

PRIMER PROTOTIPO DE TRAMPA FRÍA CON PASANTE ELÉCTRICO PARA VACÍO DE BAJO COSTO

FIRST PROTOTYPE OF A LOW-COST VACUUM BAFFLE WITH ELECTRICAL FEEDTHROUGH

J. M. Conde Garrido^{*1,2}, M. A. Couselo¹ y J. M. Silveyra^{1,2}

¹Universidad de Buenos Aires. Facultad de Ingeniería. Laboratorio de Ablación Láser. Laboratorio de Sólidos Amorfos. Av. Paseo Colón 850 (C1063ACV), Buenos Aires, Argentina

²CONICET - Universidad de Buenos Aires. Instituto de tecnologías y Ciencias de la ingeniería "Hilario Fernández Long" (INTECIN). Av. Paseo Colón 850 (C1063ACV), Buenos Aires, Argentina

Recibido: 13/12/2022; Aceptado: 27/2/2023

En un trabajo previo, Conde Garrido y Silveyra propusieron una novedosa tecnología de trampa fría capaz de atrapar contaminantes en sistemas de vacío. La misma fue diseñada para ser aplicada en sistemas de deposición de películas delgadas de vidrios calcogenuros por ablación láser pulsada. Mientras que los sistemas tradicionales se enfrían por compresión de gases o baños fríos como nitrógeno líquido, la trampa reportada se enfría por efecto termoeléctrico. Esto permite reducir la inversión de capital, los costos operativos y los tiempos de puesta en marcha y mantenimiento.

En el presente trabajo se presenta la construcción, puesta a punto y caracterización del primer prototipo físico de la trampa fría. La caracterización incluyó, en primer lugar, el control de la presión final alcanzada por el dispositivo. Para caracterizar el desempeño térmico del dispositivo, se diseñó y fabricó un sistema de medición de temperaturas. Como parte de este sistema de medición, se destaca un pasante eléctrico para vacío de bajo costo.

Los resultados indican que, con la trampa fabricada, se pueden alcanzar presiones menores a 2×10^{-5} mbar, mientras que las superficies frías alcanzan temperaturas de aproximadamente -12 °C. Los niveles de vacío y de temperatura cumplen las condiciones requeridas para el sistema de deposición de películas delgadas de vidrios calcogenuros por ablación láser pulsada. Sin embargo, no se logran temperaturas tan bajas como las estimadas para el prototipo virtual (de hasta -50 °C). Se identificaron entonces los puentes y resistencias térmicas presentes en el dispositivo fabricado, despreciados en el modelo, señalando oportunidades de mejora.

Finalmente, se proponen revisiones al diseño actual que simplifican su proceso de manufactura, mejoran su robustez y eficacia, y facilitan su operación y mantenimiento.

Palabras Clave: trampa, fría, baffle, termoeléctrico, pasante eléctrico, vacío, bajo, costo.

In a previous work, Conde Garrido and Silveyra proposed a novel cold trap (baffle) technology capable of trapping contaminants in vacuum systems. The baffle was designed to be applied in systems to synthesize chalcogenide glass thin films by pulsed laser deposition. While traditional baffles are cooled down with compression cooling systems or cooling solutions such as liquid nitrogen, the reported baffle is cooled down by the thermoelectric effect, which allows for reducing the capital investment, operating costs, as well as start-up and maintenance times.

This paper presents the construction, tuning, and characterization of the first physical prototype of the baffle. The characterization included, first, the control of the final pressure reached by the device. To characterize the thermal performance of the baffle, a temperature measurement system was designed and manufactured. Within this measurement system, we highlight a low-cost electric vacuum feedthrough.

The results indicate that the constructed baffle can reach pressures lower than 2×10^{-5} mbar, while the cold surfaces reach temperatures of approximately -12 °C. The vacuum and cold temperature levels meet the required conditions for the pulsed laser deposition of chalcogenide glass thin films. However, temperatures are not as low as those estimated for the virtual prototype (down to -50 °C). Thermal bridges and resistances present in the fabricated device, neglected in the model, were then identified, pointing out opportunities for improvement.

Finally, revisions to the current design are proposed that simplify its manufacturing process, improve its robustness and efficiency, and facilitate its operation and maintenance.

Keywords: baffle, thermoelectric, electrical feedthrough, vacuum, low-cost.

<https://doi.org/10.31527/analesafa.2023.34.1.8>



ISSN 1850-1168 (online)

I. INTRODUCCIÓN

Muchos procesos tecnológicos modernos requieren entornos limpios de alto vacío (presiones de entre 10^{-5} a 10^{-7} mbar). Para llegar a los objetivos de vacío deseados exis-

ten diferentes alternativas, entre las cuales las más utilizadas para este rango de vacío son las bombas difusoras y las bombas turbomoleculares.

Las bombas turbomoleculares libres de aceite son una excelente opción para la generación de vacío pues no contaminan con aceite, pero implican una inversión mucho mayor

* jmcondegarrido@fi.uba.ar

que las bombas difusoras. Además, su operación es más delicada: la limpieza de sus partes internas es compleja, sus repuestos para el mantenimiento son costosos y, al averiarse, generalmente deben ser reemplazadas por una nueva. Es por esto por lo que en muchos laboratorios de Argentina comúnmente se utilizan, en su lugar, bombas mecánicas en conjunto con bombas difusoras.

Las bombas de vacío, mecánica y difusora, tienen dos inconvenientes. Por un lado, el aceite que utilizan es sensible a la contaminación (ya sea con vapores producidos en la cámara de proceso o con vapor de agua). Por otro lado, pequeñas cantidades de dicho aceite podrían difundir hacia la cámara de proceso, fenómeno conocido como *backstream* (contracorriente). El *backstream* comienza a ser importante en bombas difusoras cuando se opera a presiones inferiores a 10^{-3} mbar [1]. Por lo tanto, entre la bomba difusora y la cámara de proceso, se debe colocar un elemento que retenga los vapores de manera bidireccional. Este elemento es la trampa fría (o *baffle*).

Las trampas frías son dispositivos que, mediante enfriamiento, condensan vapores circulantes, separándolos del flujo de vacío. No poseen una línea de visión directa entre la entrada y la salida.

Si se las hace funcionar a alto vacío, el estado del flujo es molecular, provocando que las colisiones entre las partículas en fase gaseosa sean inexistentes, lo que significa que cada molécula o átomo en el gas que fluye a través de la trampa se mueve en línea recta. De esta manera, deberán golpear al menos una superficie para desviar su trayectoria y atravesar la trampa. Si una partícula es adsorbida por dicha superficie, entonces queda atrapada con éxito (se congela allí). Hay que considerar que un solo impacto no suele ser suficiente para absorber la energía cinética de la partícula y atraparla, por lo que generar un doble impacto aumenta la probabilidad de atrapamiento (disminuyendo la probabilidad de transferencia de los vapores al cuadrado [2, 3]).

