

INTRODUCTION A LA CRYOGENIE ET LA SUPRACONDUCTIVITE

FLUIDES CRYOGENIQUES
DIAGRAMME DE PHASE
PROPRIETES USUELLES
SUPRACONDUCTIVITE
DOMAINE SUPRACONDUCTEUR
EXEMPLES

TECHNIQUES DU VIDE

NOTIONS GENERALES
OBTENTION - GAMMES
EXEMPLES DE MATERIEL
ETANCHEITE

CRYOGENIE II

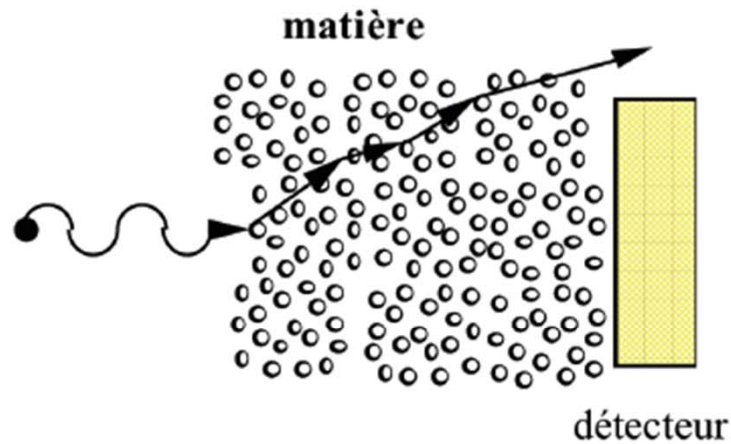
PROPRIETES DES MATERIAUX
THERMIQUE, MECANIQUE, ELECTRIQUE
TRANSFERTS THERMIQUES
MISE EN OEUVRE DES BASSES TEMPERATURES
Séquence : Cryogénie Argon H1

SUPRACONDUCTIVITE II

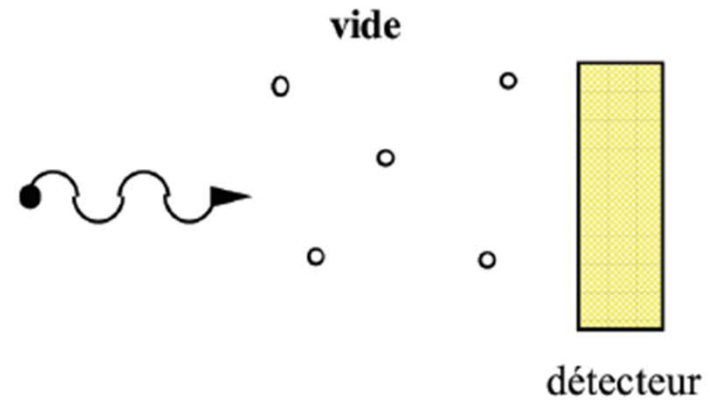
DETAILS SUR L'ETAT SUPRACONDUCTEUR
EXEMPLES DES CABLES SUPRA POUR AIMANTS
Séquence : Quadrupôle HERA

Techniques du vide

Le vide et les détecteurs :



forte interaction du "rayonnement"
avec un milieu "assez" dense (gaz, liquide...)

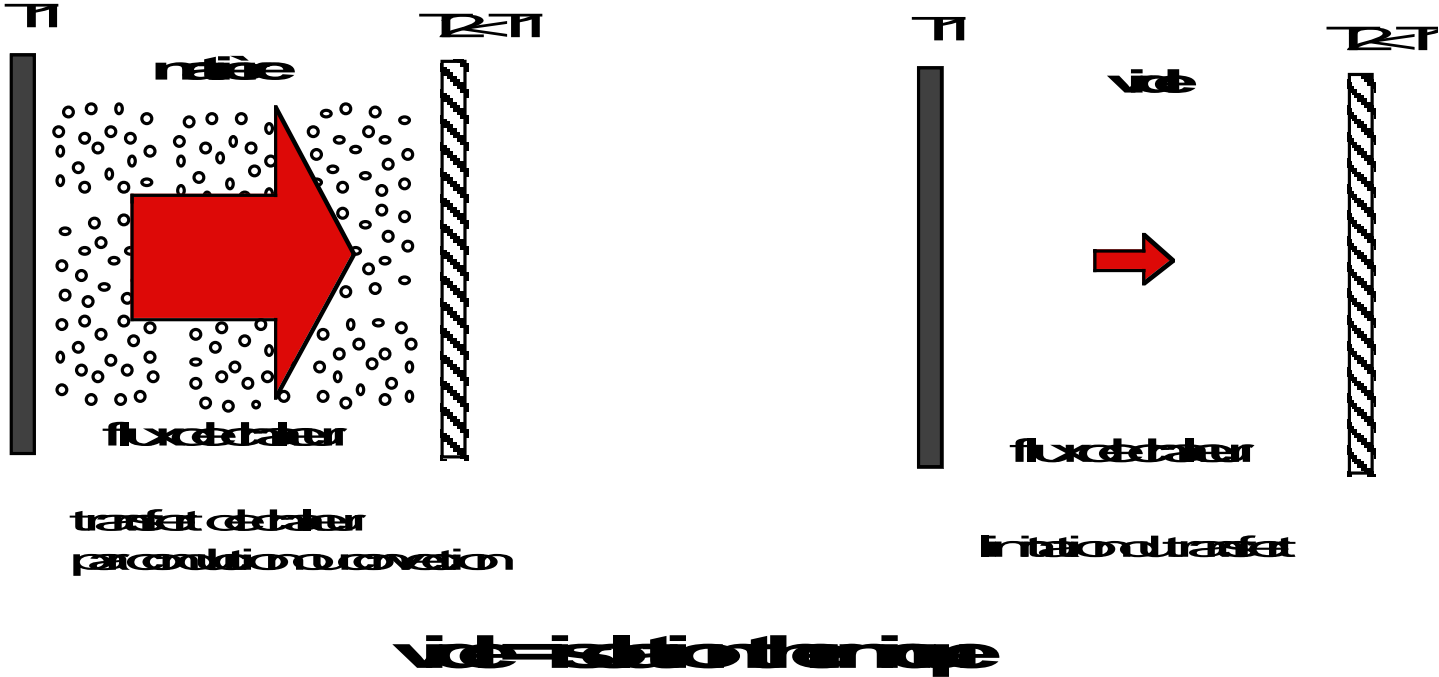


interaction réduite grâce au vide

vide = minimiser les perturbations sur un faisceau en mouvement

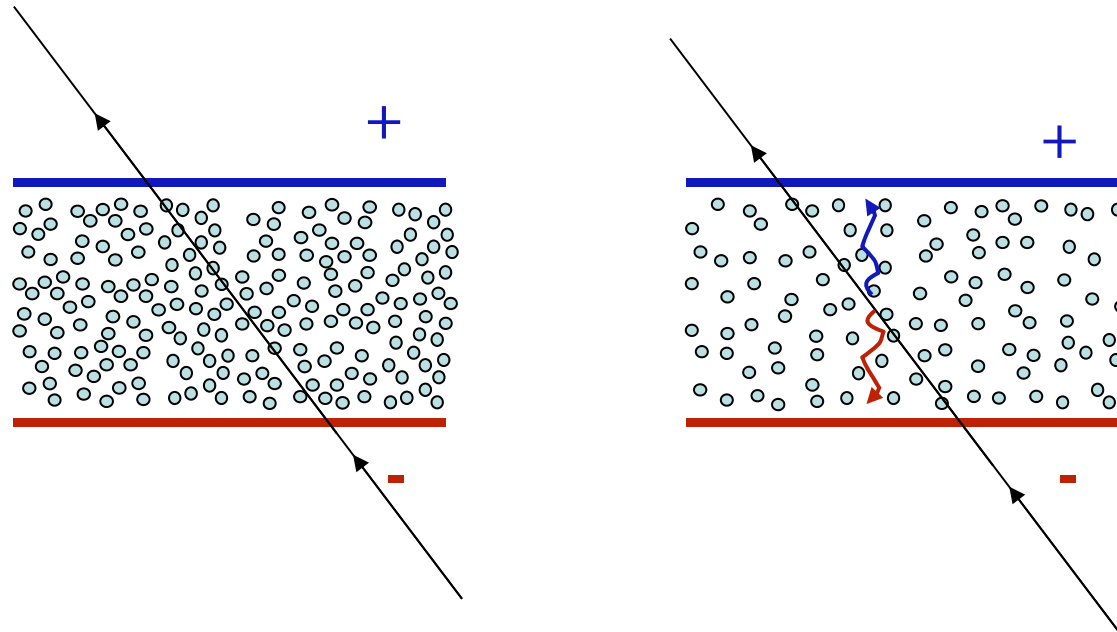
Techniques du vide

Le vide et les détecteurs :



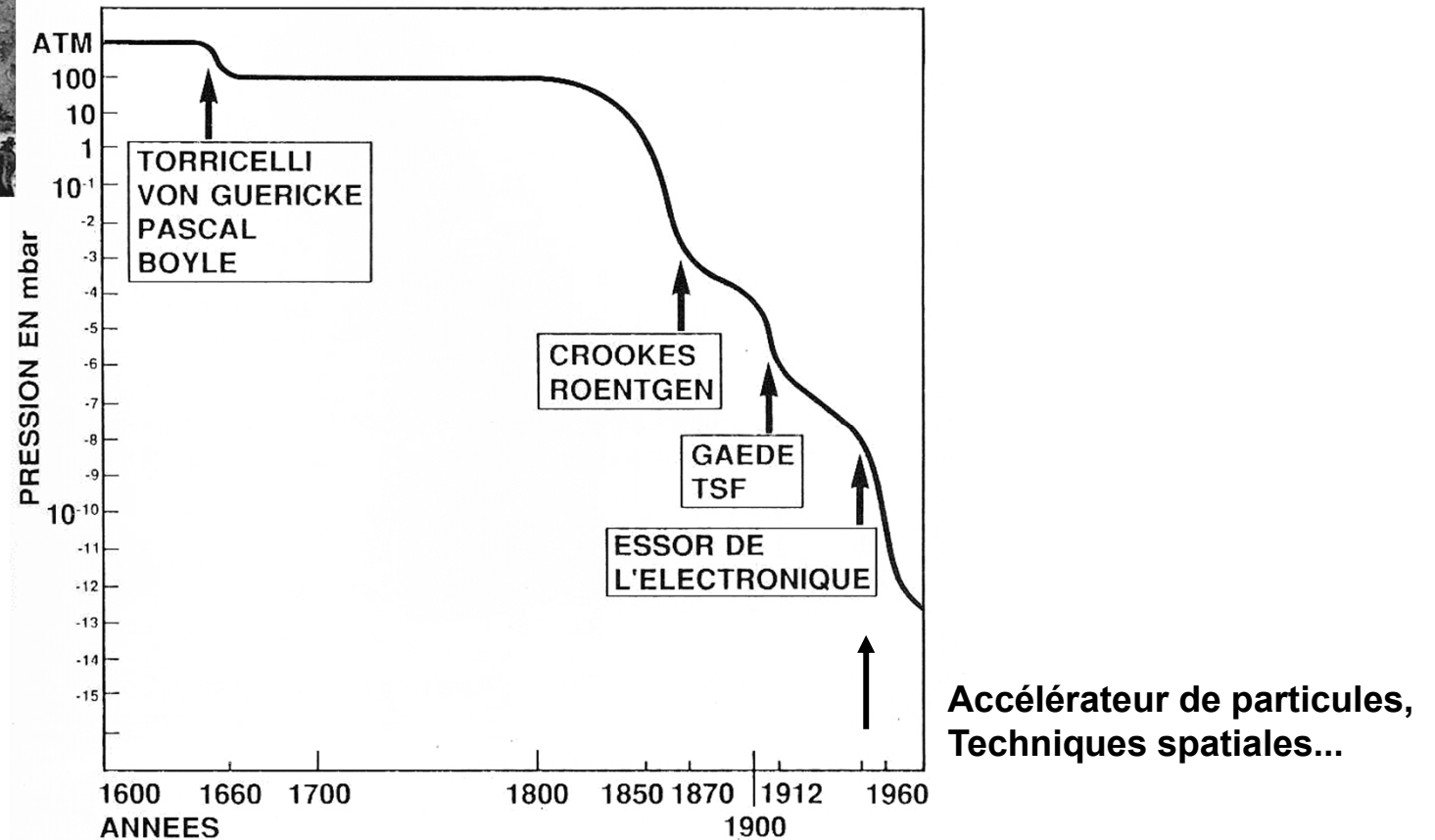
Techniques du vide

Le vide partiel et les détecteurs :



Mise en dé(sur)pression augmentant la sensibilité à l'ionisation d'un gaz

L'histoire du vide



A chaque révolution technologique correspond un nouveau palier dans les plus basses pressions atteintes.

La pression d'un gaz

Avant d'obtenir le vide (et même après !), il y a du gaz.

L'unité du vide est la même que la pression du gaz résiduel.

La pression p peut être définie comme une force par unité de surface.

(On peut aussi la définir comme une énergie par unité de volume.)

$$P = F/S$$

où F est la force appliquée en N (newton) sur la surface S (m²)

La pression d'un gaz sur une paroi = la résultante normale de l'ensemble des chocs des molécules de gaz avec cette paroi. Statistiquement, si un objet est entouré par un gaz, il y aura autant de "chocs" dans un sens que dans l'autre => l'équilibre de l'objet. Une différence de pression de part et d'autre d'une paroi équivaut à un déséquilibre => possibles déformations ou mouvement de la paroi.



