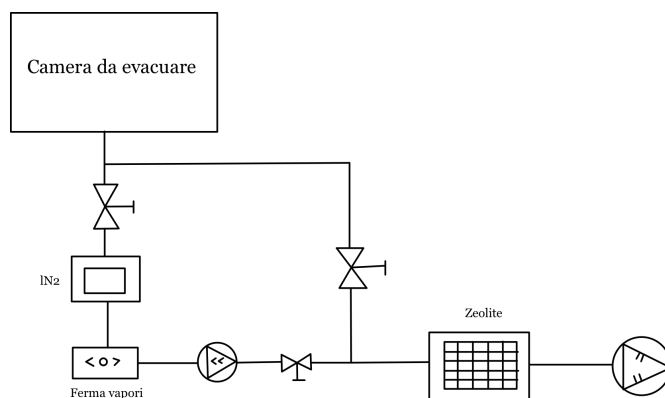


Figura 2.11: Schema completo per un impianto da  $10^{-8}\text{ torr}$

Quest'impianto da vuoto può arrivare fino a  $\simeq 10^{-8}$  torr. Per avere dei vuoti ancora più puliti basta sostituire alla pompa diffusiva una che non abbia oli. Una pompa di questo tipo viene detta *pompa turbomolecolare*.

## 2.3 Pompa turbomolecolare

E' una pompa da alto vuoto che viene spesso utilizzata in combinazione con una rotativa per il prevuoto (Fig. 2.12). Come funziona? Un rotore con delle palette, collegato ad un albero motore (messo in rotazione da un motore elettrico), ruota all'interno di un cilindro cavo (lo statore), anch'esso con delle palette. In una condizione in cui non dominano le interazioni tra le molecole con le superfici, le palette urteranno le molecole, fornendole di un momento e, urto dopo urto, paletta dopo paletta, si accumula il gas sul fondo della rotativa. Per cui, il meccanismo è simile alla rotativa, la differenza sta nel fatto che il momento fornito alle molecole non viene dato dall'olio ma dalle palette.

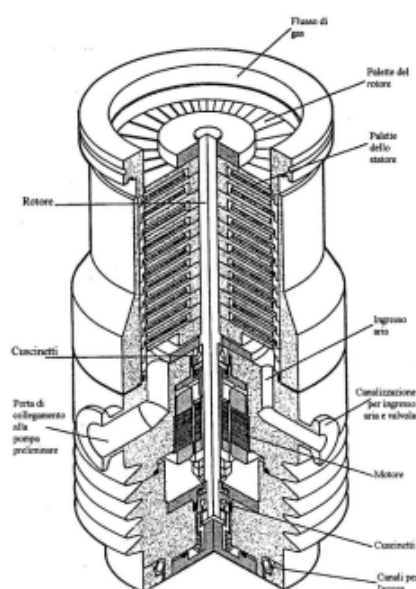


Figura 2.12: Rappresentazione di una pompa molecolare

Riassumendo, il gas viene spinto verso il basso attraverso le palette e poi prelevato da una pompa primaria.

**Osservazione 2** La velocità di rotazione di questa pompa è tipicamente di  $\simeq 60$  giri/min. Inoltre, la geometria della pompa può essere anche orizzontale.

Essendo senza olio, questa pompa è adatta anche per UHV, e la pressione limite è di  $P_{limite} \simeq 10^{-8}$  Pa. In realtà non è del tutto vero che sia senza olio, in quanto ci sono dei cuscinetti in cui è presente, in piccola quantità, dell'olio. La soluzione a questo problema è utilizzare una pompa senza cuscinetti, che vede utilizzata una levitazione magnetica attraverso dei magneti permanenti. Queste pompe sono ultra-efficienti, ma molto delicate; se va via la corrente infatti il rotore cade, per cui si cerca di avere dei cuscinetti che possano salvare la caduta del rotore.

## 2.4 Pompe ad accumulazione

Vengono utilizzate in congiunzione con pompe ad alto vuoto e servono per raggiungere vuoti spinti ( $\simeq 10^{-8} - 10^{-9}$  mbar). Vediamone alcuni tipi:

1. *Pompa Getter Evaporabile (a sublimazione di Titanio)*: C'è una piccola camera collegata alla camera da vuoto, in cui si inseriscono dei passanti elettrici con un elemento resistivo che si scalderà a circa  $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ , per effetto Joule, facendo per cui evaporare il materiale di cui è composto (tipicamente Titanio). Una volta evaporate le molecole di Titanio, attraverso urti, gli atomi di Titanio si depositeranno sulla superficie superiore. Si utilizza spesso questo materiale perché è in grado di legarsi a molti atomi, ad esempio quello di Idrogeno, formando una vera e propria soluzione. Quindi imbrigliamo gli atomi d'Idrogeno sulle pareti della superficie, diminuendo la pressione di questo elemento nella camera. Infine, si utilizza una barriera per evitare che gli atomi di Titanio finiscano nella camera a vuoto; uno schema riassuntivo è rappresentato in Fig. 2.13. Dal grafico in Fig. 2.14 si può notare come la velocità di pompaggio abbia un andamento alternato attorno ad un valore fisso.

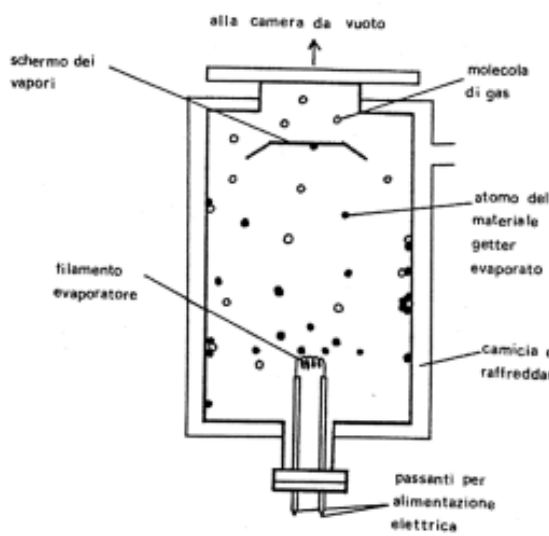


Figura 2.13: Schema di una pompa Getter

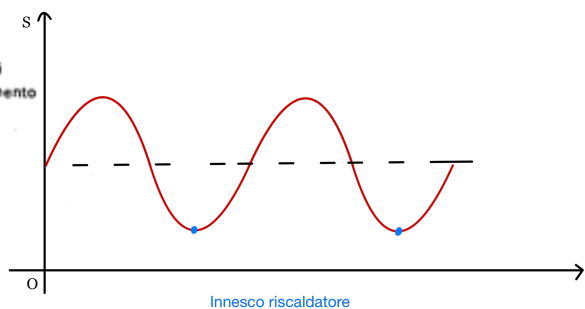


Figura 2.14: Grafico della velocità di pompaggio per una pompa Getter

2. *Pompe criogeniche*: in questo caso abbiamo dei pannelli che sono raffreddati attraverso un liquido criogenico, ad esempio azoto liquido. Essendo freddo, le pareti favoriscono la condensazione del gas residuo (vedi Fig. 2.15).