La temperatura de operación de la trampa fría debe ser tal que los vapores atrapados por ella presenten una presión de vapor mucho menor que la presión a la que se encuentra el sistema de vacío. Si la presión de vapor del material atrapado es similar a la presión de trabajo, entonces las moléculas atrapadas se irán liberando durante la operación, contaminando el sistema y/o elevando los tiempos necesarios para obtener el vacío deseado. Este fenómeno se conoce como *cryopumping* parcial (a diferencia del *cryopumping* a secas, que consiste en el atrapamiento prácticamente total de las partículas por una superficie fría).

Un caso muy importante en sistemas de vacío refrigerados es el del *cryopumping* parcial del agua. Según los estudios realizados por Chambreau et al. [4], este fenómeno ocurre para temperaturas entre -50 y -100 °C, por lo que recomiendan evitar este rango de temperaturas en las superficies del sistema de vacío.

Chambreau et al. también presentan un gráfico de presiones de vapor de aceites comunes de bombas mecánica y difusora en función de la temperatura (Inland 19 y Santovac 5, respectivamente). A temperatura ambiente, el aceite de mecánica Inland 19 posee una presión de vapor de 10^{-5} mbar, mientras que el aceite de difusora Santovac 5 posee

una presión de vapor de 4×10^{-10} mbar. El aceite de mecánica posee una presión de vapor mucho mayor que el de difusora, por lo que se puede considerar como la principal fuente de contaminación del sistema de vacío. Por un lado, penetra en la bomba difusora luego de repetidos ciclos y, desde ahí, al resto del sistema de vacío. Por otro lado, también puede penetrar directamente cuando se utiliza solo la bomba mecánica para realizar un vacío preliminar.

Chambreau et al. recomiendan temperaturas para la trampa fría de entre -30 y -50 °C, pero no descartan que se puedan usar temperaturas de -10 °C, ya que, a esa temperatura, la presión de vapor del aceite de mecánica Inland 19 es de 7×10^{-7} mbar. Crawley y Miller midieron la presión final alcanzada en un sistema de vacío con y sin trampa fría y observaron que utilizar la trampa a -5 °C logra reducir la presión final a la mitad de la alcanzada sin utilizar trampa alguna [5]. De acuerdo a mediciones de Oswald y Crawley [6], si la trampa se utiliza a -15 °C, el beneficio es aún mayor: la contaminación de aceite se reduce hasta 50 veces (vs sin trampa).

Este mismo razonamiento se puede aplicar a los vapores generados en la cámara de proceso. La trampa fría actual se fabricó en vistas a su aplicación en sistemas de deposición de películas delgadas de vidrios calcogenuros por ablación láser pulsada [7-9]. El elemento de menor presión de vapor utilizado es el azufre, cuya presión de vapor a temperatura ambiente es de 10^{-6} mbar y a -10 °C es menor a 10^{-8} mbar [10]. Por estos motivos, se concluye que la temperatura de la trampa fría debería estar entre los -10 y los -50 °C para ser eficaz.

Las trampas frías o los deflectores a temperaturas de nitrógeno líquido son los dispositivos más efectivos para atrapar contaminantes en sistemas de vacío, pero implican altos costos de capital y operativos, con un costo inicial de varios miles de dólares y un suministro constante de nitrógeno líquido, que podría costar otros varios miles de dólares por año [4]. Por otra parte, la demanda de nitrógeno líquido debe estimarse cuidadosamente, o este podría agotarse durante el proceso. Otros baños de enfriamiento, con diferentes temperaturas de enfriamiento, pueden disminuir el costo del nitrógeno líquido, pero, aun así, cualquier baño de enfriamiento requiere de un suministro garantizado.

Los sistemas de enfriamiento por ciclo frigorífico requieren de un compresor junto a un recipiente pulmón para el gas comprimido, ocupando un espacio considerable. También requieren de una cañería de conducción hacia el evaporador en la zona de vacío donde se localiza la trampa y otra cañería de retorno hasta el condensador (que, debido a las vibraciones que genera, debe ser colocado lejos de cualquier equipo sensible como el láser y su sistema óptico asociado). Todo esto lo convierte en un aparato de poca flexibilidad para ser desplazado y realizar cambios en la instalación de trabajo. Asimismo, no deja de implicar una alta inversión de capital y un costoso mantenimiento.

Actualmente, el sistema de vacío de las cámaras de ablación láser del Laboratorio de Ablación Láser utiliza una trampa del tipo dedo frío para atrapar contaminantes. Una cañería corrugada de acero inoxidable de 1 metro de longitud se sumerge en una mezcla de agua y hielo (provisto por

un refrigerador hogareño). Esta es la tecnología de trampa más sencilla y económica, pero la temperatura alcanzada no es muy baja; está entre 0 y 5 °C. Además, depende de un suministro constante de hielo.

Para mejorar las instalaciones actuales, Conde Garrido y Silveyra propusieron un novedoso diseño de trampa fría (o *baffle*) basado en enfriamiento termoeléctrico, cuya temperatura mínima ideal es de aproximadamente -50 °C [11]. Opera con módulos de placas Peltier, también llamados enfriadores termoeléctricos (*thermoelectric coolers*, TEC), ampliamente disponibles comercialmente. Dicha trampa fría supera las desventajas asociadas a los sistemas de enfriamiento por compresor y por baño frío. Es económica, compacta, silenciosa, libre de vibraciones, casi libre de mantenimiento, y es capaz de proporcionar un control de temperatura preciso. Atraídos por estas ventajas, otros investigadores han continuado explorando la tecnología proponiendo rediseños de la trampa de Conde Garrido y Silveyra [12].

En el presente trabajo se presenta el primer prototipo físico de la trampa fría basada en enfriamiento termoeléctrico propuesta por Conde Garrido y Silveyra.

II. MÉTODOS

Fabricación de la trampa fría

La trampa fría desarrollada consta de una hélice dispuesta alrededor de un eje, que a su vez se conecta con una varilla vertical por la que se extrae el calor hasta una placa que lo distribuye para ser absorbido por dos TEC. Todas estas piezas fueron fabricadas en cobre. Desde éstas, el calor se transfiere por efecto termoeléctrico hasta los bloques refrigerantes de cobre por donde circula agua a temperatura ambiente, con un caudal de unos 2 litros/min (ver Fig. 1 y 2).

El vacío es mantenido gracias a un pasante térmico para vacío diseñado y fabricado *ad hoc* (como se ve abajo a la izquierda en la Fig. 2). El pasante térmico consiste en una varilla de cobre torneada y pulida de manera de no dejar marcas en la dirección del eje. El sello de vacío y el soporte mecánico de la varilla se realiza a través de dos *O-rings* alojados dentro del cuerpo del pasante térmico fabricado de acero inoxidable AISI 304 y separados por espaciadores de politetrafluoroetileno (PTFE). Se eligieron *O-rings* de silicona porque este material mantiene sus propiedades a temperaturas menores que las que soportan los *O-rings* de nitrilo o vitón.