Pression absolue = mesure thermodynamique de la pression (référence = vide = 0)

Pression relative = mesurée par différence avec la pression atmosphérique (référence = P_{atm})

$$P_{abs} = P_{rel} + P_{atm} \quad \text{où } P_{atm} = cste = 760 \text{ mmHg} = 1013,25 \text{ mbars...}$$

Unités de pression usuelles :

$$1 \text{ Pa} = 1 \text{ N.m}^{-2} = 1,02 \cdot 10^{-5} \text{ kg.cm}^{-2}$$

$$1 \text{ bar} = 10^5 \text{ Pa} = 1,02 \text{ kg.cm}^{-2}$$

$$1 \text{ atm} = 1,01325 \text{ bar} = 1,01325 \cdot 10^5 \text{ Pa}$$

$$760 \text{ mm Hg} = 760 \text{ torr} = 1 \text{ atm}$$

$$1 \text{ psi} = 6896 \text{ Pa} \approx 69 \text{ mbar}$$

Les gaz parfaits

Loi des gaz parfaits

$$P.V = n . R . T$$

où n est le nombre de moles présentes dans le volume V ,
T la température en K et P la pression absolue en Pa
et $R = 8,314 \text{ J.mole}^{-1}.\text{K}^{-1}$ constante des gaz parfaits.

Une mole comprend $N = 6,023.10^{23}$ particules, quelque soit la nature du gaz,
et occupe un volume molaire de **22,4 litres** à 0° C ($273,15 \text{ K}$) et $1,0135.10^5 \text{ Pa}$ ($1,0135 \text{ bar} = 1 \text{ atm}$).

conditions normales :	0° C et 1 atm	(<i>Nl, Nm3, Nlpm...</i>)
conditions standards :	15° C et 1 atm	(<i>Sl, Sm3, Slpm...</i>)

La connaissance des masses molaires d' un composant (ex: table de Mendeliev) permet d'évaluer rapidement sa densité à T et P connues dans l'état d'un gaz parfait

Ex : CO_2 masse molaire = $12+2*16 = 44 \text{ g}$ pour $22,4 \text{ l} \Rightarrow 1,964 \text{ g/l}$ à 0° C et 1 atm

- Loi des gaz parfaits utilisables loin des courbes de saturation liquide-gaz ou à faible pression
($T \gg T_{\text{liquide}}$ et $P \ll \text{qq dizaines bars}$)
- Dans un mélange gazeux, la pression totale du mélange est égale à la somme des pressions partielles de chaque constituant (pression partielle = pression du constituant s' il occupait seul le volume total=concentration*pression totale). Ex : Air = $780 \text{ mbar N}_2 + 210 \text{ mbar O}_2 + 9 \text{ mbar Ar} + \dots$

Echelle de pression

Exemples de valeurs de pression :

Au niveau de la mer	1013	mbar
Au sommet du Mont-Blanc	500	mbar
A l'altitude d'un avion haute altitude (20000 m)	60	mbar
A l'altitude d'un satellite (35000 km)	$2 \cdot 10^{-5}$	mbar
A la surface de la lune	$5 \cdot 10^{-7}$	mbar
A l'altitude de la lune (380 000 km)	$5 \cdot 10^{-9}$	mbar

	<u>Pression</u>	<u>Molécules /cm³</u>
Gaz à Patm	1000 mbar	$27 \cdot 10^{18}$
Emballage sous vide	100 mbar	$2,7 \cdot 10^{18}$
Tube cathodique	10^{-6} mbar	27 milliards
Vide faisceau d'accélérateur	10^{-10} mbar	2,7 millions
Ultravide en laboratoire	10^{-14} mbar	270
Notre galaxie	10^{-16} mbar	1 à 10
Reste de l'Univers	?	moins de 1

Le vide dans la recherche et l'industrie

RECHERCHE	10 ⁻¹³		10 ⁻¹⁰		10 ⁻⁷				10 ⁻³			10 ⁰
Spectromètre de masse												
Source d'ions												
Accélérateurs de particules												
Microscopes électroniques												
Diffraction électronique												
Spectrographes sous vide												
Cryogénie												
Production couches minces												
Etudes des plasmas												
Fusion nucléaire												
Simulation spatiale												
Etudes des matériaux												
INDUSTRIE	ULTRA-VIDE			VIDE POUSSÉ				VIDE MOYEN		GROSSIER		
Fusion, dégazage et recuit métaux												
Soudure BE												
Métallisation sous vide												
Pulvérisation cathodique												
Production de cristaux												
Dégazage des liquides												
Sublimation												
Imprégnation avec résines												
Dessiccation												
Lyophilisation												
Production lampe à incandescence												
Production tubes cathodiques												
Production tubes à décharges												

« Ne pas se précipiter dans le vide »

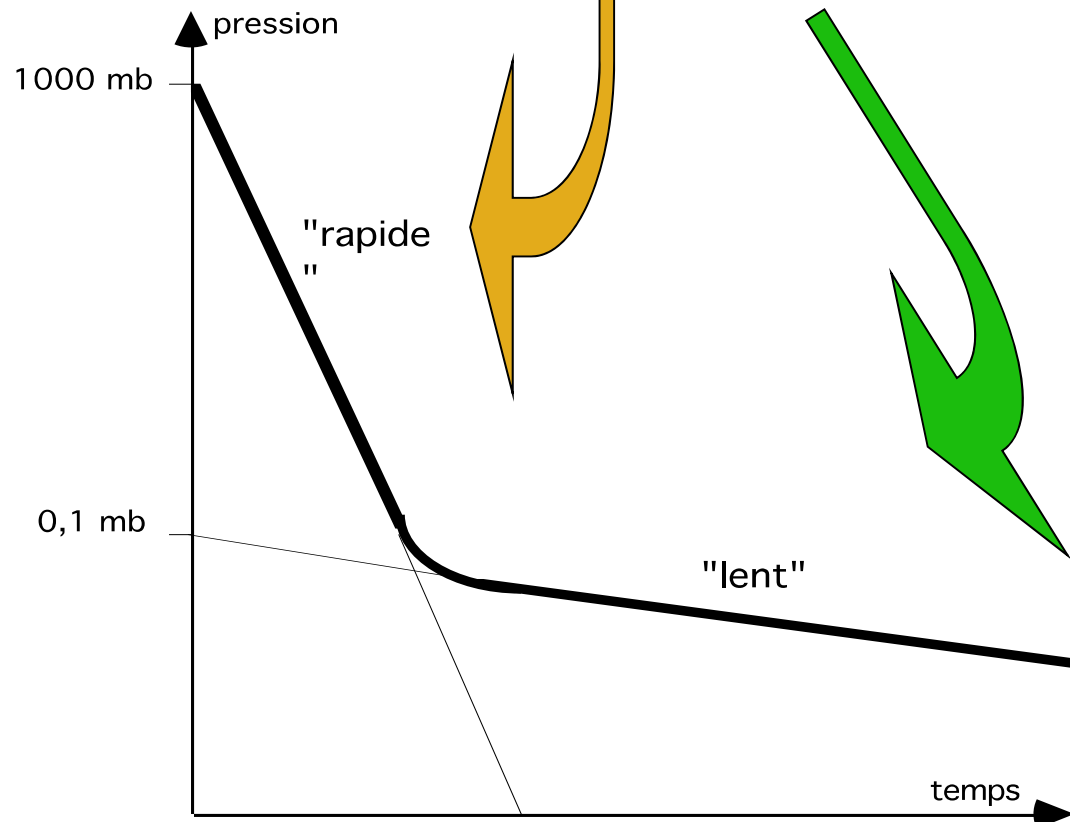
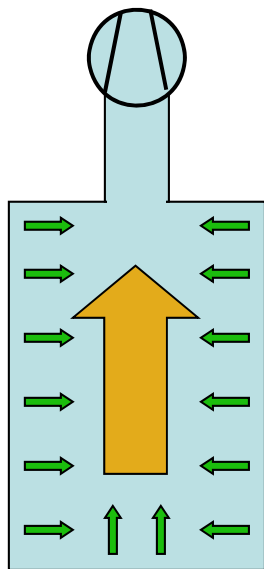
Pomper une enceinte initialement pleine de gaz c'est :

- évacuer le volume de gaz compris entre les parois

pompage en volume

- arracher aux parois les gaz piégés en surface

pompage en surface ou dégazage



« Faire le vide » : évacuer le gaz

Théorie cinétique des gaz :

gaz = grand nombre de particules en agitation
sans « interaction » entre elles.

Chaque particule parcourt un parcours entre deux chocs :

c'est le libre parcours moyen l .

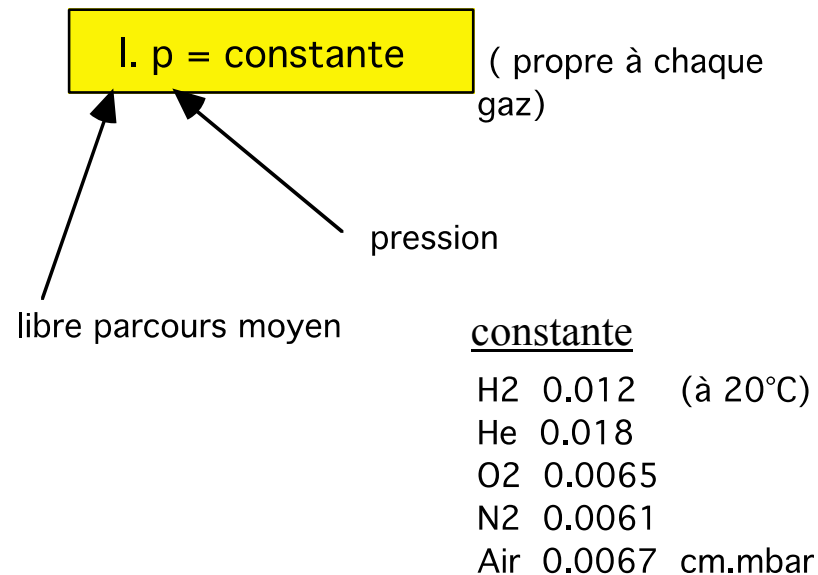
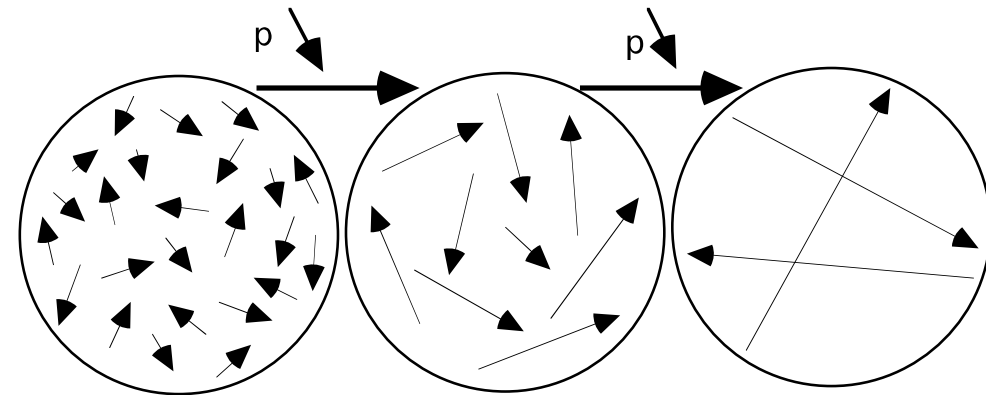
Si $p \downarrow$ alors $l \uparrow$

⇒ le libre parcours moyen peut devenir du même ordre de grandeur que les distances géométriques du volume (\emptyset , L , $h...$)

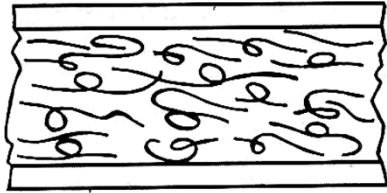
⇒ interaction prédominante avec les parois

⇒ **régime moléculaire**

(ex : air ⇒ $l = 6,7 \text{ mm à } 10^{-2} \text{ mbar}$)



Principaux régimes d'écoulement



Turbulent
 $Re > 3000$

(hors domaine du vide)

nombre de Reynolds :

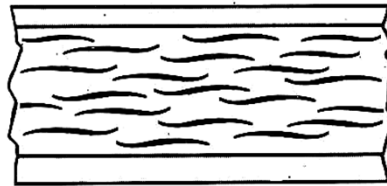
$$Re = \rho.V.D/\mu$$

ρ masse volumique $kg.m^{-3}$

V vitesse ($m.s^{-1}$)

D diamètre (m)

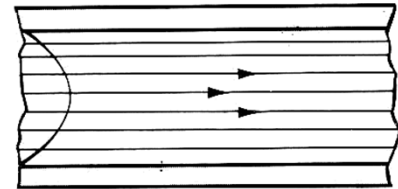
μ viscosité dynamique (Pa.s)



Transition
 $1200 < Re < 3000$

(hors domaine du vide)

l, libre parcours moyen



Laminaire (ou visqueux)

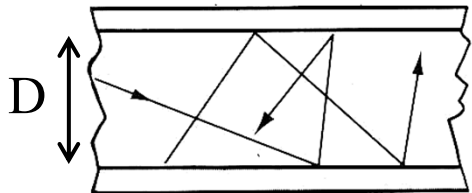
$l < D/100$ et $Re < 1200$

Pour l'air à $20^\circ C$,

&

$p.D > 0.7 \text{ mbar.cm}$

$Q/D < 150 \text{ mbar.l.s}^{-1}.\text{cm}^{-1}$



Moléculaire

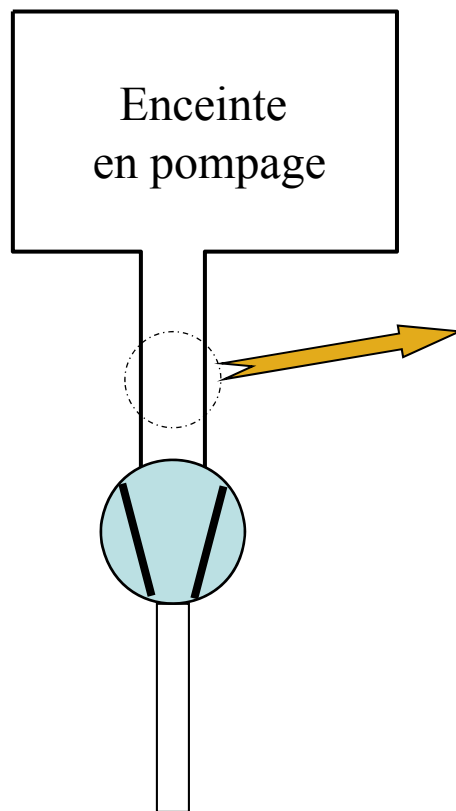
$l > D/3$

Chaque gaz se comporte comme si il était seul !