Se utilizziamo dell'elio liquido a circa  $4\text{ K}$ , si può vedere che la maggiorparte delle molecole condensano, ma non rimuove l'idrogeno. Nel grafico (Fig. 2.16) si può vedere come l'idrogeno influenza la pressione parziale. Ci si potrebbe chiedere se anche l'elio influenza quest'ultima, ma la risposta è no, perché ce n'è in poca quantità. In conclusione, questa pompa è bene utilizzarla in congiunzione con una pompa a Getter ad esempio.

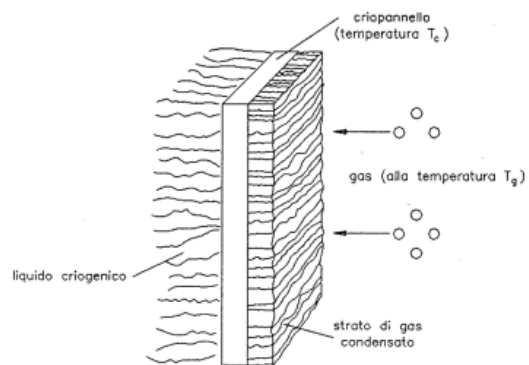


Figura 2.15: Meccanismo di una pompa criogenica

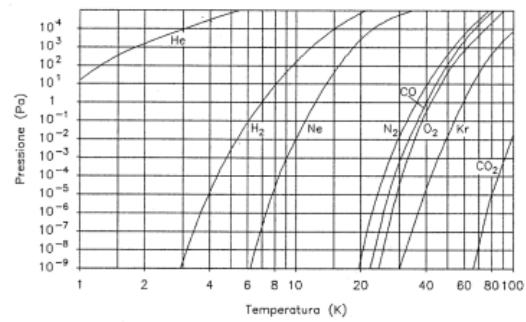


Figura 2.16: Andamento della pressione in funzione della temperatura per alcuni gas

**Schema di un impianto con una pompa di accumulazione:** A questo punto, è possibile anche rappresentare un possibile schema di un impianto con una pompa di accumulazione (vedi Fig. 2.17).

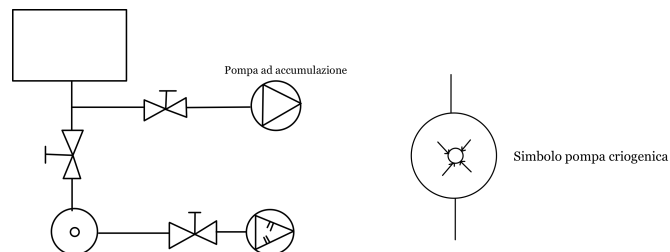


Figura 2.17: Schema di un tipico impianto con una pompa di accumulazione

Una tipologia di pompe ad accumulazione è anche quella non evaporabile, chiamata *NEG* (*Non Evaporable*).

Infine, è possibile classificare tutte le pompe viste in base al tipo di vuoto (vedi Fig. 2.18).



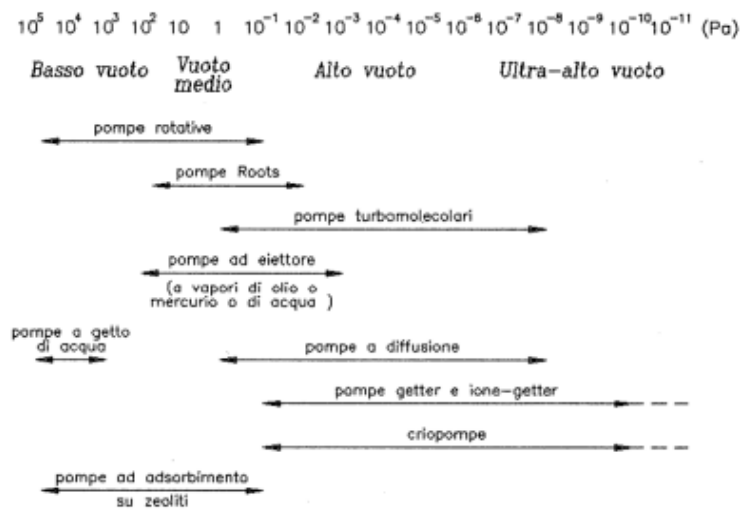


Figura 2.18: Classificazione delle pompe in base al vuoto

## Capitolo 3

# I vacuometri

### 3.1 Misura del grado di vuoto

L'intervallo di pressione è tipicamente:  $10^5 \text{ Pa} < P < 10^{-12} \text{ Pa}$ . Essendo decisamente vasto, non è possibile coprire la misura del grado di vuoto con un unico strumento. Questi strumenti prendono il nome di *vacuometri*, e ce ne sono di diversi tipi:

1. *Vacuometro di tipo meccanico*: sono dei sistemi in cui si ha una deformazione di una membrana o ad esempio per una colonnina di liquido (Torricelli). Questi consentono una misura diretta della pressione;
2. *Vacuometro a conducibilità termica ( $G$ )*: questi dispositivi misurano la perdita di calore di un elemento riscaldante. La misura della pressione in questo caso è indiretta, perché è necessario conoscere la dipendenza della conducibilità termica dalla pressione  $G = G(P)$ ;
3. *Vacuometro a viscosità ( $\eta$ )*: questi dispositivi misurano la resistenza aerodinamica di un corpo in moto nei gas. Anche in questo caso quindi la misura è indiretta  $\eta = \eta(P)$ ;
4. *Vacuometro di tipo radiometrico*: qui si va a valutare il trasferimento della quantità di moto da una superficie calda ad una fredda. Anche in questo caso la misura è indiretta:  $\Delta p = \Delta p(P)$ ;
5. *Vacuometro a ionizzazione*: abbiamo due diversi tipi:
  - a. *Ionizzazione del gas*: in questo caso si misura la corrente ionica che giunge ad un collettore e ancora una volta è indiretta, perché ciò che misuriamo è  $I(N \setminus V)$ ;
  - b. *Ioni separati in funzione della loro massa (Spettrometro di massa)*: con questo dispositivo vediamo l'abbondanza relativa delle diverse specie atomiche, quindi le pressioni parziali;
6. *Vacuometro a scarica*: in questo caso si utilizzano caratteristiche fisiche, come il colore, dimensioni di una scarica in un gas. E si possono trovare, attraverso le righe di emissione, da che cosa era composto il nostro gas. E' ancora una misura indiretta.

### 3.2 Vacuometri di tipo meccanico

Il tipico intervallo di pressione è  $1 - 1013 \text{ mbar}$ , operano quindi nel regime viscoso principalmente e la misura non dipende dal tipo di gas.

1. *Manometro a membrana*: Abbiamo una membrana flessibile collegata ad una piccola camera che a sua volta è collegata alla camera da evacuare, in cui vogliamo fare la misurazione di pressione. Quello che succede è che al variare della pressione nella camera principale, la membrana si deflette e questa deflessione viene trasmessa ad un piccolo aghetto collegato ad una scala graduata, che rappresenta la misurazione; Uno schema è riportato in Fig. 3.1;
2. *Manometro capacitivo*: in questo caso non abbiamo una membrana, ma un materiale conduttivo e un elettrodo. Le variazioni di pressione nella camera, portano a degli spostamenti del diaframma, che, attraverso una precisa taratura, possono essere ricondotti ad una variazione di pressione nella camera; uno schema è riportato in Fig. 3.2.