El cuerpo de la T de vacío se enfría mediante otras 2 TEC ubicadas una a cada lado. Dos bloques de aluminio fueron mecanizados y adheridos con pasta térmica al exterior de la T de vacío, de manera de facilitar el contacto térmico con las TEC laterales (como se ve abajo a la derecha en la Fig. 2).

La hélice está soldada a su eje mediante soldadura fría con estaño realizada con soplete. La complejidad de la tarea no permitió que la unión entre la hélice y el eje formara una pieza perfectamente continua. Se estimó que el costo de materia prima y de manufactura fue inferior a los 250 USD.

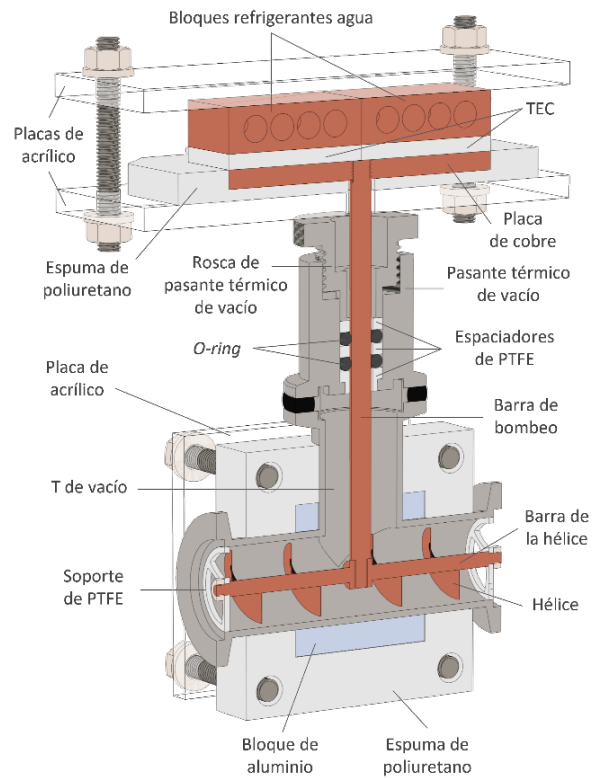


FIG. 1: Modelo CAD del primer prototipo.

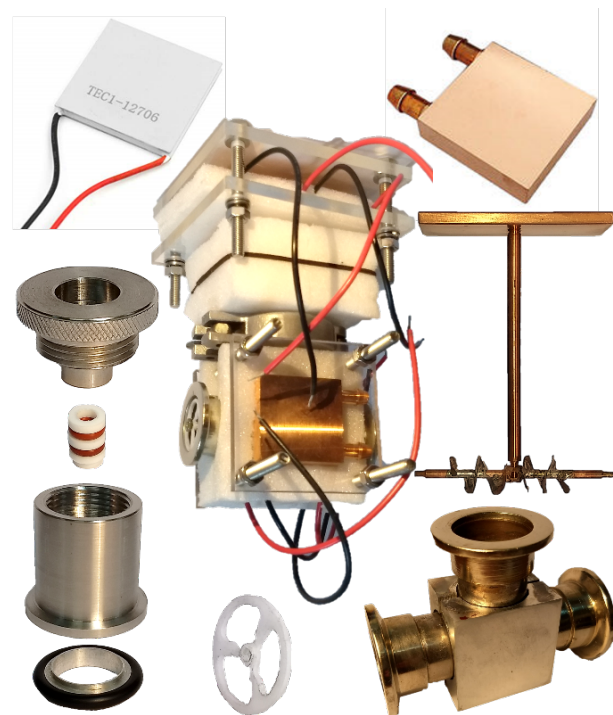


FIG. 2: Primer prototipo fabricado.

Preparación de la trampa fría para su caracterización

Para la caracterización térmica de la trampa, se optó por una tecnología que cumpliera con tres condiciones: i) que estuviera disponible en Argentina a un precio asequible, ii) que el sensor fuera de un tamaño menor a 5 mm de diámetro para poder colocarlo en el interior de la T de vacío y iii) que permitiera un error de medición menor a 2 °C.

Las opciones disponibles comercialmente eran: termocu-

plas, termorresistencias y termistores. Debido a ventajas de tamaño, facilidad de conexión, sensibilidad en el rango de temperaturas requerido y precio, se utilizaron termistores NTC 10 k Ω modelo MF58 3950.

Para mejorar su exactitud, cada termistor fue calibrado individualmente frente a una termorresistencia certificada PT100 marca Heraeus, modelo M222, clase B a 3 temperaturas (24 °C, 4 °C y -18 °C) ajustando la ecuación de Steinhart-Hart [13].

Las resistencias de los termistores fueron medidas con un SMU 2450 marca Keithley (del inglés, *Source Meter Unit* o unidad de fuente y medición). Este equipo posee resolución y exactitud elevadas (el error relativo es menor a 0,04 % para mediciones de resistencia), así como un control de muy bajas corrientes con conexión a 2 puntas.

Resulta crítica la corriente que circula por el termistor durante la medición de su resistencia. Por un lado, el auto-calentamiento por efecto Joule a altas corrientes modifica la resistividad del material. Por otro lado, un valor de corriente demasiado bajo aumenta el error en la medición de la resistencia. Por este motivo, se ensayaron distintos valores de corrientes circulantes para medir las resistencias; entre 10 y 1000 μ A. Se encontró que, para valores de corriente menores o iguales a 100 μ A, la resistencia medida no sufrió variaciones de temperatura significativas (< 0,1 °C), pero sí para mayores corrientes. Se seleccionó entonces el valor de 100 μ A de corriente aplicada para la medición de la resistencia de los termistores.

Para caracterizar térmicamente la trampa fría, se debe adquirir la temperatura en varios puntos simultáneamente. Como el SMU utilizado posee un único canal de entrada, se montó un sistema embebido simple que permitiera la medición secuencial automatizada de cada termistor. El sistema fue programado en una placa Arduino UNO que comanda, a través de sus salidas digitales, a un módulo de 8 relés electro-mecánicos de 2 posiciones y 3 pines (modelo SRD-05VDC-SL-C), controlando así la conexión de cada termistor con el SMU. Este sistema permitió medir en tiempo real las temperaturas en varios puntos de la trampa fría, con un error menor a 1°C dentro del rango de -20 a 24 °C.

Para la caracterización térmica de la trampa fría se escogieron los 6 puntos críticos señalados en la Fig. 3:

- Extremo de la hélice
- Nodo entre varilla vertical y el eje de la hélice
- Pared interna de la T
- Cara fría de las TEC laterales
- Cara fría de las TEC superiores
- Cara caliente de las TEC superiores

Dichos puntos permiten caracterizar las superficies frías (donde se atrapan los vapores) y evaluar tanto la eficacia de la trampa, como el desempeño de las TEC.

La complejidad del montaje de los termistores en la placa y en los bloques refrigerantes de cobre llevó a remover, para la caracterización térmica del dispositivo, dos aislantes de

espuma de poliuretano: el que rodea a la placa de cobre y el que recubre el pasante térmico para vacío.