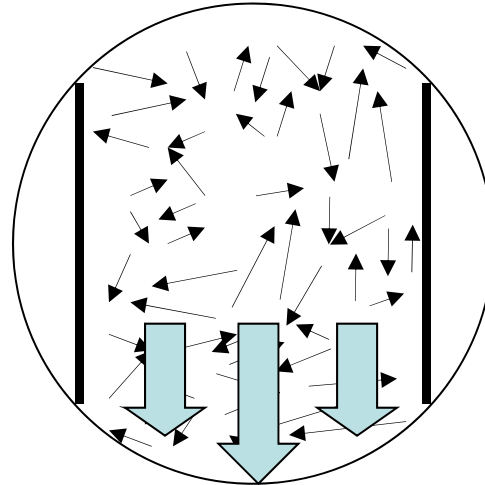
Pour l'air à $20^\circ C$, si $p.D < 2.10^{-2} \text{ mbar.cm}$

=> régime moléculaire

Principaux régimes d'écoulement

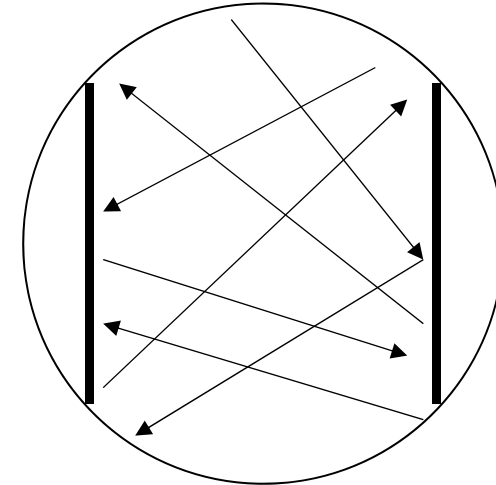


$P_1 < P_{atm}$



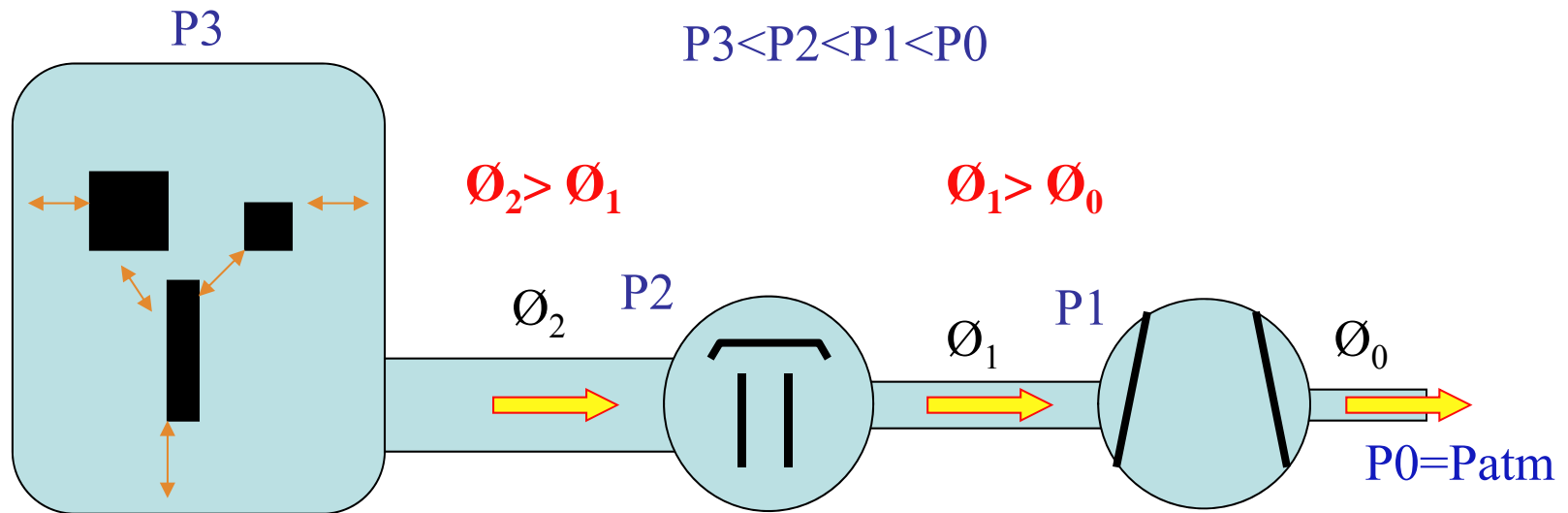
Début du pompage
= **régime laminaire**
où toutes les molécules
sont entraînées en
interagissant peu
individuellement
avec les parois

$P_2 \ll P_1$



Fin du pompage
= **régime moléculaire**
où toutes les molécules
interfèrent fortement avec
les parois
⇒ transfert de masse très ralenti
car très difficile
⇒ écart de pression sans débit
visible à court terme !!

Dimensionnement



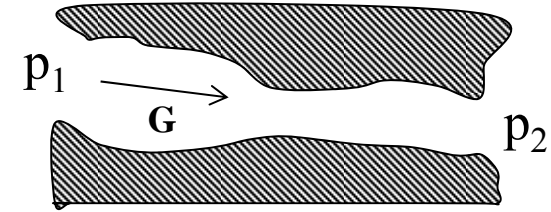
1 - Circuits de pompage et espace dans enceinte
= géométries à mettre en cohérence (conductance)

2 - Vitesse de pompage finale
= caractéristique de pompe + taille des circuits

Rendre homogènes les circuits et le groupe de pompage

Conductance L

$$L = \frac{G}{P_1 - P_2}$$



où $p_1 - p_2$ est la différence de pression entre entrée et sortie,
G le flux gazeux de pompage (\Leftrightarrow débit masse)

La conductance n'est pas un débit mais est assimilé au débit unitaire, c'est à dire au volume de gaz débité dans une canalisation lorsqu'on maintient une différence de pression unité entre ses deux extrémités, le volume de gaz étant lui-même supposé mesuré sous une pression égale à l'unité.

$p_1 - p_2$ en mbars

L est la conductance du circuit en **$l.s^{-1}$**

G le débit de pompage en $mb.l.s^{-1}$ ($\Leftrightarrow 10^{-6} Nm^3.s^{-1}$)

L est fonction de :

- la pression du gaz (plus P est faible , plus L est faible)
- la géométrie du circuit
- la nature du gaz

ex: Pour l'air à 20° C, et dans un circuit de diamètre D et de longueur l

$L_{air} = 140 \cdot D^4 \cdot p/l$ (écoulement laminaire)

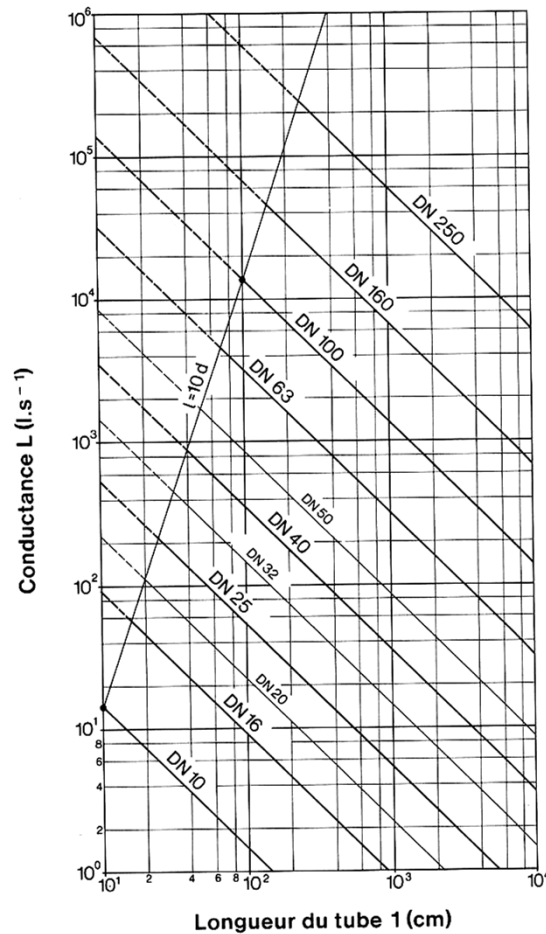
$L_{air} = 12,1 \cdot D^3/l$ (écoulement moléculaire)

L en $l.s^{-1}$, D diamètre en cm, l longueur en cm et p en mbar abs

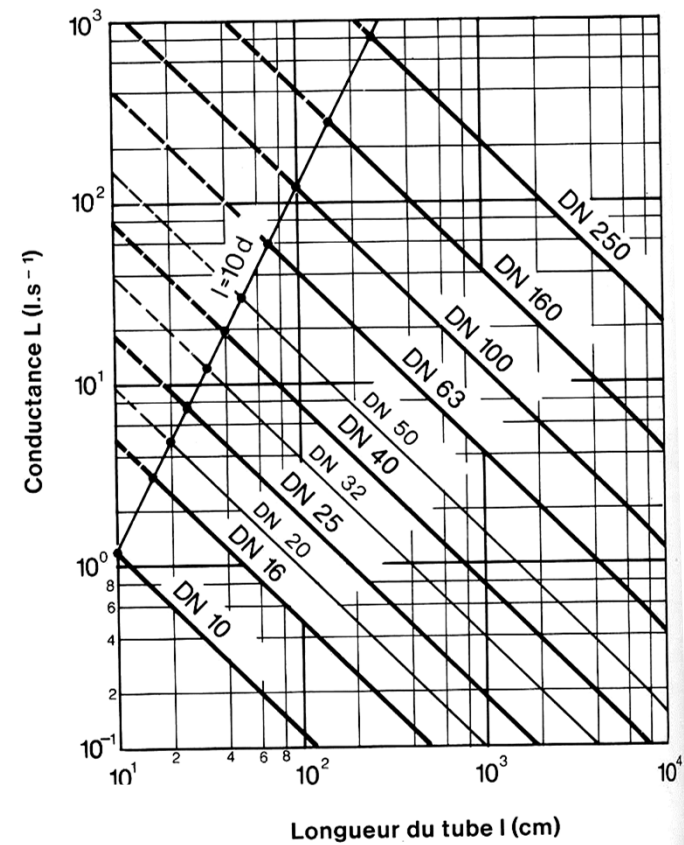
$L_{gaz} = \alpha \cdot L_{air}$	H ₂	He	H ₂ O	N ₂	CO ₂
α laminaire	2,1	0,93	1,9	1,04	
α moléculaire	3,78	2,67	1,26		0,81

Conductance

Exemple d'abaques pour tubes de différents diamètres



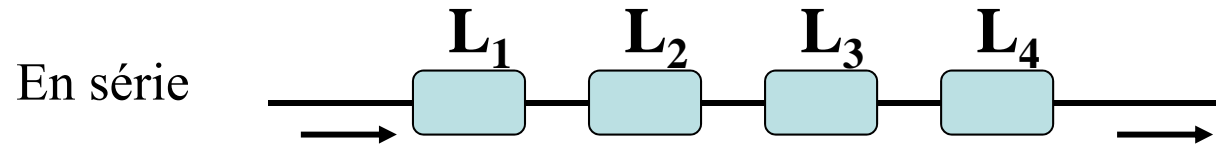
Écoulement laminaire air à 20° C
d.p > 0.7 cm.mbar



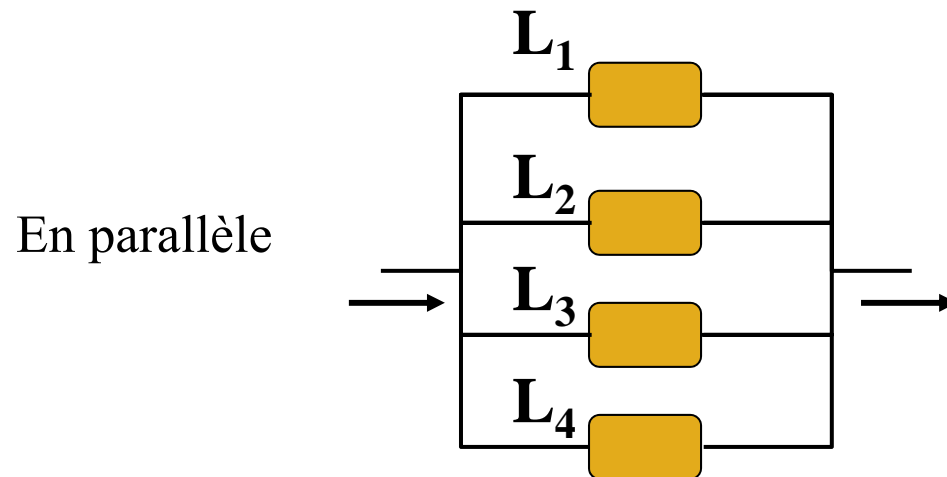
Écoulement moléculaire air à 20° C
d.p < 0.02 cm.mbar

Conductance

Analogie électrique :
- conductance = 1 / résistance
- pression = potentiel

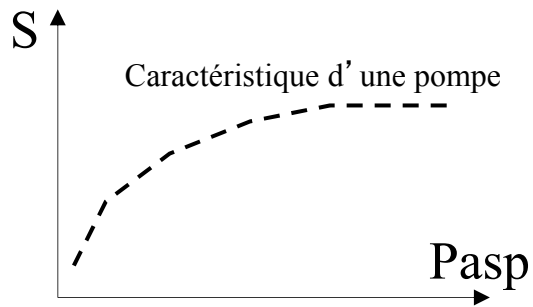


$$1/L_{\text{tot}} = 1/L_1 + 1/L_2 + 1/L_3 + 1/L_4$$



$$L_{\text{tot}} = L_1 + L_2 + L_3 + L_4$$

L'homogénéité entre un circuit à pomper et l'organe de pompage est obtenue lorsque les différentes conductances sont équivalentes (conductances des circuits et vitesse de pompage de la pompe). Le choix d'un système de pompage surdimensionné n'améliorera pas notablement le vide final.