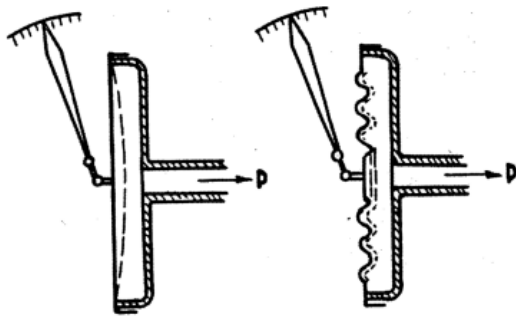


Figura 3.1: Schema di un manometro a membrana

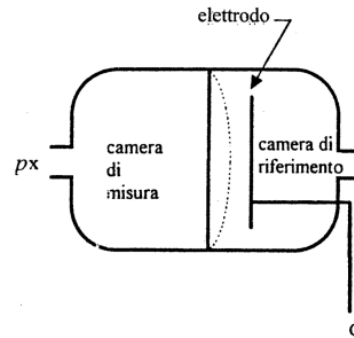


Figura 3.2: Schema di un manometro capacitivo

Uno dei problemi che potrebbero esserci in questi dispositivi è che la temperatura, nel corso della misurazione, potrebbe cambiare e di conseguenza si può avere una diversa espansione termica tra le componenti dello strumento, di conseguenza i piatti dell'armatura non avranno la stessa distanza e per cui cambierà la capacità. Per cui il problema principale è dato dalla stabilità termica.

### 3.3 Vacuometri a conducibilità termica

In questo caso il tipico intervallo di misura è tra  $1000 \text{ Pa}$  e  $10^{-1} \text{ Pa}$ . E anche in questo caso abbiamo diverse tipologie di vacuometri.

#### 3.3.1 Vacuometro "Pirami"

Abbiamo un tubo lungo  $l$ , in cui alle estremità abbiamo due temperature diverse  $T_1, T_2$ . Inoltre, è utile considerare le seguenti grandezze:

- $g = \text{conducibilità termica}$ ;
- $G = \text{conduttanza termica}$ .

Dove la conduttanza termica è definita come:

$$G = g \cdot \frac{A}{l}. \quad (3.1)$$

Nei gas, per la teoria cinetica,  $g \neq g(P)$  e questo viene detto regime viscoso. Inoltre,

$$g \propto \frac{N}{V} \propto P. \quad (3.2)$$

Qui lo scambio di calore avviene automaticamente tra le molecole. Il filamento viene scaldato, fornendo potenza elettrica. La temperatura a cui arriverà dipende dalla molecole con cui si avrà scambio di calore. La resistenza di un metallo dipende dalla temperatura di un metallo, perché abbiamo un'impedenza al moto degli elettroni. Maggiore è la temperatura maggiore è la resistenza del metallo. Per cui, se scaldiamo il filamento fornendo potenza elettrica, la temperatura a cui si porta e per cui la sua resistenza  $R$  è proporzionale alla velocità con cui il calore è dissipato dal gas. Il risultato è che la temperatura è direttamente proporzionale alla pressione:

$$P \rightarrow G \rightarrow T_f \rightarrow R_f. \quad (3.3)$$

Uno schema del vacuometro Pirami lo si può osservare nella Fig. 3.3.

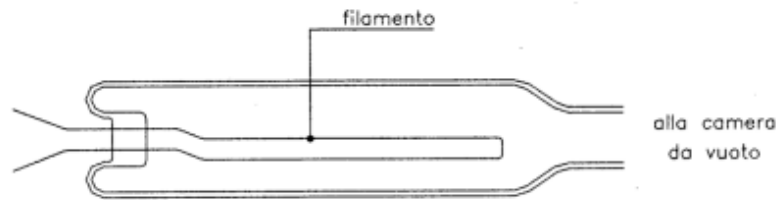


Figura 3.3: Schema tipico di un vacuometro "Pirami"

La sensibilità del "Pirami", definita come

$$Sensibilit\grave{a}' = \frac{dT_R}{dP}, \quad (3.4)$$

che dipende da:

- Materiale costituente del filamento: Tungsteno, Platino, Molibdeno, perché questi metalli hanno un coefficiente di temperatura  $\alpha$  alto, dove

$$\alpha = \frac{1}{R} \cdot \frac{dR}{dT}; \quad (3.5)$$

- Lunghezza e diametro del filo, perché dipende dalla resistenza;
- Circuito ponte di Wheatstone;
- Temperatura alla quale si porta il filo;
- Temperatura dell'involucro: tipicamente la temperatura ambiente.

Tuttavia, questo vacuometro ha anche dei difetti:

1. E' una misura indiretta, per cui richiede una taratura;
2. Possiamo avere delle variazioni della lettura causati da fluttuazioni di temperatura;
3. La pressione dipende dal tipo di gas, per cui serve ancora una taratura.

### 3.3.2 Vacuometro a termocoppia

E' un vacuometro a conducibilità termica, concettualmente analogo al "Pirami" (vedi Fig. 3.4).

Viene costruito attraverso due fili di materiale dissimile che vengono uniti in un giunto, messo in contatto con un elemento resistivo è collegato ad un generatore, con l'obiettivo di scaldare per effetto Joule la resistenza. Si usa la giunzione tra due metalli per misurare la temperatura, utilizzandola come una sonda. Questo si può fare perché, essendoci due materiali diversi scaldati, ci sarà un gradiente di temperatura; quindi l'energia media degli elettroni sarà più calda rispetto al quella nella parte fredda, questo comporta una deriva netta degli elettroni dalla parte calda a quella fredda. Gli elettroni si comportano come un gas di fermioni. Se c'è una densità diversa di elettroni, significa che c'è un gradiente di elettroni e per cui una caduta di potenziale, tale effetto è detto *effetto Seebeck*: un gradiente di temperatura induce una caduta di potenziale a livello metallico. Ma se uso dei metalli identici, la caduta di potenziale sarà esattamente la stessa, per cui non riesco a misurare la caduta di potenziale. Quindi prendo due materiali diversi, almeno ho due cadute di potenziale diverse che potrò quindi misurare. La temperatura di riferimento che solitamente si usa è il punto triplo dell'acqua, ovvero  $0^{\circ}$ . Per mettere entrambi i giunti a zero gradi mi serve una brocca con del ghiaccio, aspetto che inizi a sciogliersi e la metto vicino. Per cui per determinare la temperatura mi basta utilizzare un voltmetro.

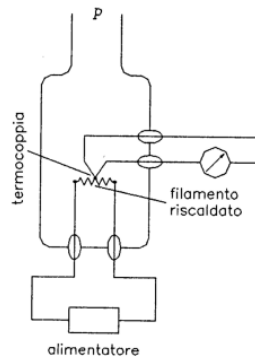


Figura 3.4: Schema tipico di un vacuometro a termocoppia

Io misuro la variazione della temperatura, per cui lo scambio di calore tra le molecole. Il limite di basse pressioni che posso raggiungere è quando il calore viene scambiato solo per irraggiamento. Infatti, man mano che diminuisco la pressione, lo scambio di calore è dominato dall'irraggiamento, che è molto meno efficiente rispetto alle altre due (convezione e conduzione), perciò la variazione di temperatura e quindi di potenziale che posso rivelare è via via sempre minore.

I materiali che generalmente si utilizzano sono:

1. Chromel – Alumel. Dove,
  - Chromel è una lega con: 85%  $Ni$ , 15%  $Cr$ ;
  - Alumel ha: 90%  $Ni$ , 2,5%  $Mn$ , 0,5%  $Fe$ , 2%  $Al$ , 1%  $Si$ ;
2. Rame – Costantana:
  - Costantana che ha 60%  $Cu$ , 40%  $Ni$ .

