

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

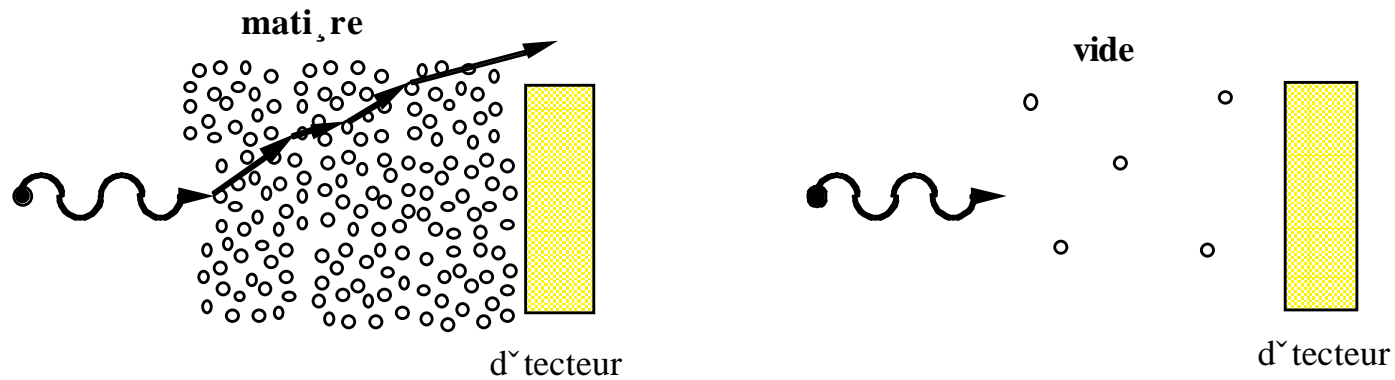
SUPRACONDUCTIVITE II

DETAILS SUR L'ETAT SUPRACONDUCTEUR
EXEMPLES DES CABLES SUPRA POUR AIMANTS

Séquence : Quadrupôle HERA

Techniques du vide

Le vide et les détecteurs :



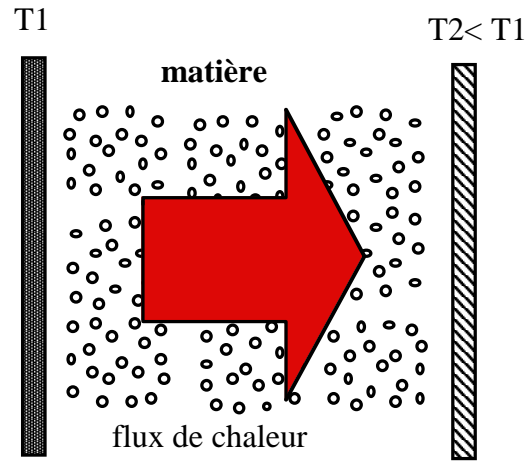
forte interaction du "rayonnement"
avec un milieu dense (gaz, liquide...)

interaction réduite grâce au vide

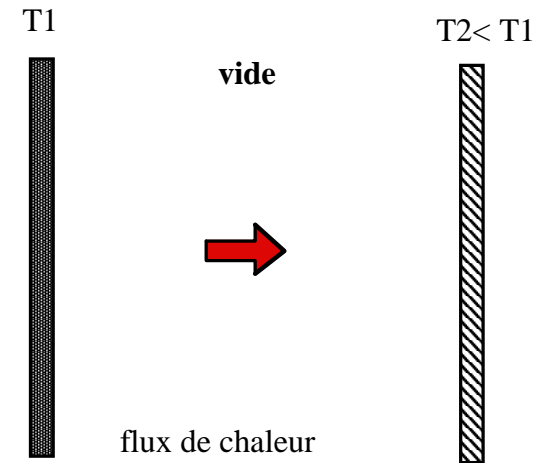
vide = minimiser les perturbations sur un faisceau en mouvement

Techniques du vide

Le vide et les détecteurs :