Vitesse de pompage

$$S = \frac{G}{P_{asp}}$$

S en l.s⁻¹ (ou m³/h)

G en mbar.l.s⁻¹

P_{asp} en mbars

La vitesse de pompage est le flux gazeux (débit masse) ramené à la pression d'aspiration de la pompe, c'est à dire que cette vitesse représente un débit volumétrique (volume déplacé à la pression d'aspiration)

ex :

$$p_2 = 10^{-5} \text{ mbars}$$

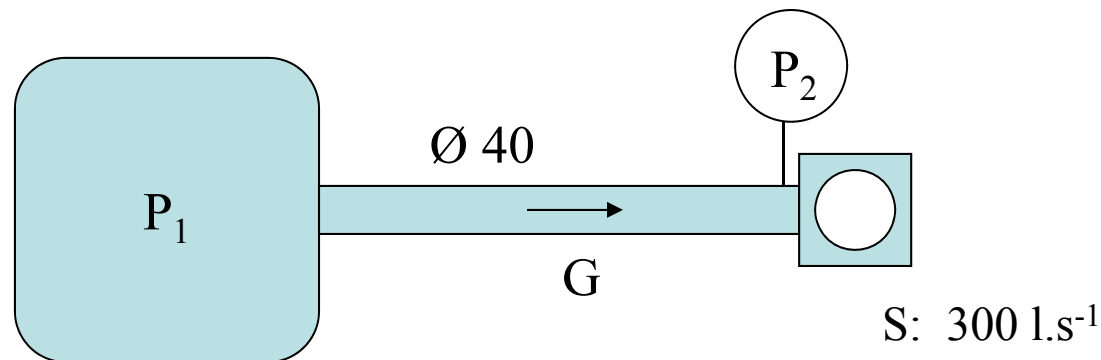
$$\text{Ø } 40, \text{ long } 1\text{m et } P \cdot \text{Ø} < 2 \cdot 10^{-2} \text{ mbars.cm} \Rightarrow L = 12,1 \cdot D^3 / \text{long}$$

$$L = 7.7 \text{ l.s}^{-1} \text{ et } p_2 = 10^{-5} \text{ mbars}$$

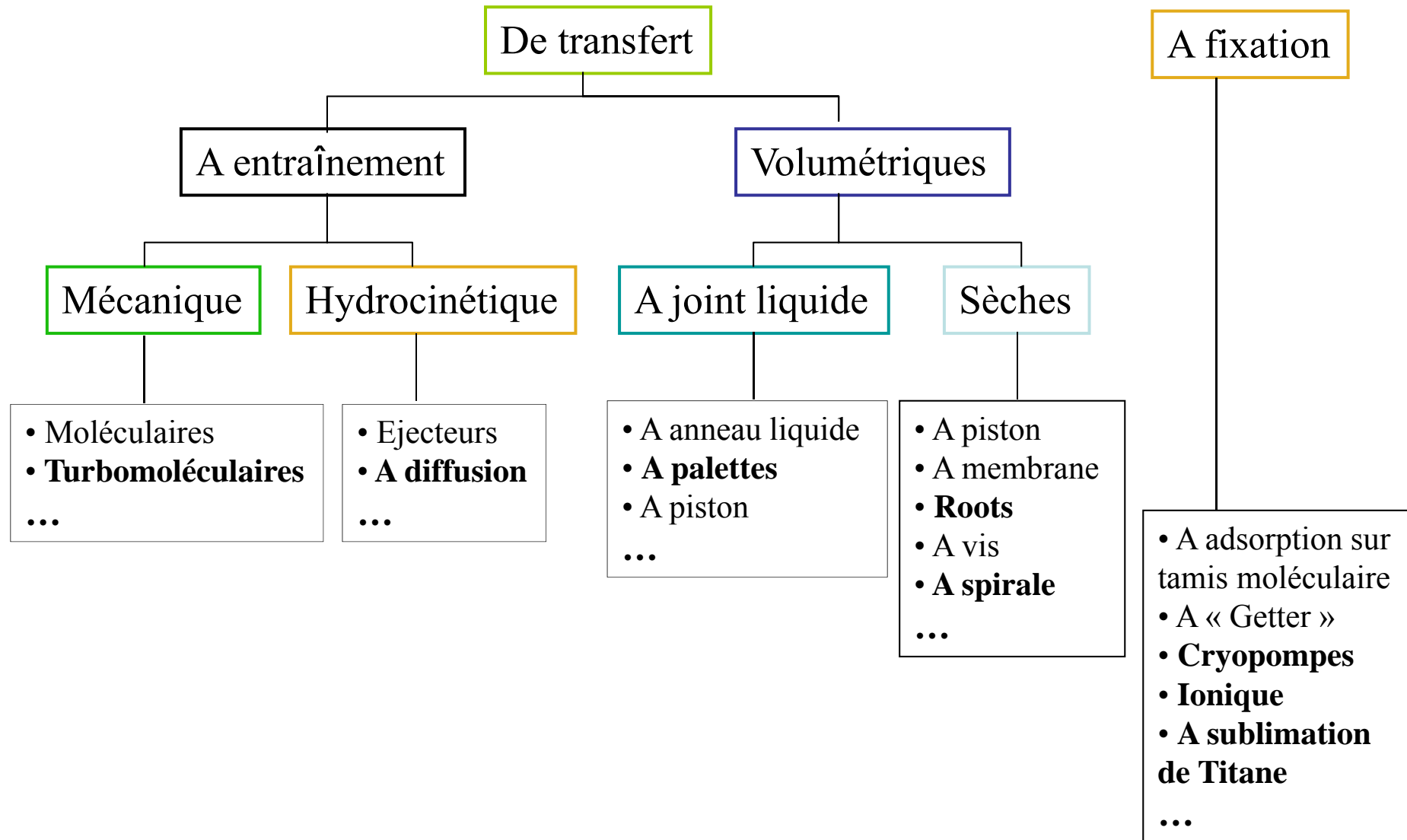
$$S = 300 \text{ l.s}^{-1} \text{ (pompe turbomoléculaire par ex)}$$

$$G = 300 \times 10^{-5} = 3 \cdot 10^{-3} \text{ mb.l.s}^{-1}$$

$$\Rightarrow p_1 - p_2 = 3,9 \cdot 10^{-4} \text{ mb} \Rightarrow p_1 = 4 \cdot 10^{-4} \text{ mbars !}$$

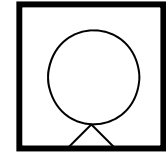


Exemples de pompe à vide



Volumétrie

Pompe à palettes

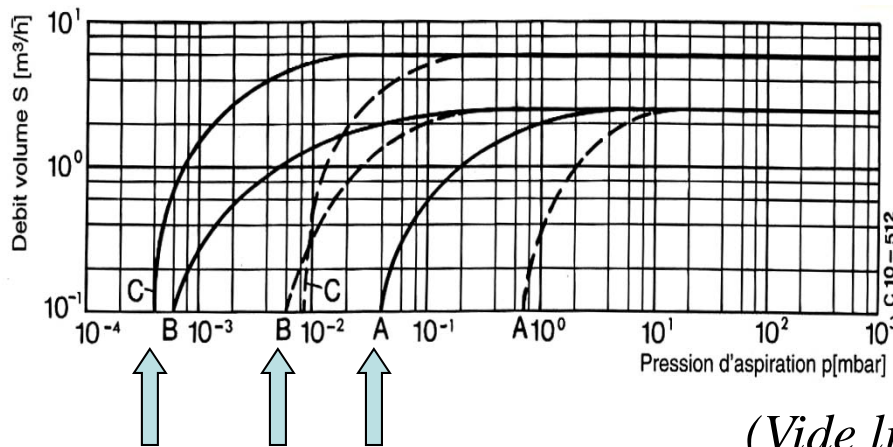


Coupe transversale d'une pompe rotative à palettes lubrifiée (mono-étagée)

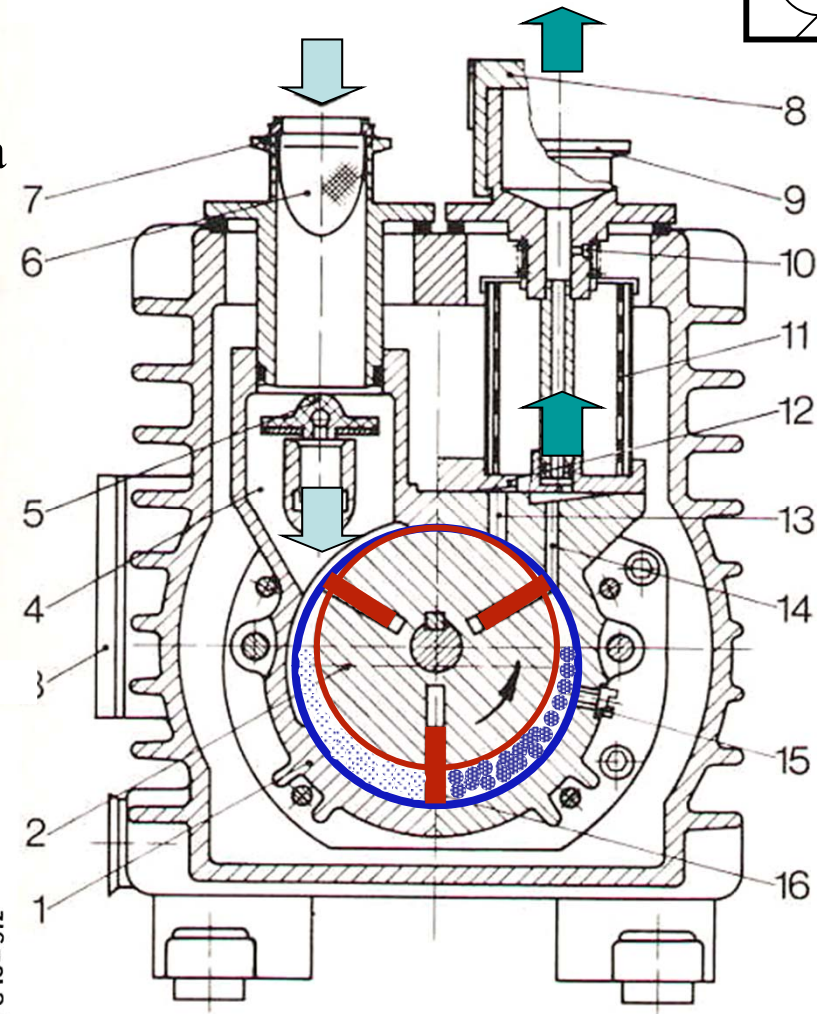
1 Corps de pompe. 2 Rotor. 7 Aspiration. 9 Refoulement. 11 Filtre à huile. 15 Injection d'huile. 16 Palette

$$P_{asp} \approx 10^{-3} \text{ mbars (à deux étages)}$$

Caractéristique vitesse de pompage-pression de pompes à palettes



Vide limite selon modèle



(Vide limite = pression d'aspiration à débit nul)

Volumétrie

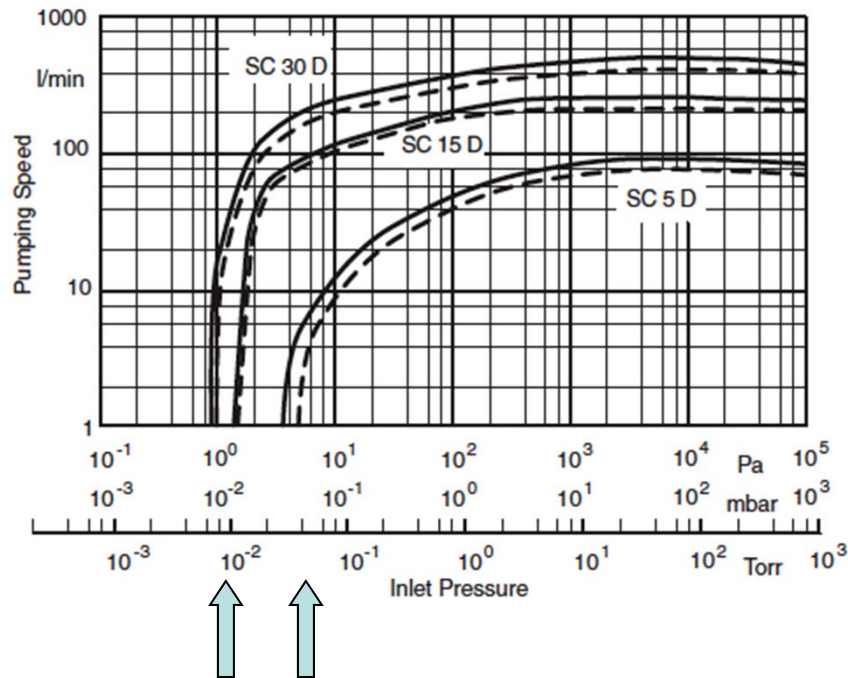
Pompe à spirales

Pompe rotative sèche à spirales
(1 spirale en rotation sur excentrique +
1 spirale fixe)

$$P_{asp} \approx 10^0 \text{ mbars}$$



Caractéristique vitesse de pompage-pression
de pompes à spirales



Vide limite selon modèle

(Vide limite = pression d'aspiration à débit nul)