Questo dispositivo è meno preciso del "Pirami" e il suo range di utilizzo è:  $100 - 10^{-1} Pa$ .

### 3.4 Vacuometri a Ionizzazione

In questi strumenti si ha la ionizzazione del gas residuo, gli ioni vengono raccolti da un collettore e ciò che si misura è la corrente ionica, che è proporzionale alla densità della molecole e questo mi permette di misurare la pressione. Vengono utilizzati principalmente per HV e UHV.

#### 3.4.1 Classificazione

1. In questi dispositivi. La ionizzazione avviene come applicazione della ionizzazione naturale. Questi dispositivi prendono il nome di dispositivi a *catodo freddo*;
2. La ionizzazione può avvenire anche mediante acceleratori di elettroni emessi per effetto termoionico, questi dispositivi vengono detti a *catodo caldo*;
3. *Alfatron*: in questi dispositivi, la ionizzazione avviene attraverso la radioattività (non la utilizzeremo).

#### 3.4.2 Penning: vacuometro a ionizzazione a catodo freddo

In generale, nell'aria a temperatura ambiente è sempre presente una piccola frazione di molecole ionizzate, determinata ad esempio dai raggi:  $UV$ ,  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ; che rappresentano una ionizzazione naturale. Se ho due elettrodi e applico un campo elettrico non misuro nessuna corrente fino ad una certa tensione di soglia, perché sopra di questa ottengo una scarica con relativo bagliore. Se ho una situazione come quella in Fig. 3.5, l'elettrone verrà accelerato dal campo e potrà incontrare una molecola dopo una certa distanza  $\lambda$ , generando così un'energia  $E_{Ion} \sim eE\lambda$ .

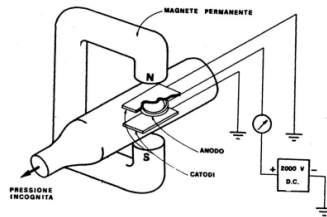


Figura 3.5: Schema tipico di un vacuometro "Penning"

Vediamo che è un processo a valanga, perché ogni urto può generare un altro elettrone e così via. Provando a disegnare un grafico, otteniamo qualcosa tipo quello in Fig. 3.6:

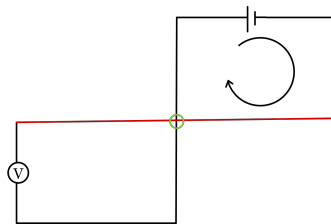


Figura 3.6: Grafico stilizzato di un vacuometro "Penning"

Inoltre, vedo che nello schema del "Penning" c'è anche un campo magnetico, in modo tale che l'elettrone abbia un moto di tipo elicoidale, aumentando il proprio cammino e avendo di

conseguenza più probabilità di interagire con le molecole. Un'altra cosa da notare è che siamo a tensioni molto elevate e questo per riuscire a ionizzare il gas.

Gli svantaggi di questo sistema sono:

1. l'innesco è difficile a basse pressioni;
2. fluttuazioni della corrente.

In generale il range di utilizzo di questo dispositivo è  $10^{-5} \text{ Pa} < P < 10^{-2} \text{ Pa}$ .

### 3.4.3 Vacuometri a catodo caldo

In questi dispositivi si sfrutta l'emissione termoionica: genero una corrente controllata di elettroni.

In Fig. 3.7 si vede che al centro c'è un filamento caldo, ad una temperatura sufficientemente alta da emettere elettroni in modo controllato. Questi elettroni vengono accelerati grazie ad un campo che si instaura tra il catodo e una griglia caricata positivamente. A questo punto, gli elettroni possono andare ad impattare con le molecole di gas e, se l'energia cinetica è sufficiente, il gas può essere ionizzato. A questo punto lo ione andrà verso il collettore, carico negativamente (o anche a potenziale zero). Per cui gli ioni vengono collezionati, mentre gli elettroni subiranno una repulsione che li riporterà indietro.

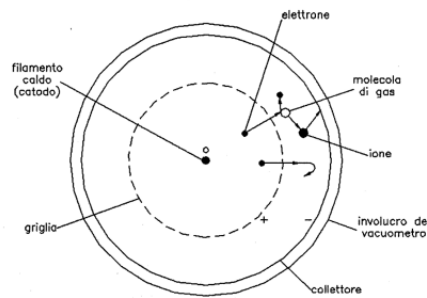


Figura 3.7: Schema di un vacuometro a catodo caldo

#### Valori tipici:

- Catodo:  $+50 \text{ V}$ ;
- Griglia:  $+200 \text{ V}$ ;
- Collettore: a terra;
- Tipica corrente elettronica (raccolta dalla griglia):  $\sim 1 \text{ mA}$ ;
- Tipica corrente ionica (raccolta dal collettore a  $P \sim 10^{-2} \text{ Pa}$ ):  $\sim 1 - 2 \mu\text{A}$ ;
- Intervallo di funzionamento:  $10^{-1} \text{ Pa} < P < 10^{-6} \text{ Pa}$ .

Uno dei problemi di questi dispositivi, è che a pressioni troppo basse gli elettroni difficilmente perdono la loro energia (perché hanno meno probabilità di interagire con le molecole) e per cui vanno ad impattare ad alta energia contro la griglia, che emette raggi X; questi, a loro volta, vanno verso il collettore che emette quindi elettroni. Ma estrarre elettroni dal collettore corrisponde al

fatto che una carica positiva venga raccolta dal collettore. Per cui si ha una simulazione della corrente ionica (positiva), portando ad una lettura sbagliata della pressione, da qui il suo limite di utilizzo alle basse pressioni. Per cui, quello che leggiamo, sono valori di corrente più elevati rispetto a quelli che dovremmo leggere.

**Osservazione 3** *Questi rivelatori sono stati portati anche sulla Luna per misurare la pressione lunare.*

Per concludere, sappiamo che ci sono anche dispositivi che misurano la massa, vedi i selettori di velocità. Con questi possiamo dire anche le pressioni parziali dei diversi elementi presenti nel gas, un esempio lo troviamo in Fig. 3.8, dove viene rappresentato un dispositivo RGA tipico. In questi sistemi, ci sono sempre delle contaminazioni, che, nella maggior parte dei casi, sono impurezze di tipo Carbonio.

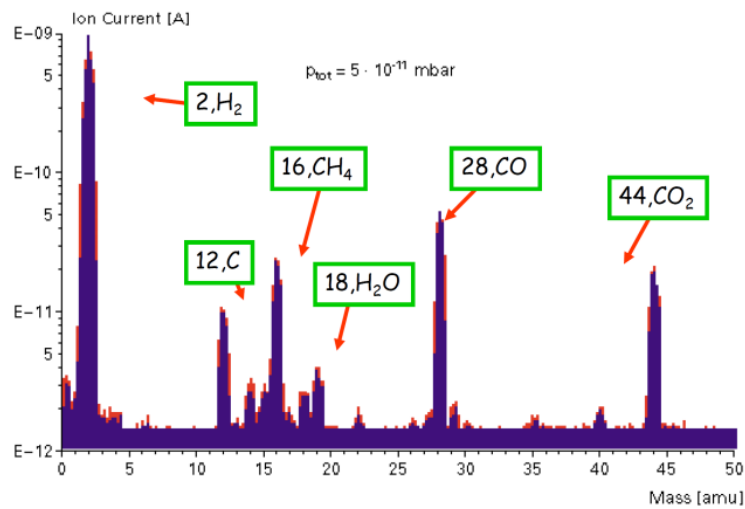


Figura 3.8: Spettro di emissione di un dispositivo RGA tipico



## Capitolo 4

# Elementi di criogenia

Per studiare fenomeni quantistici abbiamo bisogno di andare a basse temperature. Infatti, se ad esempio vogliamo studiare un sistema a due livelli, spin up e spin down, vediamo che questi due sono separati da una quantità  $\Delta E$ ; e la temperatura è tale per cui  $\Delta E < k_b T$ , non possiamo vedere la discretizzazione. A temperatura ambiente  $k_b T_e \sim 25 \text{ meV}$ , dove  $T_e = 300 \text{ K}$ .