Las dos TEC superiores fueron conectadas eléctricamente en serie, y lo mismo se hizo con las dos TEC laterales. Las TEC fueron alimentadas con dos fuentes de corriente independientes: una fuente de laboratorio para cada par de TEC. Las fuentes utilizadas, marca UNI-T, modelo UTP3305, pueden entregar de 0 a 10 A de corriente y de 0 a 32 V de tensión, permitiendo ensayar el desempeño de la trampa a distintos valores de corriente aplicada.

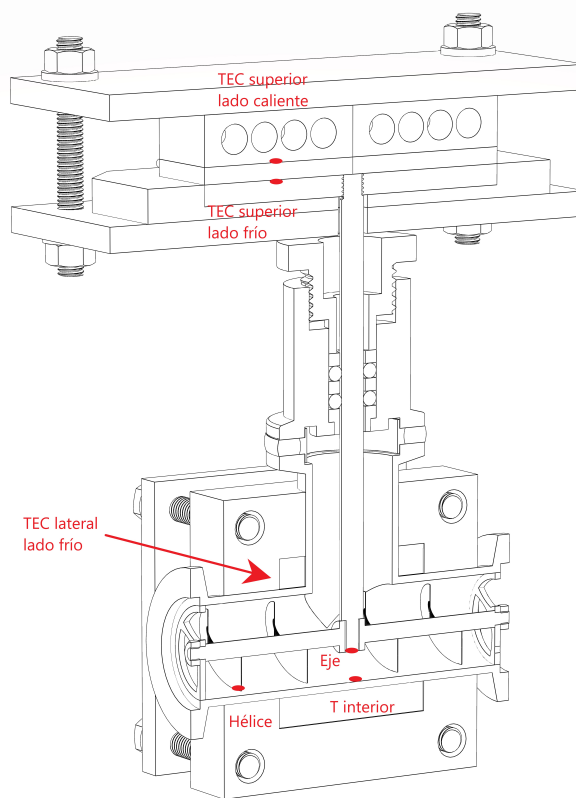


FIG. 3: Corte de la trampa fría indicando la ubicación de los sensores de temperatura colocados.

Fabricación del pasante eléctrico para vacío de bajo costo

Con el fin de medir temperaturas en el interior de la trampa, se diseñó y fabricó un pasante eléctrico para vacío de bajo costo (ver Fig. 4), que fue conectado a uno de los extremos laterales de la T. El pasante fue fabricado a partir de una barra de acero inoxidable AISI 304, mecanizada en forma de medio niple con una brida con formato Quick Flange ISO KF-25 (NW25). Dentro del hueco del niple se fijaron 14 pines tipo Mini-PV (DuPont) a un disco de PTFE clavado en el medio del niple. Para sellar el pasante, se vertió resina epoxi Araldite CY 248 + Endurecedor HY 956 por ambos lados. En estudios previos se había determinado que esta resina epoxi posee una baja absorción de humedad y una baja dilatación/contracción en el proceso de curado [14]. La resina epoxi fue desgasada en dos etapas en un desecador conectado a una bomba de vacío mecánica: 1) dentro del recipiente de mezcla y 2) después de la colada ya

dentro del niple. De esta manera se logró eliminar el contenido de aire, tanto dentro de la mezcla del epoxi, como entre el epoxi y las superficies de contacto (cara interna del niple y pines). Se aumentó así la adherencia del epoxi a los pines y al niple, además de reducirse la tasa de desgase futura al trabajar el pasante en alto vacío. Durante el desgase en el desecador, el volumen del epoxi aumenta considerablemente. Por ello, tanto los pines como los bordes del niple se cubrieron de una fina capa de epoxi durante la etapa 2 del desgase, la cual debió ser removida mecánicamente luego del curado.

La caracterización eléctrica del pasante demuestra que la resistencia entre pines contiguos es mayor a $0,1 \text{ T}\Omega$, mientras que la resistencia entre extremos de un mismo pin es menor a $7 \text{ m}\Omega$. La presión final alcanzada por el pasante eléctrico fue la mínima que puede alcanzar el sistema de vacío utilizado (bombas mecánica y difusora): $2 \times 10^{-5} \text{ mbar}$.

Durante la utilización del pasante con la trampa fría en funcionamiento, se detectó una pérdida de vacío cuando la temperatura del pasante disminuía por debajo de los $0 \text{ }^\circ\text{C}$, probablemente debido a una diferencia de coeficientes de dilatación térmica del acero inoxidable y de la resina epoxi. El proceso es, sin embargo, reversible, ya que no se detectaron pérdidas de vacío cuando el pasante volvía a trabajar a temperaturas superiores a $0 \text{ }^\circ\text{C}$. Esta dificultad fue sorteada conectando una extensión de acero inoxidable entre la trampa fría y el pasante, de manera que éste nunca alcance temperaturas tan bajas durante las mediciones.

Se estimó que el costo de materia prima y de manufactura del pasante fue inferior a los 25 USD. El tiempo de manufactura fue de aproximadamente 8 horas hombre.



FIG. 4: Pasante eléctrico para vacío fabricado.

Caracterización de la trampa fría

La presión final alcanzada por la trampa fría fue la mínima que puede alcanzar el sistema de vacío utilizado (bombas mecánica y difusora): $2 \times 10^{-5} \text{ mbar}$, demostrando la efectividad del diseño del pasante térmico para vacío, con su sello de dos *O-rings* y espaciadores de PTFE.

La trampa fría fue caracterizada térmicamente utilizando el sistema de medición de temperaturas descrito en la sección anterior.

Se realizó un estudio de las temperaturas alcanzadas en función de las corrientes suministradas a las TEC. Para ello, se encendieron las 4 TEC y se aplicaron corrientes de entre 3 y 6 A. A modo de ejemplo, en la Fig. 5 se muestra la dependencia temporal de las temperaturas de los puntos

críticos refrigerados de la trampa para 5 A. El tiempo de entrada en régimen de la trampa (correspondiente al 98,2 % de la temperatura final) fue de aproximadamente 23 minutos para las 4 TEC con 5 A de corriente aplicada (a los 3 minutos ya alcanza un 95 % de la temperatura final).

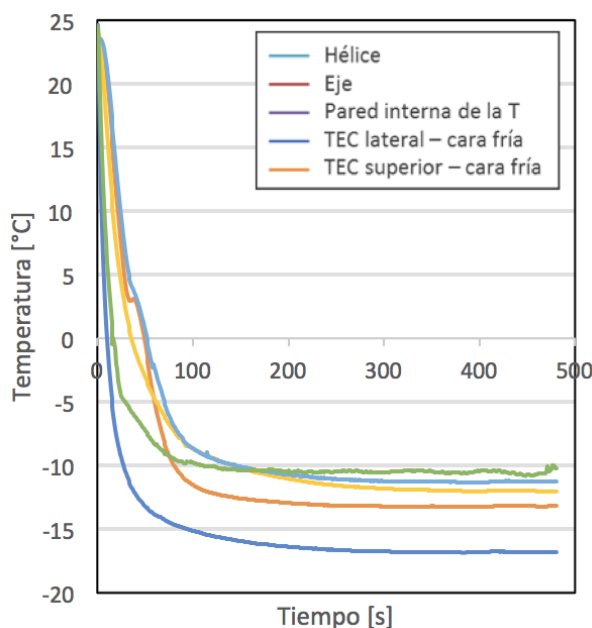


FIG. 5: Temperaturas de los puntos críticos refrigerados de la trampa con los 4 TEC funcionando a 5 A.