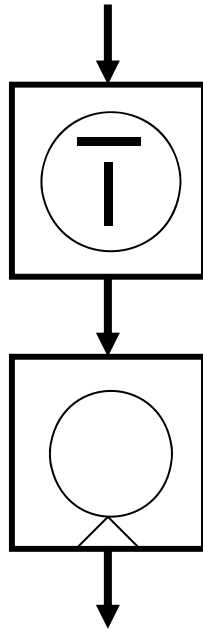
Pompe Roots

Volumétrique

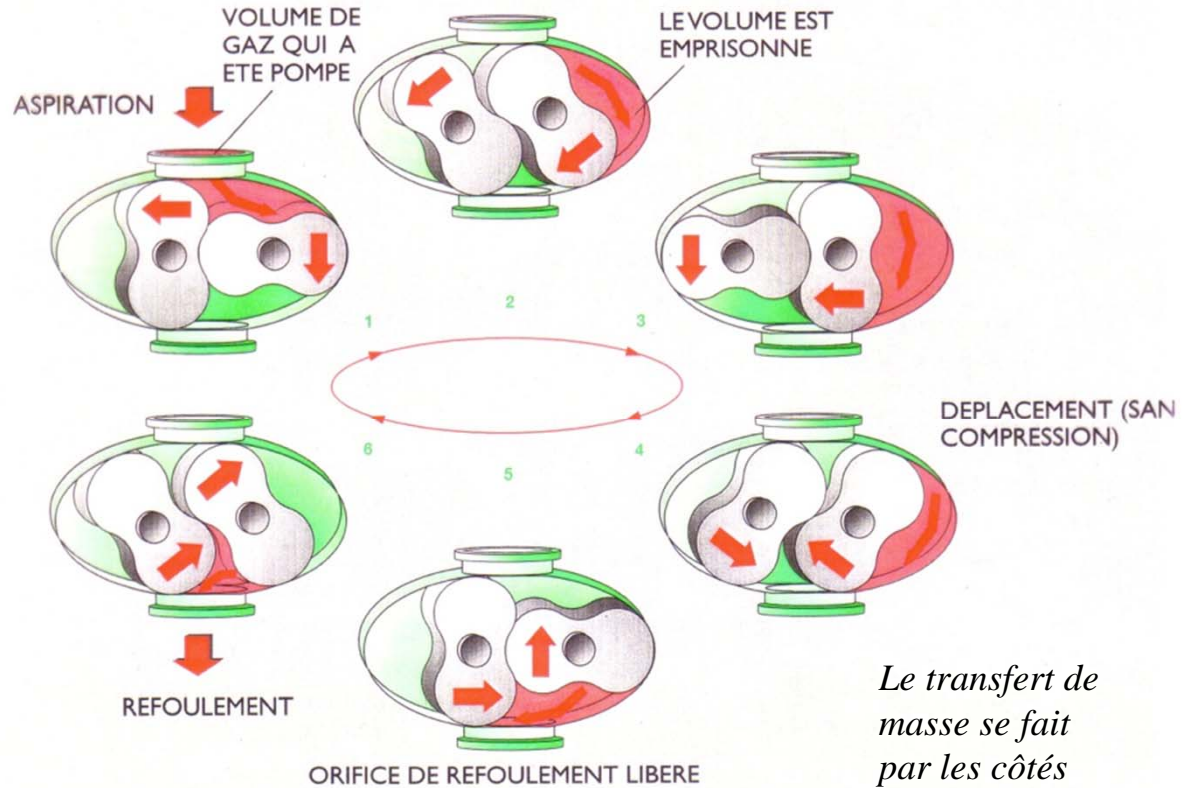
Simple, robuste, compacte et sèche.

Pour débit de gaz élevé.

$$P_{asp} \approx 10^{-4} \text{ mbars}$$

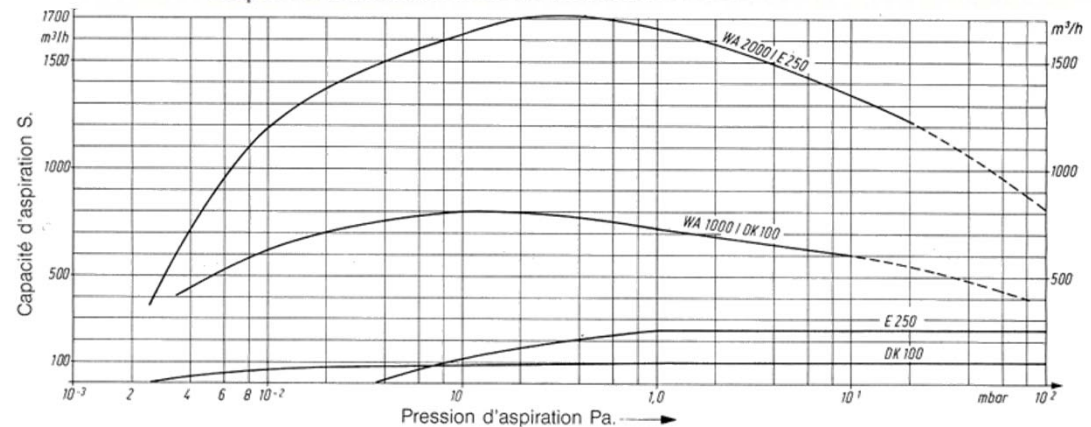


Caractéristique vitesse de pompage-pression d'une pompe Roots associée en série avec une pompe à palettes

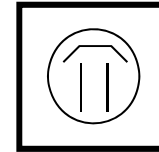


Le transfert de masse se fait par les côtés

Etapes du fonctionnement du mécanisme Roots



Pompe à diffusion d'huile



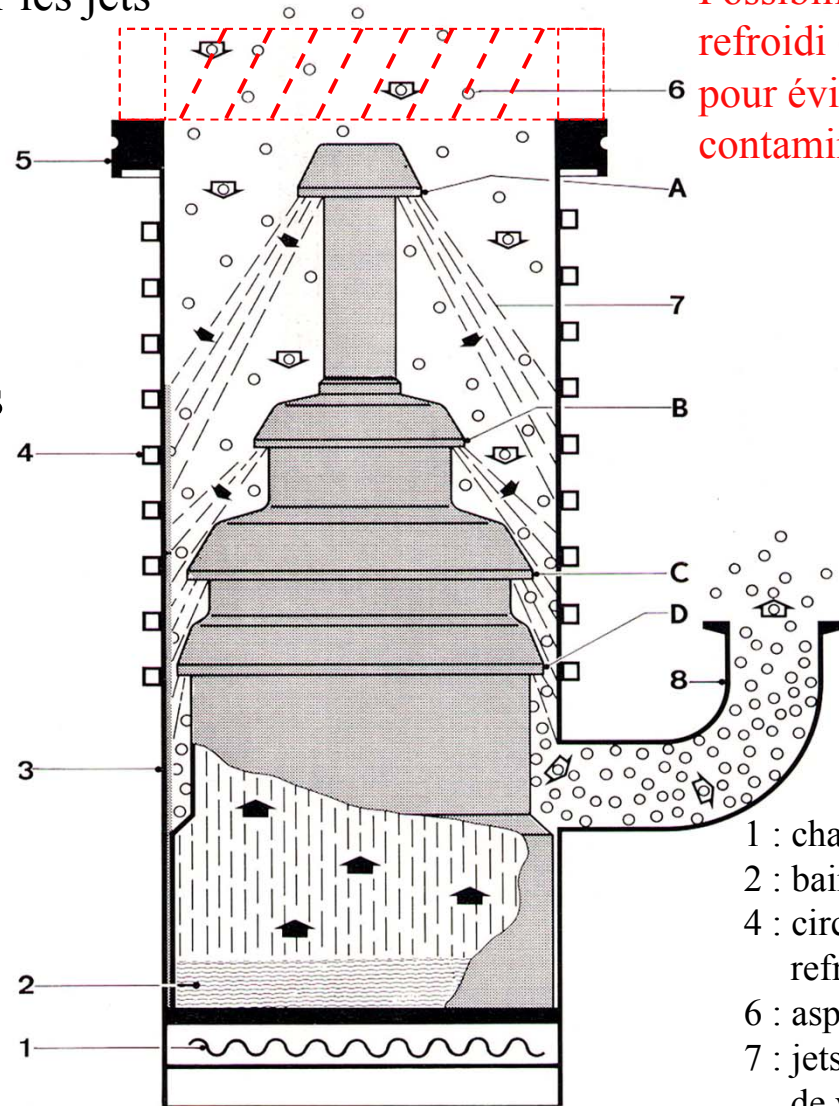
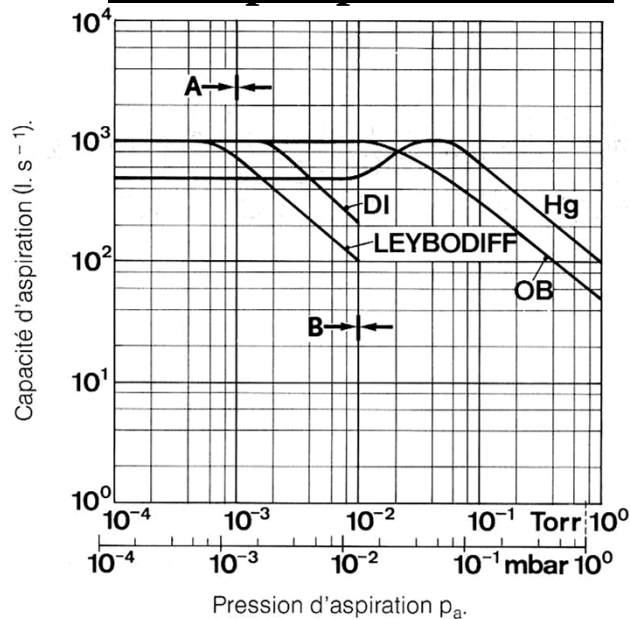
Entraînement des molécules de gaz par les jets d'huile (silicone à forte tension de vapeur vers 200° C)

Pas de pièce en mouvement, pas de vibration.

A associer avec une pompe primaire ($P_{init} < 10^{-2}$ mbars)

$$P_{asp} \approx 10^{-10} \text{ mbars}$$

Caractéristique débit-pression d'une pompe à diffusion

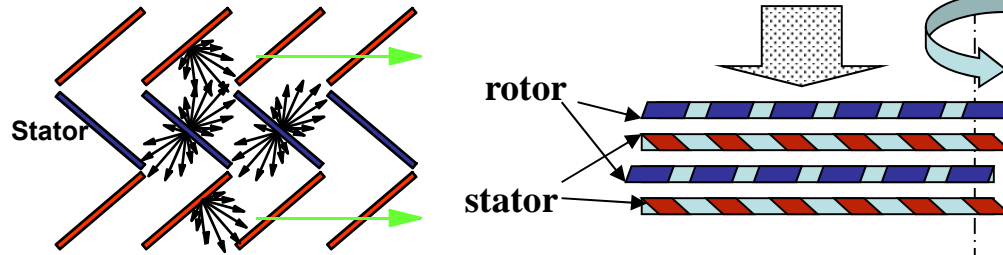


Possibilité d'un baffle refroidi (H_2O) pour éviter toute contamination en huile

- 1 : chauffage
- 2 : bain d'huile
- 4 : circuit de refroidissement
- 6 : aspiration
- 7 : jets supersoniques de vapeur d'huile
- 8 : refoulement

A entraînement

Pompe turbomoléculaire

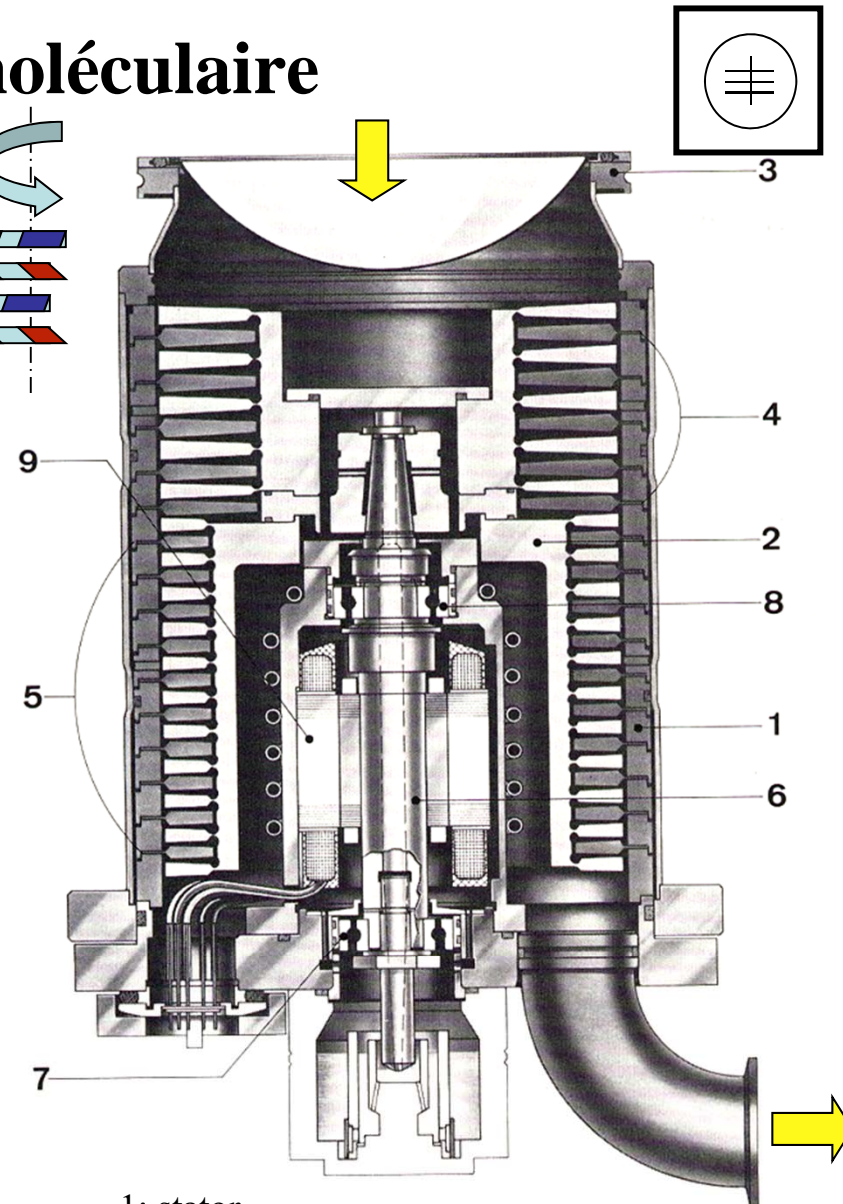
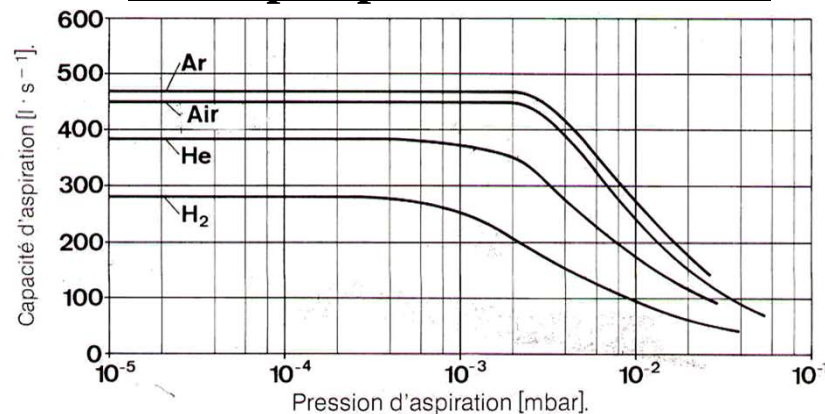