Oltre alla bassa temperatura, ciò che influenza un sistema quantistico è ad esempio il rumore, che ci fa perdere informazione in fretta. Altro problema importante sono i gradi di libertà quanto meccanici, infatti questi spesso e volentieri scambiano energia con l'ambiente perdendo ancora una volta informazione quantistica. Inoltre, per la spettroscopia, è importante la risoluzione spettrale, che ha un certo limite; per migliorarla è necessario andare a basse energie, perché le righe spettrali si assottigliano, aumentando la risoluzione. Per concludere, è fondamentale essere a basse temperature, il cui valore dipende dall'esperienza. La necessità di eseguire esperimenti a temperature inferiori a quella ambiente apre una branca tecnologica specifica: la *criogenia*.

Dal punto di vista sperimentale, si hanno due principali aree di temperatura legate a proprietà di due liquidi criogenici:

1. Azoto liquido ( $N_2$ ): alla temperatura di  $77 \text{ K}$  e alla pressione di  $1 \text{ atm}$ ;
2. Elio liquido ( $He_2$ ): con una temperatura di  $4,2 \text{ K}$  alla pressione di  $1 \text{ atm}$ .

### 4.1 Liquidi criogenici

Questi oggetti bollono in permanenza, significa che la temperatura di ebollizione è  $\ll 300 \text{ K}$ . Per cui, questi liquidi si consumano con una certa velocità, che dipende dal calore latente del materiale e dalle caratteristiche del contenitore. Finché c'è del liquido, la temperatura di questo è stabile a fissata pressione (solitamente  $1 \text{ atm}$ ).

#### Prezzi correnti

- L'azoto liquido  $N_2$  costa quanto l'acqua più o meno: in Bicocca lo paghiamo  $0,3 \text{ e/l} - 0,25 \text{ e/l}$ ;
- L'elio liquido  $He_2$  in Bicocca lo paghiamo  $12 \text{ e/l}$ .

L'elio è attualmente un problema, perché ha applicazioni in diversi ambiti ed è estremamente raro. Questo è un buon esempio di sorgente non rinnovabile, perché proviene da una catena di decadimenti radioattivi non reversibili. Ciò che succede è che questo diffonde all'interno delle

rocce e se arriva in superficie l'abbiamo perso. Per questo motivo si sono sviluppate anche tecnologie che sfruttano cicli chiusi, minimizzando al massimo la perdita dell'elio.

**Osservazione 4** *Sull'American Physical Society c'è un report che descrive proprio questa crisi dell'elio.*

## 4.2 Contenitori

### 4.2.1 Contenitori per azoto liquido

Ne abbiamo principalmente di due tipi:

1. *Vetro borosilicato ( $\text{SiO}_2$  drogato boro)*: è il cosiddetto Pyrex, ovvero il materiale di cui sono fatte le pirofile. Questo materiale ha eccellenti proprietà meccaniche (resistente), ma soprattutto è un buon isolante. I sistemi in Pyrex sono disponibili commercialmente in varie forme e dimensioni, però hanno lo svantaggio di essere fragili (è vetro). La Fig. 4.1 rappresenta lo schema, dove sui bordi spesso si ha solitamente un'argentatura.
2. *Metallo*: più resistente del Pyrex, per cui più adatti al trasporto. Questi necessitano di una trappola interna per mantenere alto il vuoto di isolamento, di conseguenza tendono ad invecchiare; in sezione sono fatti come il grafico in Fig. 4.2: c'è una cassa esterna con all'interno l'ampolla con l'azoto liquido e lungo tutte le pareti avremo le trappole (ad esempio zioliti, allumine, ...); la parte esterna è fatta in acciaio (molto robusta), mentre la parte interna spesso viene fatta in alluminio, per schermare la radiazione. Per un eventuale super-isolamento, viene messo spesso inserita anche un'intercapedine, che sono Mylar (un film di polietilene tereftalato) o dei fogli di alluminio. In questo caso, la tipica perdita statica è tipo 1% – 5% di liquido al giorno.

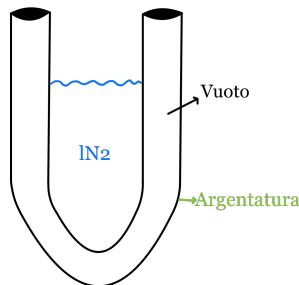


Figura 4.1: Grafico di un tipico contenitore in Pyrex

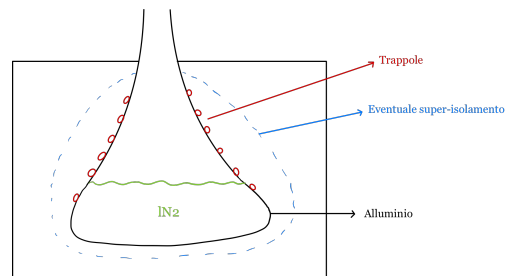


Figura 4.2: Schema di un contenitore di metallo

### 4.2.2 Contenitori per elio liquido

Anche in questo caso li possiamo suddividere in due categorie principali:

1. *Contenitori per esperimenti*: uno schema è quello in Fig. 4.3. Qui si ha un contenitore per l'elio liquido, poi, come una matryoska, abbiamo un contenitore simile all'esterno, dove si inserisce un altro liquido criogenico: l'azoto liquido. Questo serve per abbattere il salto di temperatura tra elio liquido e la temperatura ambiente. Inoltre, nelle intercapedini si crea il vuoto. Questi oggetti hanno una perdita statica di circa  $60 \text{ ml/h}$ . Se la parte interna

viene realizzata in Pyrex, anziché in metallo, serve una pompa per rievacuare spesso il contenitore, perché l'elio diffonde facilmente attraverso il vetro. Si può anche utilizzare un'alternativa all'azoto liquido, ovvero degli schermi in metallo (ad esempio rame) che cercano di essere raffreddati attraverso i vapori dell'elio stesso, per cui sono spesso uniti al collo del contenitore

2. *Contenitori per immagazzinamento:* in questo caso abbiamo un corpo cavo, con un collo; all'interno c'è uno spazio vuoto dove viene inserito dell'elio liquido, il cui contenitore è solitamente circondato da azoto liquido o sistemi isolanti, e nelle intercapedini abbiamo il vuoto. La capacità tipica di questi oggetti è 10-1000 l, con una perdita statica di circa 1% al giorno con azoto liquido oppure del 2 – 3% al giorno con sistemi isolanti. Il vantaggio di quest'ultimi è che sono più leggeri, per cui più adatti al trasporto.