Luego, las temperaturas alcanzadas en régimen permanente fueron contrastadas con las estimadas en el modelo por elementos finitos reportado [11], cuyas hipótesis y aproximaciones se resumen a continuación. Se estimó una temperatura constante de $25 \text{ }^\circ\text{C}$ tanto para el agua de los bloques refrigerantes como para el aire ambiente. Se modeló una convección forzada de agua con un coeficiente de $10.000 \text{ W}/(\text{m}^2 \times \text{K})$ y de convección natural del aire con un coeficiente de $10 \text{ W}/(\text{m}^2 \times \text{K})$. Se incluyó una resistencia térmica de contacto en las superficies de las TEC, correspondiente a una pequeña capa de $0,1 \text{ mm}$ de pasta térmica sobre las placas cerámicas. Para el resto de las interfaces del dispositivo se consideró un contacto térmico perfecto. La transferencia de calor por radiación fue despreciada. Las propiedades de los materiales (conductividad térmica, coeficiente de Seebeck y conductividad eléctrica) fueron modeladas con funciones dependientes del tiempo isotrópicas tomadas de la literatura.

En la Fig. 6 se reportan las temperaturas finales alcanzadas por la hélice para todo el rango ensayado de corrientes aplicadas. Se encontró que las superficies de atrapamiento de contaminantes alcanzan el rango de temperaturas requerido (de entre -50 y $-10 \text{ }^\circ\text{C}$, tal como fue discutido en la Introducción). Considerando que para la operación de la trampa en campo no se contará con las fuentes de laboratorio utilizadas en los ensayos, se exploró la posibilidad de utilizar fuentes de computadora personal económicas que entregan 12 V . En efecto, a esta tensión la corriente aplicada sobre cada TEC es de $4,3 \text{ A}$, y también logran temperaturas dentro del rango requerido.

Se observa que la hélice alcanzó la mínima temperatura

para 5 A de corriente aplicada, en concordancia con la corriente de máxima eficacia hallada en las simulaciones del prototipo virtual. El consumo para este valor de corriente fue de 69 W por TEC, es decir, 276 W totales. Sin embargo, las temperaturas medidas distan de los valores ideales estimados, ya que en las simulaciones se había encontrado que las superficies de atrapamiento podían mantenerse en el rango de -30 a -50 °C.

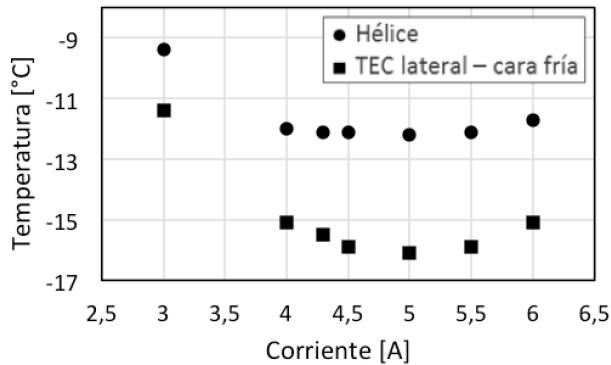


FIG. 6: Temperatura de la hélice y de la cara fría de una TEC lateral en función de la corriente aplicada sobre cada TEC con las 4 TEC encendidas.

En la Tabla 1 se comparan, para 5 A de corriente aplicada, las temperaturas medidas y estimadas de cada punto crítico.

TABLA 1: Comparación de temperaturas simuladas [11] y medidas en los puntos críticos de la trampa.

Punto crítico de la trampa	Temperatura [°C]	
	Simulada	Medida
Hélice	-49	-12
Eje de la hélice	-49	-13
Pared interna de la T	-42	-12
Cara fría de TEC lateral	-42	-16
Cara fría de TEC superior	-50	-11
Cara caliente de TEC superior	25	40

A continuación, se discuten los factores que pueden estar disminuyendo la capacidad de enfriamiento de las TEC e impidiendo que la trampa alcance las temperaturas ideales estimadas en las simulaciones. Tras analizar cada fenómeno, se proponen posibles soluciones.

III. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En primer lugar, el comportamiento de las TEC había sido simulado modelando al material semiconductor Bi_2Te_3 con las propiedades medidas y reportadas por Buist [15] (conductividad térmica, coeficiente Seebeck y conductividad eléctrica). El desempeño de las TEC es, no obstante, muy sensible a estos parámetros, en especial al coeficiente Seebeck, que a su vez depende de la calidad y pureza del semiconductor utilizado en su fabricación [16]. Para este primer prototipo físico, se adquirieron las TEC más económicas disponibles en el mercado. Provinieron de distintos fabricantes, siendo todas genéricas. Es probable que fueran de inferior calidad que las modeladas en el prototipo virtual, por lo que su capacidad de enfriamiento fuera menor.

En segundo lugar, en el análisis del prototipo virtual se consideró una temperatura ambiente de 25 °C, tanto para

el aire circundante como para el agua de los bloques refrigerantes de cobre. Habiendo considerado una delgada capa de pasta térmica entre los bloques refrigerantes y las TEC (de 0,1 mm de espesor con una conductividad térmica de 4 $\text{W}/(\text{m}\times\text{K})$), la temperatura esperada de las placas cerámicas calientes de las TEC era de ~ 25 °C. La temperatura medida para esta superficie fue, en cambio, de 40 °C. El hecho de que la temperatura medida fuera tan elevada podría explicarse, por un lado, por un mal contacto térmico entre el bloque refrigerante y la TEC. En particular, el surco maquinado en la superficie del bloque refrigerante para alojar el termistor reduce su capacidad de extracción de calor en esa zona, recalentándola. Por otro lado, los ensayos experimentales presentados en este trabajo se realizaron en el período estival, y el agua a la entrada de los bloques refrigerantes se encontraba a 31 °C. A pesar de haber utilizado módulos TEC genéricos, se analizaron, a modo de referencia aproximada, las hojas de datos provistas por los fabricantes Thermionics Electronics y Hebei I.T. [17, 18] para evaluar el efecto de la temperatura del lado caliente de la TEC en la temperatura alcanzada por el lado frío. De acuerdo con estas hojas de datos, aplicando 5 A y con el lado caliente a 50 °C, el lado frío de las TEC estará a una temperatura ~ 20 °C más elevada que si el lado caliente se encontrara a 27 °C.