Entraînement des molécules de gaz par choc avec les pales à haute vitesse

Compacte, sèche, rapide à démarrer. A associer avec une pompe primaire ($P < 10^{-2}$ mbars).

$$P_{asp} \approx 10^{-9} \text{ mbars}$$

Caractéristique vitesse de pompage-pression d'une pompe turbomoléculaire

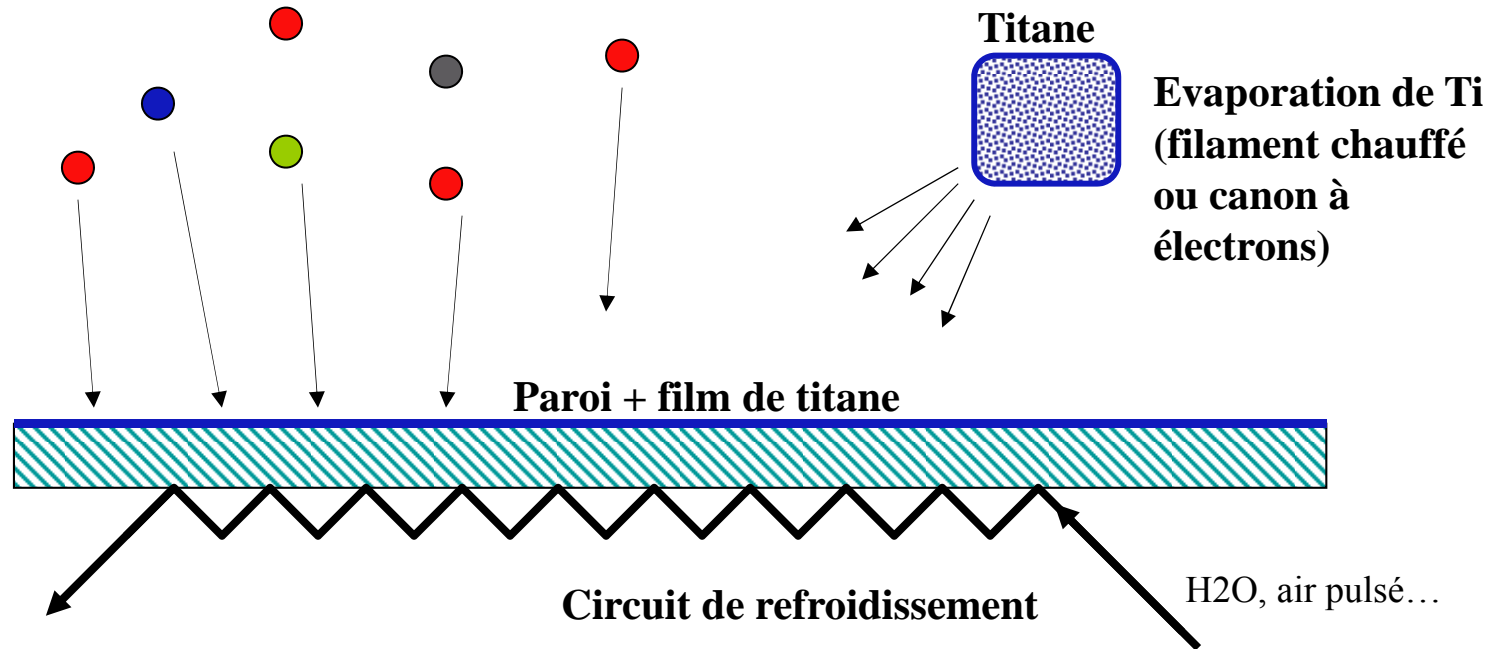


- 1: stator
- 2: rotor
- 7 et 8 : roulements
- 9: moteur électrique

Pompe à sublimation de Ti

Pompe à évaporation de Titane =
“pompe à sublimation de Titane”

Selon la nature du gaz , l'adsorption se fera par la création d'un composé stable pour les gaz dits actifs (nitrure N₂, hydruure H₂, oxyde de Ti O₂...) ou par enterrement des gaz neutres (He, Ne, Ar...) c'est à dire blocage physique des molécules sans transformation chimique.



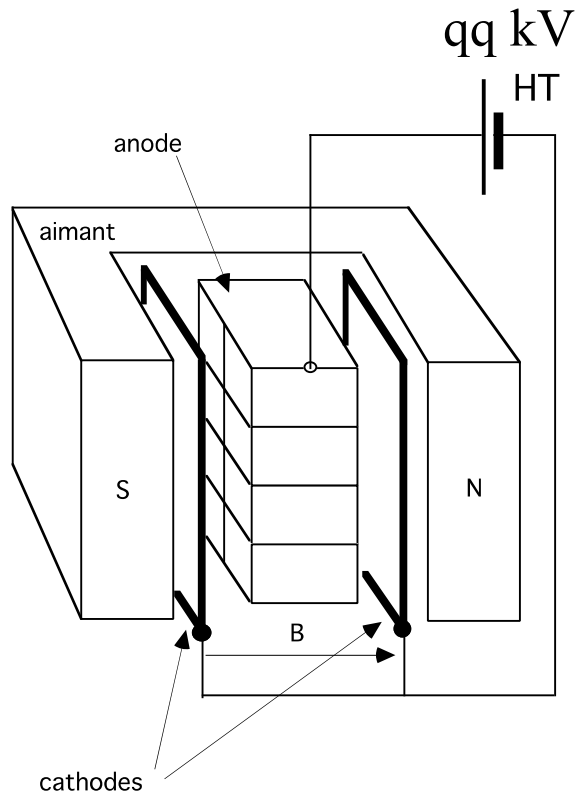
Principe :

- sublimation du titane pour renouvellement du film
 - réaction des molécules gazeuses avec le film titane (“enterrements” des gaz neutres et création de composés stables pour les gaz actifs)
- ex: 1g/h de titane consommé = 2 à 3 mb.l.s-1 d’azote piégés soit environ 9 mg/h

Simple, grand débit ($P_{init} \ll 10^{-3}$ mbars) $P_{asp} \approx 10^{-11}$ mbars

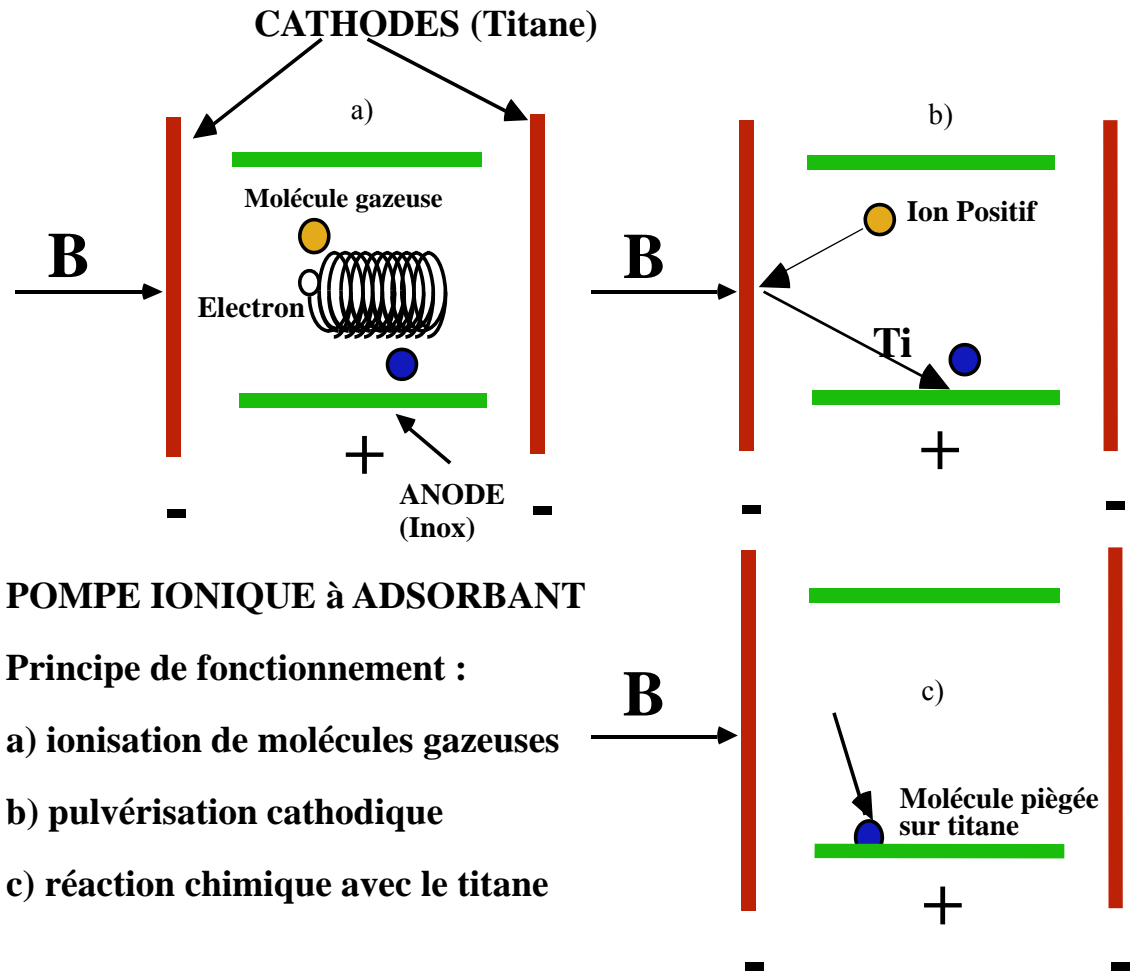
A fixation

Pompe ionique



$$P_{asp} \approx 10^{-11} \text{ mbars}$$

Ultravide ($P_{init} < 10^{-6}$ mbars)



POMPE IONIQUE à ADSORBANT

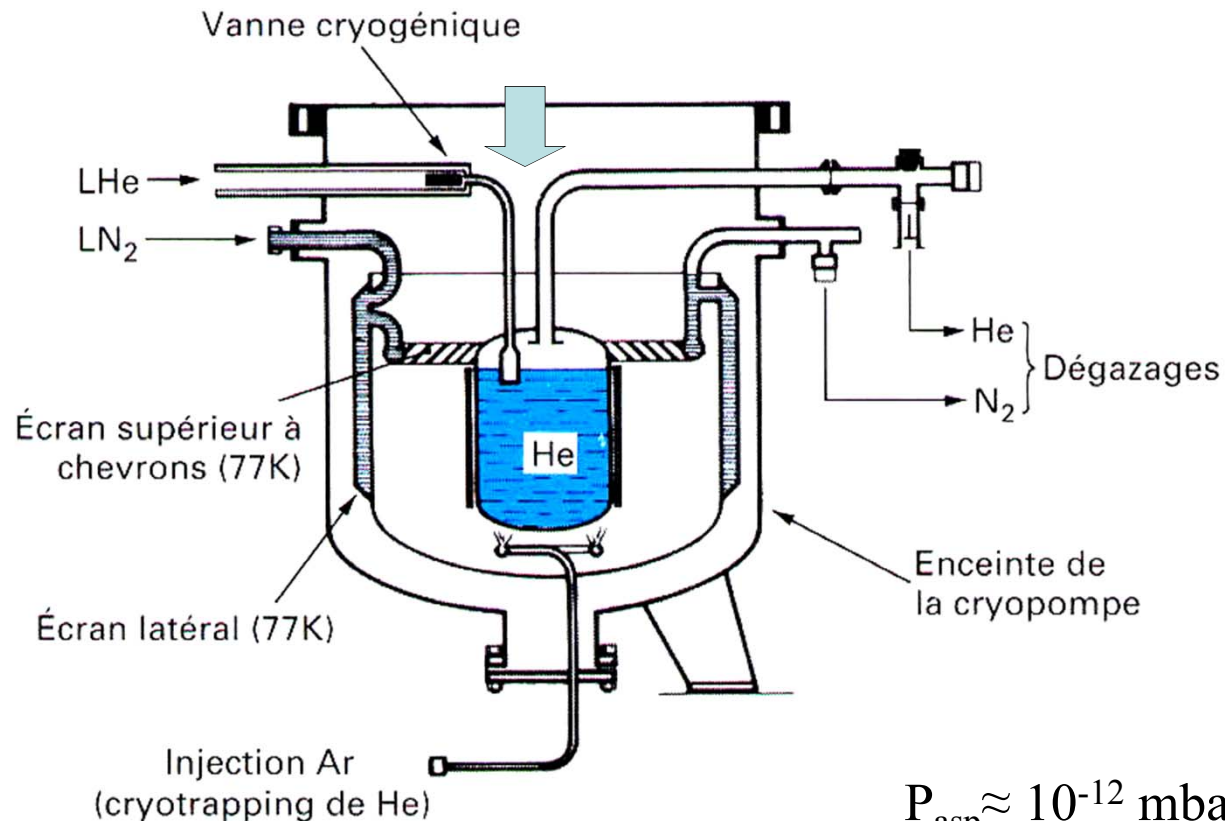
Principe de fonctionnement :

a) ionisation de molécules gazeuses

b) pulvérisation cathodique

c) réaction chimique avec le titane

Cryopompe



Techniques de l'Ingénieur B 2.382

Très fort débit ($>10^4 \text{ l.s}^{-1}$), pas de vibration.