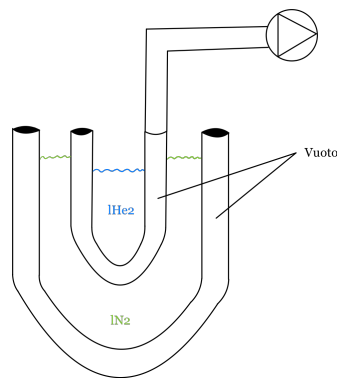


Figura 4.3: Spettro di un contenitore per esperimenti

## 4.3 Trasferimenti di liquidi criogenici

L'obiettivo è quello di trasferire il liquido criogenico dal suo contenitore a quello che servirà per il mio esperimento. Le tecniche per farlo dipendono dal liquido criogenico utilizzato.

### 4.3.1 Trasferimento di azoto liquido

In questo caso, se dobbiamo fare dei trasferimenti di breve durata, allora è sufficiente utilizzare dei tubi di gomma, con un diametro di  $\sim 2\text{ cm}$  e uno spessore di  $\sim 0,5\text{ cm}$ . Gli svantaggi che ha è che si ghiaccia, per cui si irrigidisce e si può rompere; inoltre, essendo poco schermato, ci sono molte perdite. Se dobbiamo fare dei trasferimenti a lunga durata e a distanza, è preferibile utilizzare dei tubi metallici con bassa conduttività termica. Il materiale che si preferisce è l'acciaio, che viene accoppiato con un isolante termico, ad esempio una calza di lana di vetro.

### 4.3.2 Trasferimento di elio liquido

In questo caso, abbiamo la necessità di fare attenzione perché l'elio ha un calore latente più basso di quello dell'azoto, per cui basta una piccola quantità di calore fornito per farlo passare da fase liquida a gassosa. Si rende quindi necessario un tubo isolato. Lo schema della sezione Fig. min 11 mostra che il tubo è un cilindro cavo, nel quale viene fatto passare un altro tubo,

in cui viene fatto passare l'elio liquido; nelle intercapedini si ha il vuoto. Per il cilindro più esterno, si utilizzano spesso degli anelli in teflon (con bassa conducibilità termica). Con tubi di questo genere, il trasferimento avviene grazie ad una differenza di pressione: il liquido criogenico è stoccato nel dewar, il braccio di trasferimento viene inserito nel dewar e lo mettiamo a contatto, ad esempio, con il criostato; la regione con il criostato è circa quella atmosferica, allora creiamo all'interno del dewar una sovrappressione. Una tecnica per farlo è l'auto pressurizzazione: dato che l'elio bolle in permanenza, se il dewar è chiuso ermeticamente, allora aumenteremo la pressione dello spazio non occupato dal liquido; si creerà quindi una sovrappressione sufficiente da muovere l'elio liquido. Un'altra tecnica è quella di utilizzare un palloncino: con questo aumentiamo la pressione all'interno del dewar, facendo muovere il liquido. L'ultima tecnica prevede l'utilizzo di una bombola di gas: se utilizziamo una bombola di elio, possiamo far entrare un po' di gas nel dewar, aumentando la pressione. La Fig. 4.4 mostra uno schema tipico di questo trasferimento.

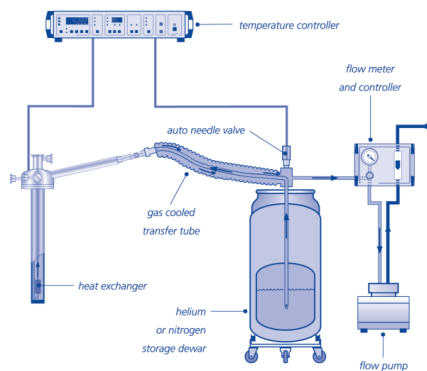


Figura 4.4: Schema per il trasferimento di Elio liquido

## 4.4 Esempi di criostati

### 4.4.1 Criostato a diluizione

Il ciclo di raffreddamento è abbastanza delicato (lo vedremo direttamente in laboratorio); si basa sul fatto che utilizziamo una miscela di isotopi di elio,  $He_4$  e  $He_3$ . Il primo è un bosone, l'altro è un fermione e sotto una certa temperatura c'è una separazione di fase in cui si forma una fase ricca in  $He_3$  e l'altra povera di  $He_3$ . Proprio questa verrà utilizzata per raffreddare il sistema.

### 4.4.2 Liquid Flow Cryostat

La Fig. 4.5 rappresenta uno schema di questo criostato. Questo viene spesso utilizzato in microscopia. Si può vedere che c'è una porta d'ingresso per il trasferimento di liquido criogenico, che scende fino alla base dove c'è un dito freddo (Sample holder). Quest'ultimo dovrà essere incollato con delle colle che garantiscano una buona conducibilità termica a basse temperature, spesso vengono utilizzate delle colle a matrice polimerica, in cui vengono disperse delle particelle d'argento. Inoltre, dalla parte dx c'è la porta per collegare il sistema da vuoto, necessario per evacuare il criostato e quindi evitare scambi termici con l'esterno. In più c'è il Radiation Shield, che svolge l'azione di riflettere la radiazione di corpo nero, che altrimenti sarebbe l'elemento

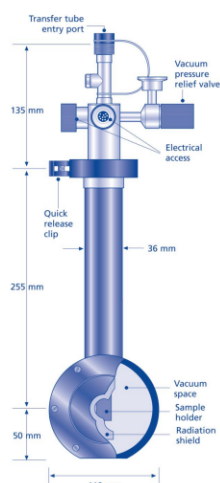


Figura 4.5: Schema tipico di un Liquid Flow Cryostat

limitante per raggiungere le basse temperature. Gli altri elementi che si hanno in sistemi come questo sono gli accessi elettrici, perché si ha la necessità di leggere segnali elettrici.

Questi oggetti vengono spesso utilizzati in microscopia, perché sono compatti (vedi Fig. 4.6) e sono dotati di una o due finestre attraverso le quali si possono fare misure di trasmissione (ad esempio il passaggio di un fascio da una parte all'altra). Da notare c'è il sample order, che si trova molto vicino alla finestra inferiore, perché se voglio fare esperimenti di microscopia ottica è necessario avere un'ampia finestra di lavoro (per una maggiore raccolta), ma questi dispositivi hanno una piccola distanza di lavoro, quindi l'obiettivo deve stare molto vicino al campione, per cui si mette vicino alla finestra.

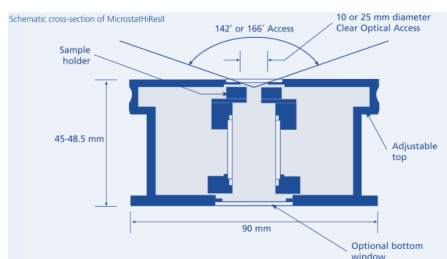


Figura 4.6: Altro schema tipico di un Liquid Flow Cryostat

L'aspetto positivo di questi criostati è che non ci sono vibrazioni; che potrebbero essere generate ad esempio da una pompa rotativa (che possono però essere isolate in modo sufficiente immergendo i tubi nella sabbia, in modo da avere un dumping delle onde meccaniche e non far oscillare il campione). Lo svantaggio sta nel costo, perché utilizzando l'elio liquido, costerà molto un dispositivo del genere.