En tercer lugar, a partir de las temperaturas medidas en los lados fríos y calientes de las TEC, y de las hojas de datos, se estimó que cada TEC absorbe un flujo de calor de entre 15 y 20 W en régimen estacionario. A pesar de que las TEC empleadas son de otros fabricantes, por lo que es posible que dichos valores estén sobreestimados, el flujo de calor es sensiblemente mayor a los 2 W calculados para el prototipo virtual. Esto indica que el flujo de calor entrante a las superficies frías de la trampa fabricada es mucho mayor que en el escenario simulado.

De este análisis se desprenden tres oportunidades de mejora de la trampa:

- Evaluar la adquisición de TEC con características garantizadas por su fabricante.
- Mejorar el desempeño de las TEC aumentando su capacidad de extracción de calor al ambiente. Esto incluye, mejorar la conductividad térmica entre los bloques refrigerantes y las TEC, controlando el caudal y la temperatura del agua y/o evaluando otras tecnologías disipación de calor como, por ejemplo, ventilación forzada.
- Investigar las causas del flujo de calor entrante a las superficies frías del dispositivo físico, que exigen a las TEC más que en el prototipo virtual.

De la Tabla 1, se desprende también que las paredes internas de la T se encuentran a una temperatura sensiblemente mayor a la de las caras frías de las TEC laterales (4 °C), en contraposición a los valores similares estimados para el prototipo virtual. En las simulaciones se había considerado un contacto térmico perfecto entre la T y los bloques de aluminio que lo recubren. En la práctica, el maquinado de los bloques de aluminio no siguió el perfectamente el contorno de la T. La unión entre estas piezas fue rellenada con pasta térmica de 0,6 $\text{W}/(\text{m}\times\text{K})$ de conductividad térmica [19] (dos

órdenes de magnitud menores a la del acero inoxidable) y es posible que hayan quedado regiones con aire remanente. Esta resistencia térmica es la que produce la diferencia de temperatura entre T y las caras frías de las TEC laterales.

De este análisis se concluye que resulta crucial optimizar la conductividad térmica entre el bloque de aluminio y la T para enfriar las superficies internas de la T que atrapan contaminantes. Una alternativa sería maquinar ambos, bloques y T, a partir de una única pieza maciza.

Finalmente, en la Tabla 1 se observa que, en el prototipo virtual, las caras frías de las TEC superiores alcanzaban menores temperaturas que las de las laterales: $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $-42\text{ }^{\circ}\text{C}$, respectivamente. Esto se debe a que, en el modelo, las piezas de cobre conectadas a las TEC superiores (hélice con su eje, varilla vertical y placa de cobre) están en gran medida aisladas térmicamente del resto de la trampa y del ambiente. En contraposición, en el prototipo físico se midió una temperatura de $-11\text{ }^{\circ}\text{C}$ para las caras frías de las TEC superiores y de $-16\text{ }^{\circ}\text{C}$ para las caras frías de las TEC laterales, revelando la presencia de algún puente térmico entre las piezas de cobre a enfriar y el ambiente u otras partes de la trampa fría. A continuación, se discuten los posibles orígenes de tales puentes térmicos.

En el modelo, las únicas piezas de cobre que están en contacto físico con otras partes de la trampa son: i) la placa de cobre, en contacto con el aislante de poliuretano, y este con el acrílico, ii) la varilla vertical con dos *O-rings* y, iii) el eje de la hélice con los soportes de PTFE.

En el prototipo físico, el aislante de poliuretano fue removido durante la caracterización térmica debido a la compleja manipulación del dispositivo con los termistores montados. Por ello, la placa de cobre estuvo en contacto directo tanto con el aire a temperatura ambiente, por donde ingresaba un flujo de calor por convección, como con la placa acrílica -cuya conductividad térmica es mayor a la del aislante de poliuretano-, transmitiéndose calor por conducción.

Asimismo, tanto la silicona de los *O-rings*, como el PTFE de los soportes, son materiales de alta resistividad térmica. En el trabajo previo, se había modelado el prototipo virtual con conductividades térmicas típicas reportadas en la literatura. En este trabajo, se realizó un análisis de sensibilidad del modelo, variando las propiedades de la silicona y del PTFE, para evaluar si la calidad de los aislantes del prototipo físico pudiera estar afectando fuertemente su capacidad de enfriamiento. Sin embargo, las nuevas simulaciones demostraron que ni los *O-rings* de silicona, ni los soportes de PTFE actúan como puentes térmicos.

A pesar de que la trampa fue diseñada para que las piezas de cobre no entraran en contacto físico con otras partes, es posible que, en el prototipo fabricado, la hélice estuviera en contacto con la T. Para evitar el paso de vapores entre la hélice y la T, la distancia entre ambos se fijó en el diseño en un valor de 1 mm. Para lograr esta baja tolerancia en el dispositivo fabricado, tanto la varilla vertical, como el eje y la hélice deben estar perfectamente alineados. La existencia de un contacto entre hélice y la T fue confirmado con ensayos en los que se encendieron, independientemente, las TEC superiores y laterales: encendiendo el par de TEC laterales, manteniendo las superiores apagadas, la hélice alcan-

zó $2\text{ }^{\circ}\text{C}$; temperatura demasiado baja si el único mecanismo de transferencia de calor con la T fuera por radiación. Este valor se encuentra incluso por debajo de la temperatura alcanzada al encender únicamente las TEC superiores (que fue de $7\text{ }^{\circ}\text{C}$). Además de confirmar la presencia de un puente térmico indeseable entre la hélice y la T, los estos ensayos detectaron una diferencia de $8\text{ }^{\circ}\text{C}$ entre la hélice y su eje. Esto revela la presencia de una resistencia térmica indeseable entre ellos, en lugar del contacto perfecto modelado para el prototipo virtual que aseguraba una distribución de temperaturas casi uniforme a lo largo de todas las piezas de cobre. Evidentemente, la compleja técnica de soldadura fría, con soplete de gas/oxígeno y estaño como metal de aporte, no logró la unión buscada en el diseño.

De este análisis se desprende que, para mejorar el desempeño de la trampa, se deben evitar contactos térmicos entre la hélice y la T, así como resistencias térmicas entre la hélice y su eje. Se propone entonces modificar el diseño, de manera de permitir mayores tolerancias de mecanizado, ensamblaje y manipulación del dispositivo. Por otro lado, sería conveniente que la superficie más importante para atrapar contaminantes -la hélice en este primer prototipo-, no tuviera que ser soldada a otra pieza, sino que fuera maquinada a partir de un mismo bloque original (eventualmente, en un torno de control numérico computarizado o CNC).

Por último, el análisis del prototipo virtual no considera el sistema de medición de temperaturas montado. Debido al reducido espacio de la cavidad, los cables de los termistores ubicados en la hélice y su eje podrían estar en contacto con la cara interna de la T. Por el mismo motivo, el cable del termistor que sensa la temperatura de la cara interna de la T, puede estar en contacto térmico con la hélice y su eje. El rediseño de la trampa debería considerar entonces la tarea de colocación de termistores con sus cables para la caracterización térmica, tanto i) por en el interior de la cavidad de vacío, donde se atrapan los contaminantes, como ii) por el exterior del dispositivo, permitiendo utilizar los aislantes térmicos previstos (siendo posiblemente incluso de mayor espesor en algunas regiones como, por ejemplo, entre la placa de cobre y la de acrílico).