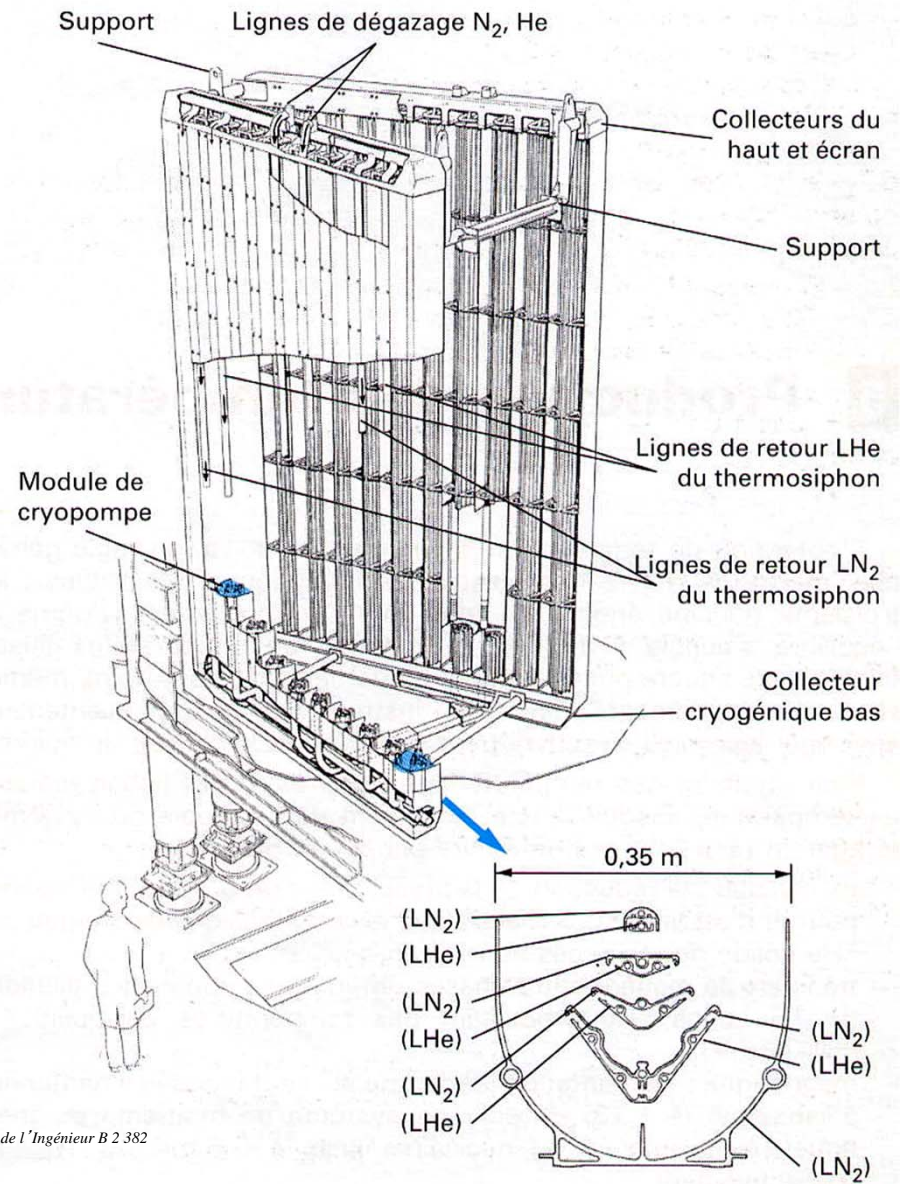
Démarrage à pression élevée (qq mbars)

Compromis entre puissance de piégeage et consommation de fluide

Possibilité **d'utiliser un cryogénérateur** (« tête froide ») sans fluide cryo

!! Régénération obligatoire par réchauffage

Exemple de Cryopompe



Techniques de l'Ingénieur B 2 382

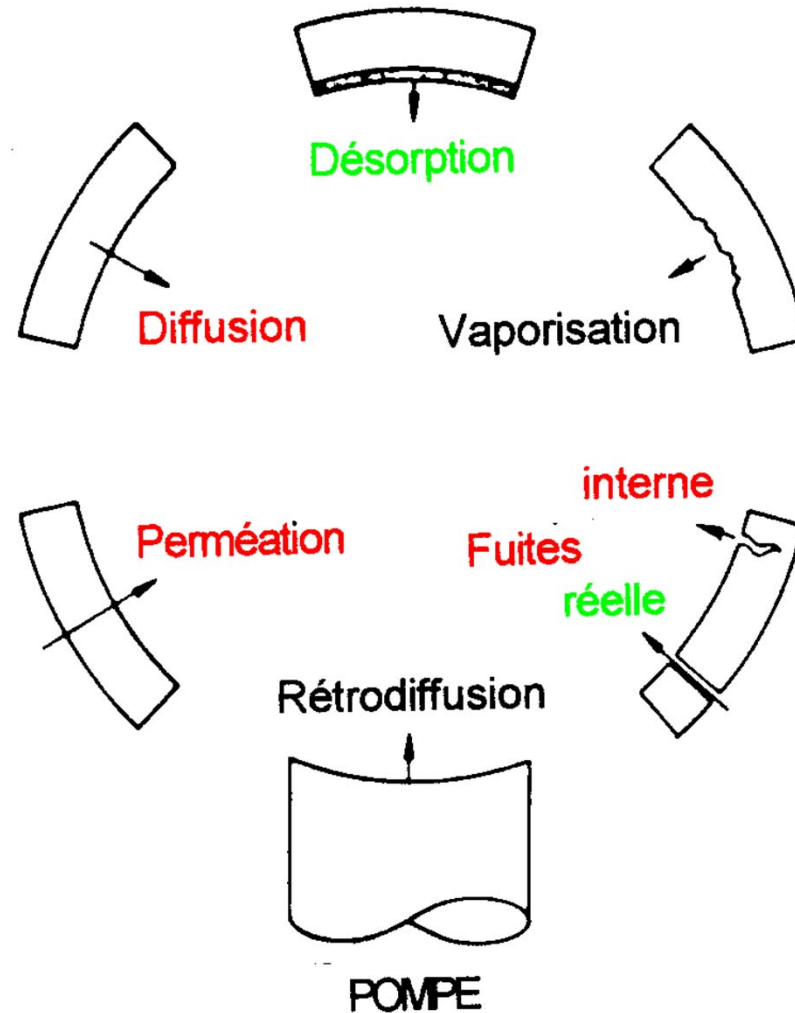
Cryopompe à grand débit en continu sur le réacteur de fusion thermonucléaire JET (GB).

- $8 \cdot 10^6 \text{ l.s}^{-1}$ sur H₂
- LN₂ + LHe

Effets de paroi

Après le pompage en volume, un certain nombre de phénomènes de paroi peuvent retarder la descente en pression d'une enceinte.

Choix des matériaux, précaution de montage et fabrication, préparation initiale des surfaces sont autant de points à respecter pour accélérer, atteindre et maintenir un bon vide.

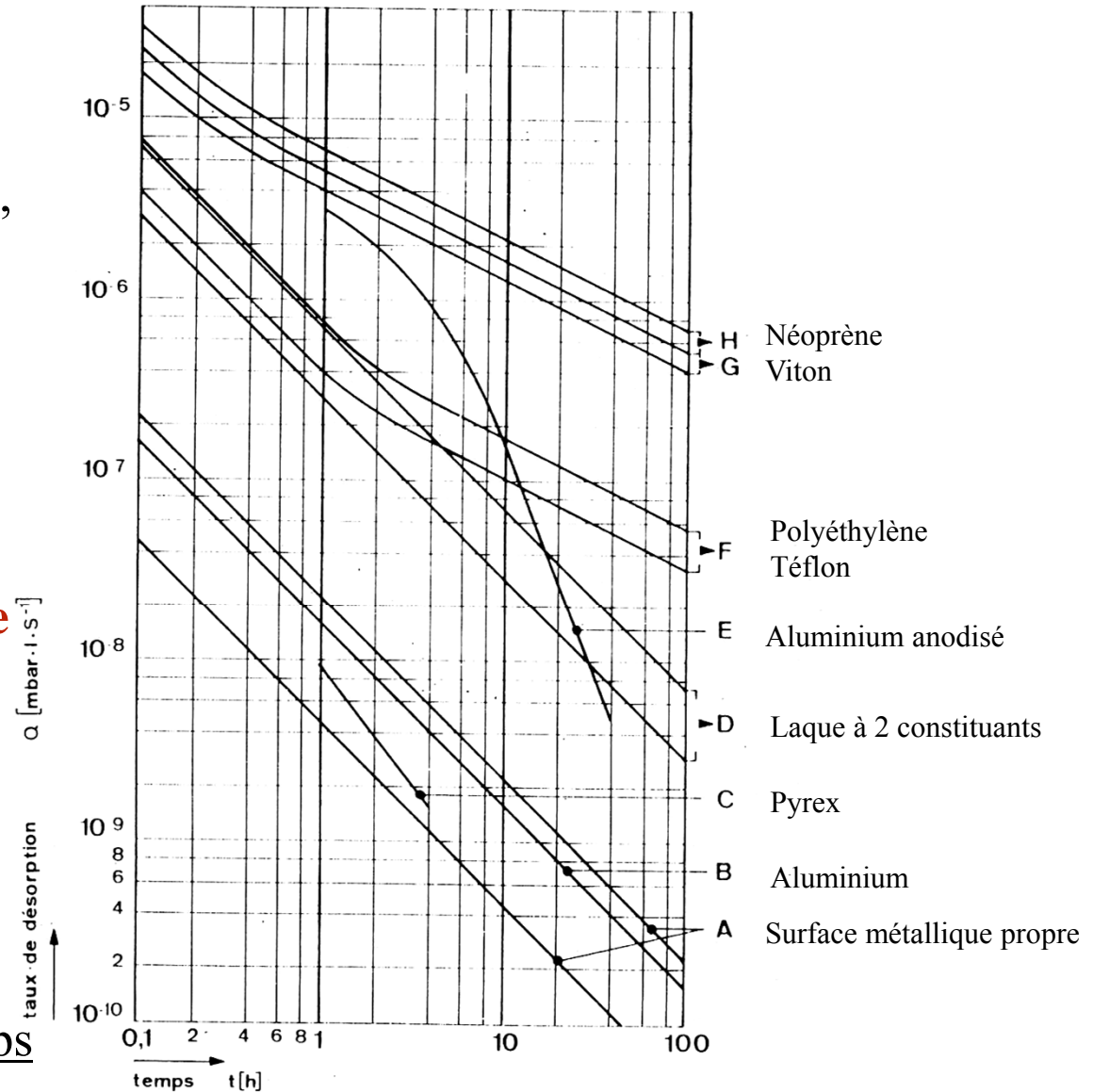


Dégazage

Fonction de la nature du matériau, de son état de surface, de sa fabrication et du temps

Approximativement, flux de dégazage indépendant de la pression

Très sensible à la température
⇒ Désorption accélérée par élévation de T°
⇒ **étuvage de 300 à 450° C** (voire 800° C) pour obtention **ultravide ($<10^{-10}\text{mb}$)**
⇒ un étuvage à haute T° nettoie les parois pour longtemps



Dégazage

Le dégazage de certains matériaux peut être à l'origine des **difficultés** pour atteindre des **vides poussés** et au delà **l'ultra-vide**.

Choisir ses composants entre dans la qualité du vide recherché. Si les vides jusqu'à 10^{-4} mb (atteints dans des temps raisonnables) ne demandent que des précautions simples au montage, des vides plus poussés, en particulier l'ultravide (jusqu'à 10^{-14} mb), exigent des matériaux performants (essentiellement métalliques). Ils exigent aussi une préparation spécifique des parois et des objets à mettre sous vide pour éviter tout dégazage ultérieur (étuvage à plus de **200° C pour $p < 10^{-7}$ mb** et **800° C pour 10^{-10} mb**, décapage électrolytique des surfaces, utilisation de joints métalliques, nettoyage des surfaces...).