#### 4.4.3 Criostati a secco a ciclo chiuso (di Gifford – McMahon)

Nella Fig. 4.7 vediamo che a sx ritroviamo uno schema analogo a quello del criostato a flusso: abbiamo il sample holder, inserito nel radiation shield e tutto viene chiuso dall'accesso ottico

(con una finestra e necessario). In alcuni criostati si può arrivare al campione inserendo nel criostato una fibra ottica, ricevendo un segnale ottico. La parte di raffreddamento avviene nella zona centrale, che rispetto ai casi precedenti presenta un compressore, perché questo strumento funziona a ciclo chiuso di elio. Il principio di raffreddamento si basa sul fatto che viene introdotto

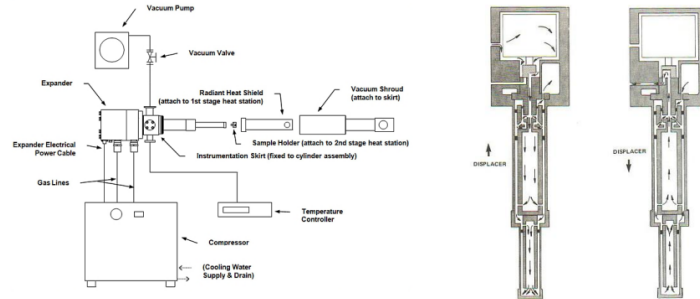


Figura 4.7: Schema di un tipico criostato a secco a ciclo chiuso

dell'elio in forma gassosa all'interno del criostato (nella parte superiore della figura a dx), il gas si espande raffreddando il campione, che si trova sul fondo del criostato; infine, il gas viene raccolto in un'altra camera dove viene compresso e quindi riutilizzato.

Il vantaggio sta nel fatto che l'elio può essere riutilizzato (meno costo) e non lo disperdiamo nell'ambiente per via del ciclo chiuso. Questi strumenti funzionano anche per cinque anni. Inoltre, attraverso questo dispositivo, si può arrivare fino a 4 K.

**Funzionamento:** Il ciclo termico (Fig. 4.8) si basa su una piccola modificazione del ciclo Sterling. Questo funziona grazie a due pistoni, uno in una zona calda (a temperatura ambiente) ed uno nella zona fredda (quella da raffreddare). In mezzo c'è il rigeneratore: una matrice solida con elevata superficie, nel quale il gas si rigenera interagendoci (se era freddo, interagisce e diventa caldo, e viceversa). Inoltre, dal lato caldo (dx), il gas viene compresso e scambia calore verso l'esterno, per cui il calore viene rimosso dal sistema. Mentre dal lato freddo, il gas estrae calore dall'ambiente esterno (lo acquista) e questo serve per raffreddare il nostro campione.

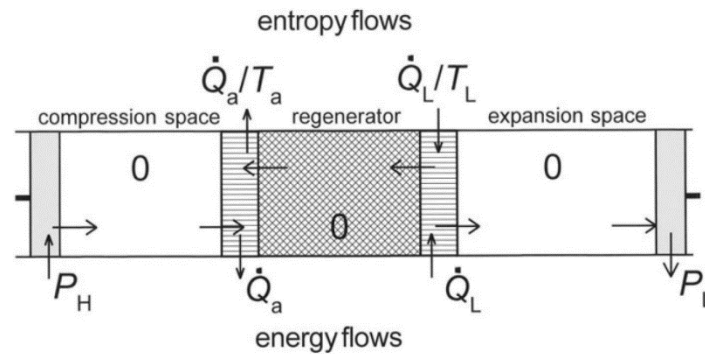


Figura 4.8: Schema del ciclo Sterling

Più nel dettaglio (vedi Fig. 4.9), il funzionamento è formato da quattro step:

1. Nella prima fase (da  $a$  a  $b$ ), il pistone caldo (a sx) si sposta verso dx, mentre il pistone freddo rimane fermo. Per cui ci stiamo spostando lungo l'isoterma da ( $a$  a  $b$ );

2. Nella seconda fase si spostano verso dx entrambi i pistoni, mantenendo così il volume costante. Di conseguenza, il gas dalla parte calda entra nel rigeneratore caldo ed esce da questo verso sx ad una temperatura più bassa  $T_L$ ;
3. In questo passaggio (da  $c$  a  $d$ ), si mantiene il pistone caldo fisso e si sposta verso dx quello freddo. In questo modo, il gas rimane a bassa temperatura, ma può raccogliere calore dall'ambiente esterno, in particolare dal campione. Mi sto spostando lungo l'isoterma da  $c$  a  $d$ ;
4. L'ultimo step mostra il ritorno alla situazione iniziale mantenendo costante il volume. Quello che succede è che il gas entra nel rigeneratore nella zona fredda, interagisce con questo (caldo dal primo passaggio) e lo lascia ad una temperatura più alta. Torniamo quindi nella posizione  $a$ , chiudendo il ciclo.

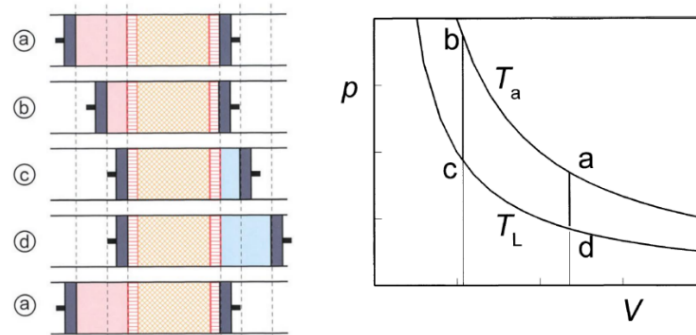


Figura 4.9: Vediamo rappresentate le fasi del ciclo a cui è soggetto il criostato

Questi sistemi generalmente hanno più stadi, che, accoppiati, permettono di raggiungere la temperatura di  $4\text{ K}$ .

Riassumendo, il vantaggio è il basso costo di elio (non di energia, perché comunque di quella ne va); lo svantaggio però, in certe applicazioni, è enorme, perché questo sistema genera vibrazioni, dell'ordine di  $100\text{ }\mu\text{m}$  e  $1\text{ g}$  di accelerazione. I pistoni, infatti, sono meccanici e si muovono alla frequenza dell'ordine dell' $\text{Hz}$ . Di conseguenza questo genere di sistemi non va bene per la microscopia.

## 4.5 Misura della temperatura

Un approccio molto utile per misurare la temperatura è quello di utilizzare le termocoppie. Abbiamo visto che si può utilizzare l'effetto Seebeck per misurare la differenza di potenziale generata da un gradiente di temperatura. Questa tipologia di sistemi è riassunta nello schema in Fig. 4.10.