Asimismo, las conexiones entre los termistores y el pasante eléctrico para vacío son de cobre. Se utilizaron cables Mini-PV (DuPont) 26 AWG de cobre por ser este buen conductor eléctrico, pero también es buen conductor térmico y el pasante eléctrico se encuentra a temperatura ambiente. En consecuencia, el prototipo físico medido tiene otro puente térmico no despreciable y no considerado en las simulaciones, causado por el sistema de medición.

Se concluye entonces que el elevado flujo de calor que están teniendo que evacuar las TEC en el prototipo físico está ingresando por los cables para la medición de la temperatura y por la placa de cobre.

La necesidad de proponer un rediseño que evite los flujos de calor indeseables por las causas recién descritas y mejore el desempeño de la trampa fría basada en enfriamiento termoeléctrico se justifica también por los resultados observados en otro ensayo. Tras remover la varilla vertical, el pasante térmico y demás piezas superiores del prototipo, y sellar la conexión superior de la T con una tapa ciega, las

superficies de atrapamiento alcanzaron temperaturas incluso $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ por debajo de las alcanzadas en la configuración completa original (a pesar de estar utilizando únicamente el par de TEC laterales a 5 A). Este experimento verificó que, en el prototipo actual evaluado, las TEC superiores no realizan ningún aporte neto para disminuir la temperatura de las superficies de atrapamiento.

IV. REDISEÑOS PROPUESTOS DE LA TRAMPA FRÍA

En base a los análisis y oportunidades de mejora señalados, se presentan dos posibles rediseños de la trampa fría.

La primera propuesta se centra en simplificar el proceso de manufactura del dispositivo, permitiendo reducir los puentes y resistencias térmicas indeseables presentes en el primer prototipo físico y acercarse así a las bajas temperaturas estimadas por las simulaciones. Para que las superficies más frías que atrapan contaminantes en la cavidad de vacío alcancen temperaturas del orden de $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$, resulta imprescindible que estas se encuentren térmicamente aisladas de las paredes internas de la T de vacío. Esto se debe a que la T está en contacto con el resto del sistema de vacío a temperatura ambiente y, como muestran los experimentos aquí presentados, su temperatura difícilmente puede reducirse por debajo de los $-12\text{ }^{\circ}\text{C}$, aproximadamente.

En primer lugar, tanto la T y el bloque que la recubre, como la hélice y su eje, podrían ser maquinados a partir de piezas únicas, de manera de evitar las resistencias térmicas detectadas en el prototipo actual.

En segundo lugar, la placa de cobre colocada perpendicularmente a la varilla vertical se colocaría de forma paralela a la varilla (Fig. 7). Así, las TEC superiores, en lugar de ubicarse de forma contigua sobre la misma cara de la placa, estarían enfrentadas a uno y otro lado de la placa de cobre que, además, vería su tamaño reducido a la mitad. Con esta configuración, las superficies de mayor área de la placa se cubrirían con las TEC, y solamente sería necesario aislar las superficies laterales. Esta posición de la placa de cobre fue propuesta por Fiebrandt y Awakowicz [12].

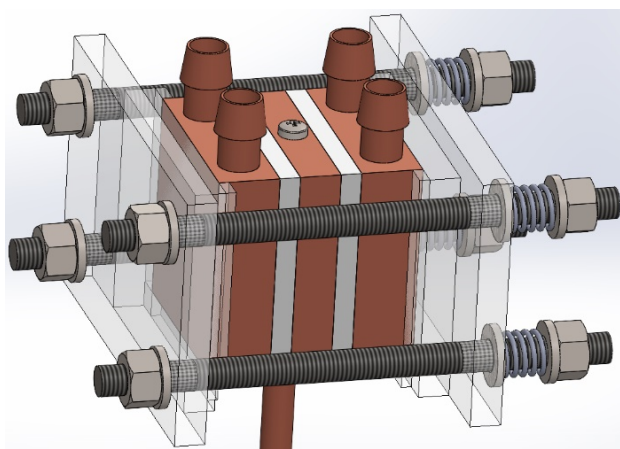


FIG. 7: Primer rediseño propuesto de la trampa fría (por claridad, no se muestra el aislante de poliuretano). Se reemplaza la placa de cobre horizontal por una vertical donde se encastra la varilla vertical.

Este rediseño incluye varias mejoras para sortear proble-

mas encontrados durante la manipulación del primer prototipo: en lugar de tener que enroscar la parte superior de la varilla en la placa de cobre (esto es sumamente dificultoso con mangueras y cables conectados), ésta simplemente se encastrará y se fijará con un tornillo. Las placas de acrílico estarán más separadas de las conexiones de agua (para poder fijar más cómodamente las abrazaderas) y contarán con un asiento para los bloques refrigerantes (actualmente, al aumentar la presión entre las tapas, los bloques tienden a desplazarse). Finalmente, unos resortes de compresión servirán como elementos indicadores visuales para mantener la presión uniforme en los cuatro puntos de anclaje y evitarán el apriete excesivo que podría quebrar las TEC.

La segunda propuesta (Fig. 8) también se centra en simplificar el proceso de manufactura del dispositivo, reducir su tamaño y mejorar su robustez, permitiendo alcanzar temperaturas levemente inferiores a las obtenidas en la primera versión: menores a $-12\text{ }^{\circ}\text{C}$, consumiendo la mitad de potencia (138 W).

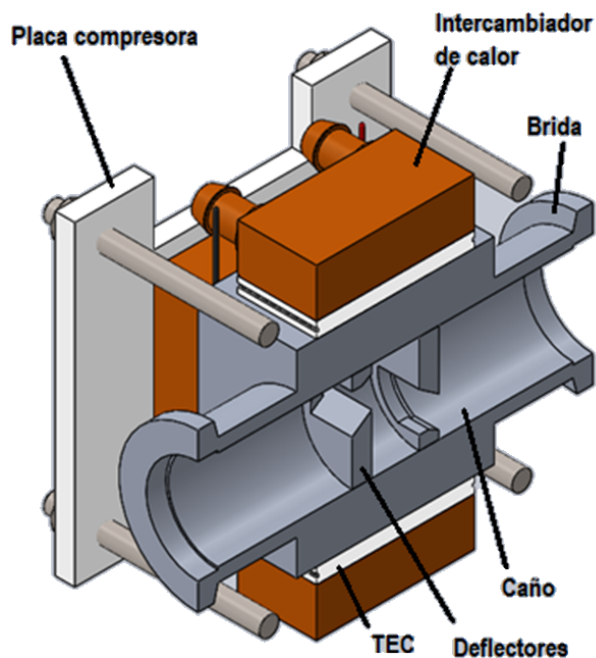


FIG. 8: Corte del segundo rediseño propuesto de la trampa fría. Para mayor claridad, no se muestran las placas compresoras de acrílico superior e inferior.