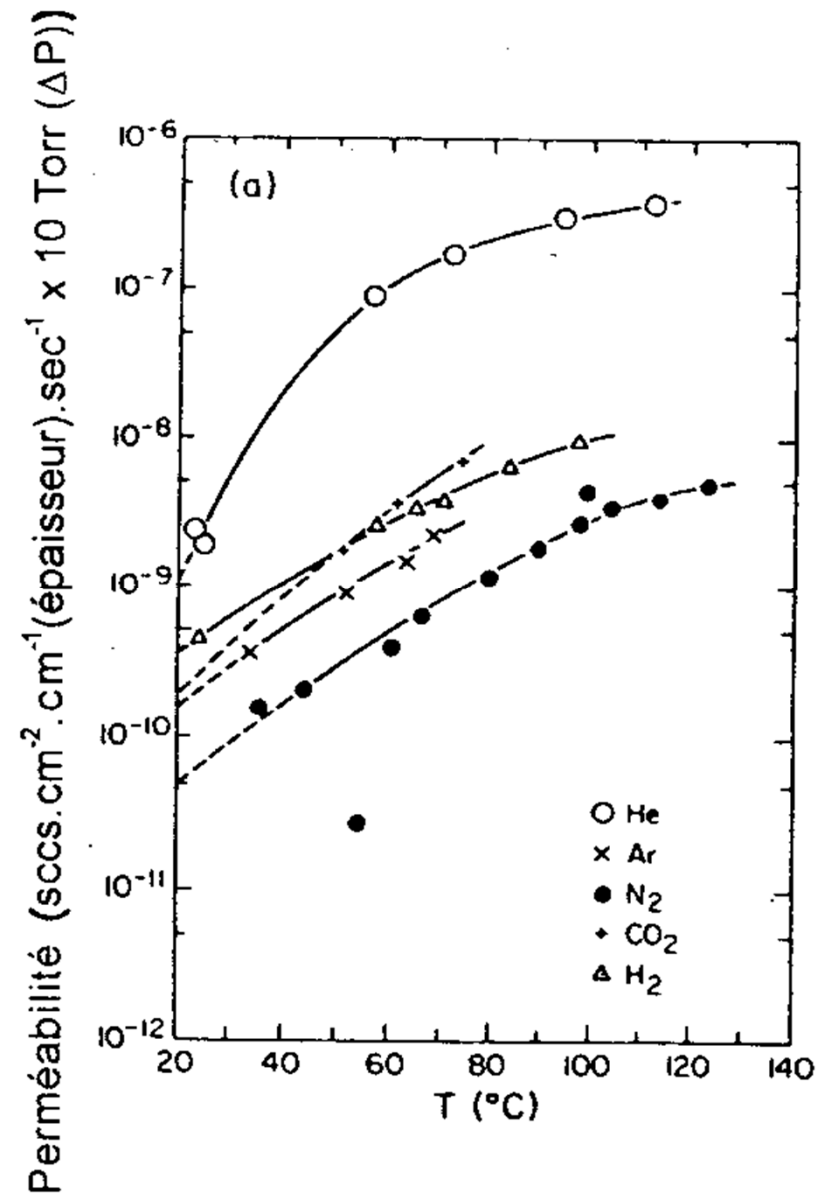
Dans les installations où l'on cherche des vides proches de **l'Ultra-vide**, il faut prévoir des **matériaux à très faibles pressions de vapeur saturante** (éviter les matériaux synthétiques et caoutchoucs) et qui puissent résister à des **cycles longs de dégazage** (plusieurs heures) à haute température. Les aciers inoxydables, les verres et céramiques sont ainsi tout à fait compatibles avec ce type de traitement. Si ces conditions peuvent paraître pénalisantes et chères dans la **fabrication** (matériel UHV) et le **traitement initial** d'un équipement sous vide, elles sont vite compensées par le **gain de temps** obtenu lors du pompage (même en utilisant un système de pompage de taille réduite) par rapport à un traitement conventionnel.

De plus, le **traitement de dégazage des parois à ces hautes températures** permet d'atteindre un niveau de propreté exceptionnel. Le retour à température ambiante et conditions atmosphériques ne dégradera cette propreté en profondeur que sur des durées très longues à température ambiante (plusieurs dizaines à centaines d'années) c'est à dire qu'un seul **traitement initial** suffit **pour la durée de vie de l'équipement**.

Perméation

Particulièrement sensible dans les matériaux synthétiques (polymères).

Fonction de la nature du gaz et de la température du matériau.



La détection de fuite

Une fuite, même faible, peut provoquer l'impossibilité d'obtenir un vide correct.

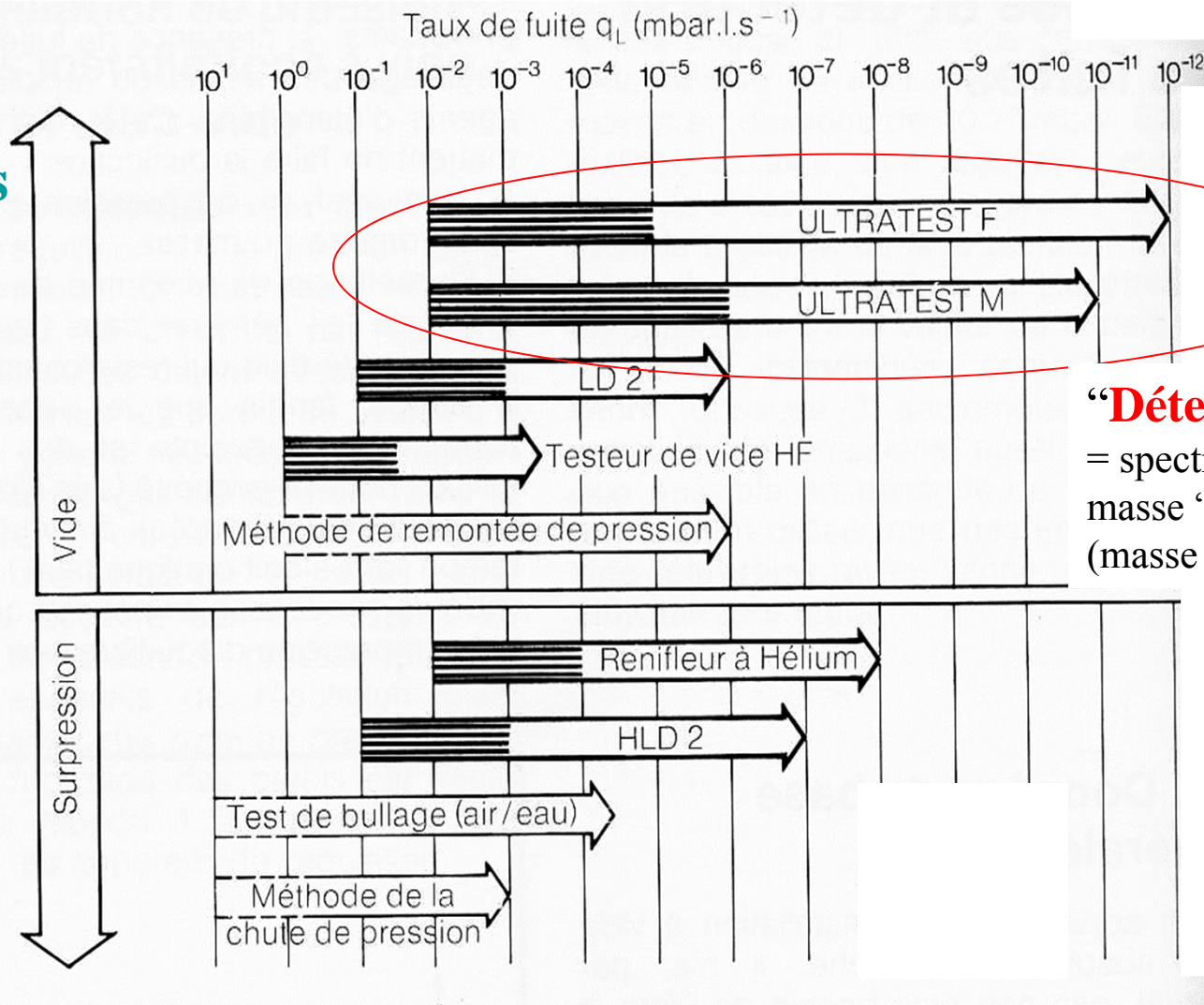
- l'unité habituelle de la fuite = mbar.l.s^{-1} ou $\text{Pa.m}^3.\text{s}^{-1}$ ($1\text{mbar.l.s}^{-1} = 0,1 \text{ Pa.m}^3.\text{s}^{-1}$)

fuite \Leftrightarrow débit masse ($1 \text{ mbar.l.s}^{-1} = 10^{-6} \text{ Nm}^3.\text{s}^{-1}$)

- $10^{-4} \text{ mb.l.s}^{-1} \approx 1$ bulle de 1 mm^3 toutes les 10 secondes
- 1 pompe d'une capacité de 100 l.s^{-1} (turbo DN100) se verra limiter à 10^{-6} mbars à son aspiration pour une fuite de $10^{-4} \text{ mbars.l.s}^{-1}$ (calcul très optimiste !!!)
(*on comparera surtout la fuite à la conductance minimale des circuits*)

La détection de fuite

Gamme
des
différentes
méthodes



“DéTECTEURS He”
= spectromètres de
masse “calés” sur He
(masse 4)

Détection de fuite par remontée de pression

Une fuite peut être évaluée par la remontée (ou la baisse) de pression qu'elle engendre sur un volume donné à contrôler.

Le débit de fuite va s'exprimer alors :

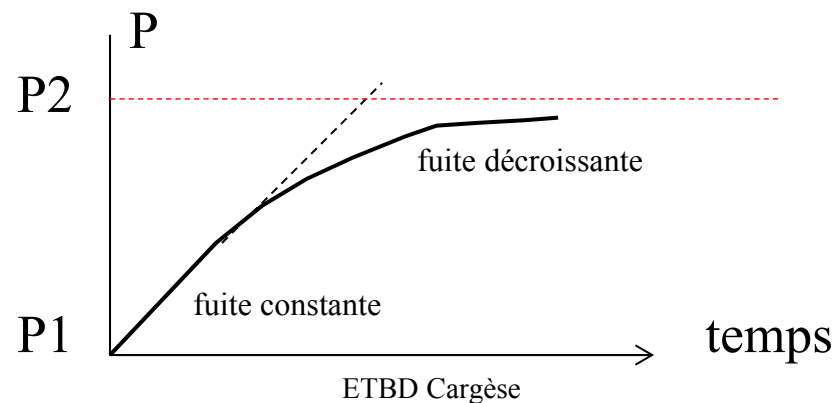
$$\tau = \Delta p \cdot V / \Delta t$$

où Δp est la variation de pression entre début et fin de durée d
 V volume
 Δt est la durée associée à la variation de pression

Comme toute fuite, τ s'exprime en **mb.l.s⁻¹**. Ces unités peuvent ramener ce débit mesuré à température ambiante à $10^{-6} \text{ Nm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ donc implicitement à un débit massique ($\text{g} \cdot \text{s}^{-1}$).

Pour mesure une **fuite constante** et maximum, il faut conserver au moins un **facteur 2 entre les pressions de chaque côté de la fuite (à condition de T constantes)** =< écoulement sonique à la fuite.

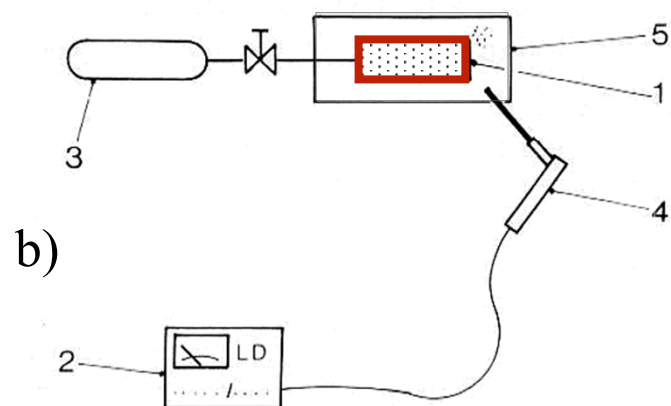
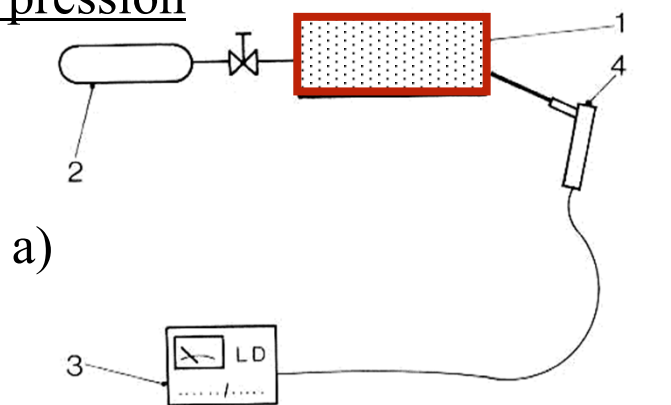
Pour une remontée de pression avec l'atmosphère autour de l'enceinte à tester (1000 mbars abs), il faut donc avoir au maximum 500 mbars abs dans l'enceinte. Dès que la pression interne est moins de deux fois inférieure à la pression externe, la fuite va progressivement diminuer.



Détection de fuite par détecteur hélium

(spectro calé sur la masse de l'hélium)

En pression

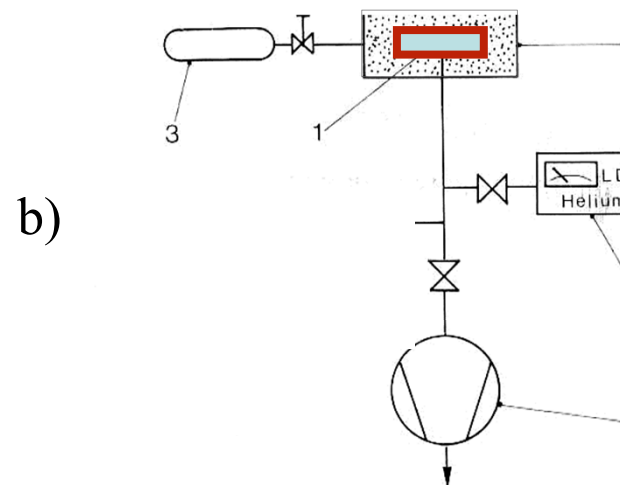
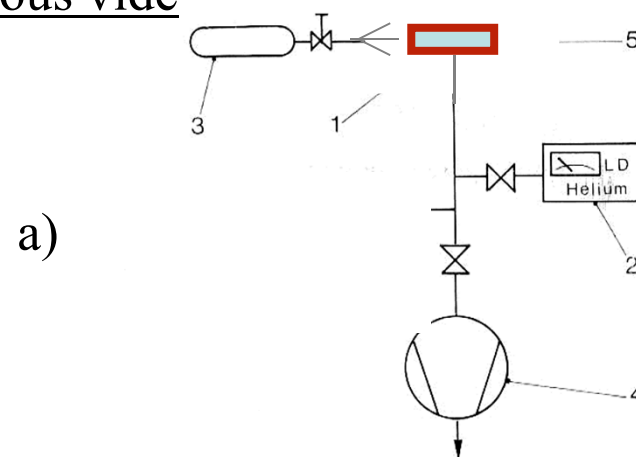


Test **par reniflage** avec détecteur He

a) Direct = contrôle local

b) Sous pochon = contrôle global

Sous vide



Test **sous vide** avec détecteur He

a) Par aspersion local = contrôle local

b) Sous atm He = contrôle global