Un voltmetro lo colleghiamo ai due metalli dissimili e la giunzione la poniamo ad una temperatura  $T_1$ , fissa, mentre la temperatura  $T_2$  la lasciamo variabile. In questo modo abbiamo

$$\Delta V = f(T_2, T_1). \quad (4.1)$$

Spesso i termometri utilizzati vengono realizzati attraverso un elemento resistivo (come una lega di rodio e ferro, un cubo o cilindro dal quale sbucano quattro elettrodi e al cui interno si trova la

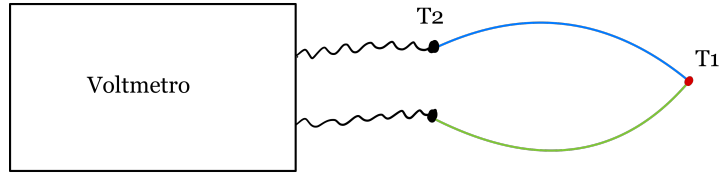


Figura 4.10: Schema riassuntivo di un sistema per la misura della temperatura

resistenza). Un altro termometro utilizzato è il diodo, ovvero un dispositivo elettronico che ha una dipendenza esponenziale della corrente dalla d.d.p. applicata, del tipo

$$\propto e^{-KT}. \quad (4.2)$$

## 4.6 Funzionamento di questi sistemi

In uno schema generale (vedi Fig. 4.11), abbiamo il criostato, con all'interno un bagno termico ad una temperatura  $T_0$ , perché abbiamo all'interno il liquido criogenico. Il bagno termico è a contatto con il campione ad una temperatura  $T$ . Allora, quello che si fa, è mettere un riscaldatore da un lato del campione e dall'altra un termometro resistivo, la cui resistenza dipende dalla temperatura  $T$  a cui si trova il campione. Quindi, misuriamo la resistenza associata al termometro confrontandolo con una resistenza modificabile in base alla temperatura  $\bar{R}(\bar{T})$  a cui vogliamo mettere il nostro campione. Il controller della temperatura calcola una funzione

$$\Delta f(\Delta R). \quad (4.3)$$

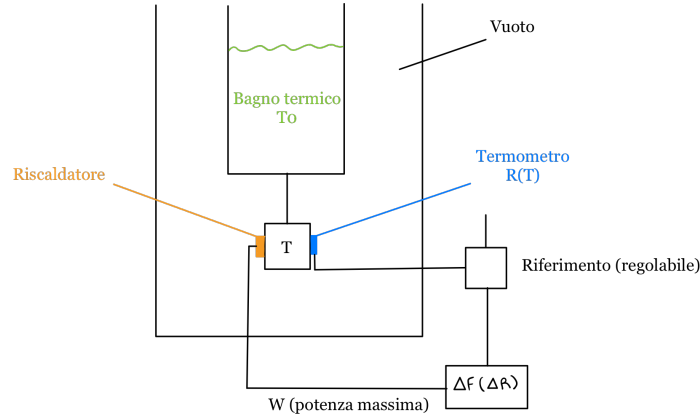


Figura 4.11: Schema del funzionamento di questo sistema

Quello che a noi interessa è la variazione della resistenza tra quella del termometro e quella di riferimento:  $\Delta R = R - \bar{R}$ , che corrisponde ad una variazione di temperatura tra il nostro campione e la temperatura a cui vogliamo mandare il nostro campione:  $\Delta T = T - \bar{T}$ . Per



controllare questo processo, il regolatore eroga, attraverso il riscaldatore, una certa potenza  $W$ : potenza dissipata. Ci sono diversi modi per controllare la temperatura del nostro campione.

#### 4.6.1 Sistema sì-no

Il funzionamento di questo sistema o si può riassumere in due punti:

- Se  $\Delta T > 0$ , allora la temperatura del campione è più alta di quella di targa, quindi non erogherò nessuna potenza, per cui  $W = 0$ ;
- Se  $\Delta T < 0$ , dovrò erogare una potenza per scaldarlo, per cui  $W = W_0$ .

Se misuriamo la temperatura in funzione del tempo, avendo definito una temperatura di riferimento  $\bar{T}$  alla quale portare il nostro campione, vediamo che la temperatura sale e, quando si è all'interno di una certa banda, il sistema eroga potenza; una volta superata, la temperatura deriva per un periodo e poi scende fino a quando sarà al di sotto di un certo livello, con la conseguenza della riattivazione del riscaldatore. Questo avverrà con periodicità, come espresso dal grafico in Fig. 4.12. Di conseguenza, avremo grandi oscillazioni della temperatura attorno al set point.

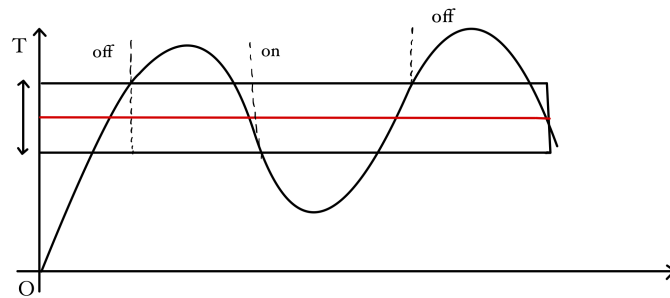


Figura 4.12: Grafico della temperatura in funzione del tempo per un sistema sì-no

#### 4.6.2 Controllo ad amplificazione (P)

Per ovviare al problema delle oscillazioni del sistema sì-no, si introduce un apparecchio di controllo. In questo caso si misura ancora la variazione di temperatura:

- Se  $\Delta T > 0$ , non si scalda il campione:  $W = 0$ ;
- Se  $\Delta T < 0$ , si scalda il campione fornendo una potenza proporzionale ( $G$ ) alla variazione di temperatura:  $W = G|\Delta T|$ .

Questo permette di raggiungere la temperatura di set point in modo più controllato (vedi grafico in Fig. 4.13). La temperatura deriva, poi all'interno di una certa banda di temperatura, si attiva l'amplificatore e la temperatura si avvicinerà in modo asintotico a quella di targa. Questo sistema viene completato attraverso altri due controlli.

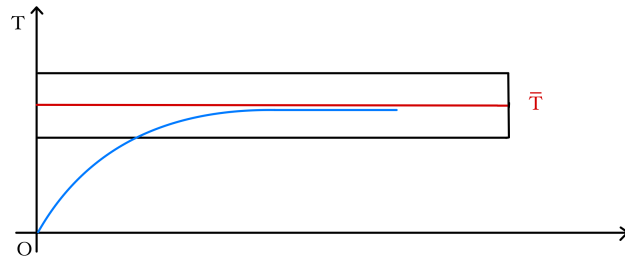


Figura 4.13: Grafico della temperatura in funzione del tempo per un controllo ad amplificazione

### 4.6.3 Controllo a integrazione (I)

In questo caso si monitora la variazione di temperatura nel tempo  $\Delta T(t)$  e la potenza erogata diventa

$$W = C \int \Delta T(t) dt \quad (4.4)$$

Questo controllo tiene conto del fatto che l'interazione tra il bagno e il campione non è costante nel tempo, perché modificando la temperatura del campione viene modificata anche la sua capacità termica e, generalmente, a basse temperature l'inerzia termica è minore, viceversa ad alte temperature. Realizzando questi controlli insieme, stiamo creando un *PI control*.

### 4.6.4 Controllo a derivazione

Anche in questo caso si cerca la variazione della temperatura nel tempo  $\Delta T(t)$ , ma la potenza diventa

$$W = D \frac{d\Delta T}{dt} \quad (4.5)$$

Questo controllo altera di fatto la risposta del sistema ed è utile quando si hanno delle rapide risposte e quando si hanno delle ampie variazioni di temperatura.

Se mettiamo insieme questi tre termini, otteniamo il cosiddetto *controllo a tre terminali* (*PID control*). Dove in generale i parametri che si settano sono: il guadagno proporzionale, il tempo di integrazione e il tempo di derivazione. Questi si possono modificare in base al controllo. I sistemi più moderni fanno un autotuning dei parametri.