Se reemplazaría la T de vacío por un conducto recto sin derivaciones, eliminando la varilla vertical, el pasante térmico y demás piezas superiores. El conducto sería maquinado a partir de una barra de sección cuadrada de aluminio, a la que se le tornearían dos conexiones con brida formato Quick Flange ISO KF-25 (NW25) en sus extremos (se opta por el aluminio por ser mejor conductor térmico que el acero y más económico que el cobre). El consumo de 138 W corresponde a un par de TEC en funcionamiento a 5 A , pero el diseño daría la libertad de operar hasta con 4 TEC si fuera necesario. En este diseño también se reemplazaría la hélice interna, de compleja fabricación, por dos deflectores insertados a presión en el interior del conducto recto. Los deflectores se maquinarían a partir de discos metálicos de aluminio, en los que se fresarían orificios orientadores de

flujo.

Por último, en cualquiera de estos diseños, es posible conectar varias TEC en cascada (conexión térmica en serie), lo que permitiría disminuir la temperatura final alcanzada en las superficies frías, aunque aumentando considerablemente el consumo energético del dispositivo.

V. CONCLUSIONES

En este trabajo se fabricó y caracterizó el primer prototipo físico de una trampa fría para vacío basada en enfriamiento termoeléctrico. El desempeño de la trampa fue evaluado en el período estival, cuando el ambiente (aire y agua) se encuentra a las temperaturas más elevadas del año.

La caracterización demostró que el dispositivo alcanza los requerimientos de presión y temperatura para atrapar contaminantes en el sistema de vacío de las cámaras de deposición de películas delgadas de vidrios calcogenuros por ablación láser pulsada.

El pasante térmico para vacío con su sello provisto por dos *O-rings* con espaciadores de PTFE permitió que la trampa fría alcanzara la mínima presión permitida por el sistema de vacío utilizado (2×10^{-5} mbar).

El pasante eléctrico para vacío de bajo costo fabricado permitió la medición de las temperaturas internas en la trampa fría manteniendo la mínima presión permitida por el sistema de vacío utilizado (2×10^{-5} mbar).

La mínima temperatura alcanzada por las superficies de atrapamiento -hélice, eje y pared interna de la T- fue de aproximadamente -12 °C, y se obtuvo alimentando con 5 A cada una de las 4 TEC (con un consumo de 276 W).

Se demostró que la tecnología de enfriamiento termoeléctrico alcanza temperaturas sensiblemente menores a las logradas con la solución actualmente utilizada (dedo frío en mezcla de agua y hielo) y prescinde del suministro de hielo.

Asimismo, se identificaron flujos de calor indeseables, originados por puentes y resistencias térmicos no considerados en el modelo del prototipo original, señalando las oportunidades de mejora. Esto permitió proponer alternativas de rediseño de la trampa fría basada en enfriamiento termoeléctrico, que presenten ventajas en cuanto a su manufactura, robustez, eficacia, facilidad de mantenimiento y de operación.

AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer a José Lamparte y a Rodrigo Cancilieri por su ayuda en la fabricación del prototipo y del pasante eléctrico.

Este trabajo fue subsidiado por Universidad de Buenos Aires [20020170200094BA, 20020170200095BA, 20020190200367BA, 20020190200001BA], ANPCyT [PICT 2015/1238] y CONICET [PIP 2015/0775].

REFERENCIAS

[1] G. Rettinghaus y W. K. Huber. Backstreaming in Diffusion Pump Systems. *Jpn. J. Appl. Phys.* **13**, 853 (1974).
[2] D. W. Jones y C. A. Tsonis. Theoretical Investigation of Oil Backstreaming through a Vacuum Trap. *J. Vac. Sci. Technol.* **1**, 19-22 (1964).

[3] D. J. Santeler. The Use of Diffusion Pumps for Obtaining Ultraclean Vacuum Environments. *J. Vac. Sci. Technol.* **8**, 299-307 (1971).
[4] S. Chambreau, M. L. Neuburger, T. Ho, B. Funk y D. Pullman. Low cost, mechanically refrigerated diffusion pump baffle for ultrahigh vacuum chambers. *J. Vac. Sci. Technol. A: Vacuum, Surfaces, and Films* **18**, 2581 (2000).
[5] D. J. Crawley y J. M. Miller. An air-cooled diffusion pump and thermoelectrically cooled baffle to reach 10^{-9} torr. *Vacuum* **15**, 183-185 (1965).
[6] R. D. Oswald y D. J. Crawley. A method of measuring back migration of oil through a baffle. *Vacuum* **16**, 623-624 (1966).
[7] J. M. C. Garrido, J. M. Silveyra y M. A. Ureña. Multi-ion and pH sensitivity of AgGeSe ion selective electrodes. *J. Phys. Chem. Solids* **89**, 115-119 (2016).
[8] J. Rocca, J. L. García, M. A. Ureña, M. Fontana y B. Arcondo. Temperature Dependence of Electrical Resistance in Ge-Sb-Te Thin Films. *Mater. Res.* **22** (2019).
[9] J. M. C. Garrido, C. Kuo y J. M. Silveyra. Control System for the Synthesis of Thin Films by Pulsed Laser Deposition. *IEEE Lat. Am. Trans.* **18**, 438-445 (2020).
[10] R. E. Honig. Vapor pressure data for the solid and liquid elements. *RCA review* **23**, 567-586 (1962).
[11] J. M. C. Garrido y J. M. Silveyra. Virtual prototype of a low-cost vacuum baffle based on thermoelectric cooling. *Vacuum* **151**, 156-162 (2018).
[12] M. Fiebrandt y P. Awakowicz. A simple Peltier cold trap aperture for protection of vacuum UV optics against hydrocarbons and reliable calibration of VUV spectrometers using D_2 lamps. *Meas. Sci. Technol.* **31**, 077002 (2020).
[13] J. S. Steinhart y S. R. Hart. Calibration curves for thermistors. *Deep-Sea Res. Oceanogr. Abstr.* **15**, 497-503 (1968).
[14] J. M. Silveyra, A. Ureña y J. M. C. Garrido. Sobre los materiales de encapsulado para electrodos selectivos de iones. *Matéria (Rio de Janeiro)* **25** (2020).
[15] R. J. Buist. en *CRC Handbook of Thermoelectrics* (ed. Rowe, D.) 143-156 (CRC Press, 1995).
[16] S. Soprani, J. H. K. Haertel, B. S. Lazarov, O. Sigmund y K. Engelbrecht. A design approach for integrating thermoelectric devices using topology optimization. *Appl. Energy* **176**, 49-64 (2016).
[17] *Specification of Thermoelectric Module TEC1-12706*. Thermonamic Electronics (Jiangxi) Corp. Ltd.
[18] *Performance Specifications of TEC1-12706*. Hebei I.T. (Shanghai) Co. Ltd.
[19] *Thermal Management Materials* Loctite (2019).