transfert de chaleur
par conduction ou convection

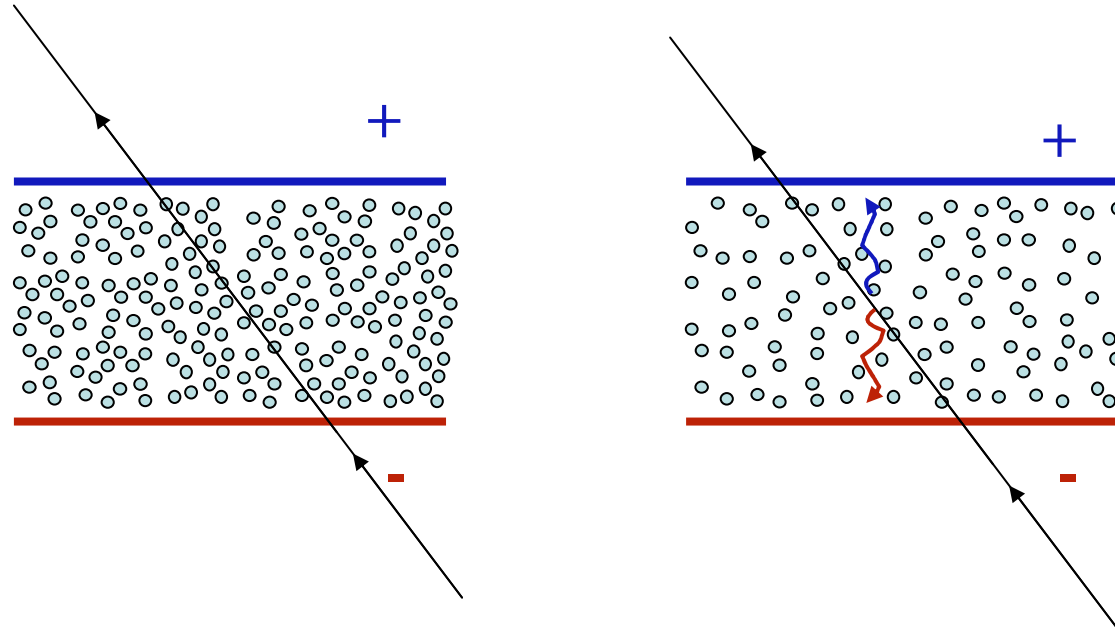


limitation du transfert

vide = isolation thermique

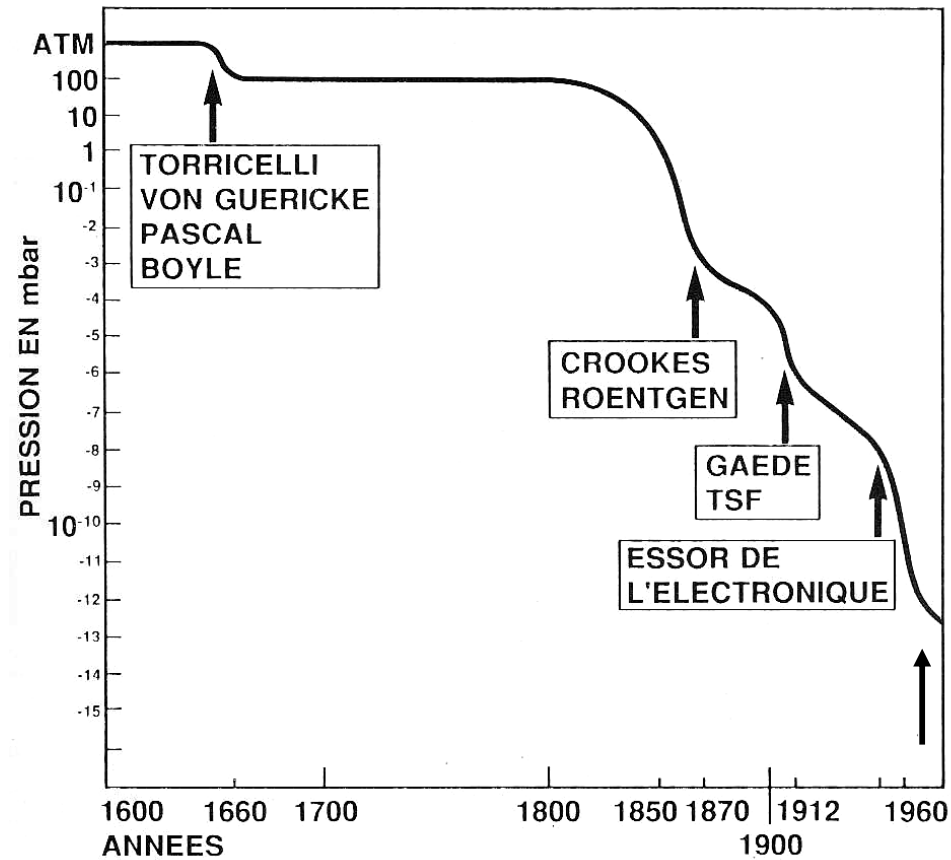
Techniques du vide

Le vide partiel et les détecteurs :



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

L'histoire du vide



Accélérateur de partic

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

La pression du 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 (m^2)

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})

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

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

$$P \cdot V = n \cdot R \cdot T$$

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 $N = 6,023 \cdot 10^{23}$ particules, quelque soit la nature du gaz,
et occupe un volume molaire de **22,4 litres** à 0°C (273,15 K) et $1,0135 \cdot 10^5 \text{ Pa}$ (1,0135 bar = 1 atm).

conditions normales :	0 °C et 1 atm
conditions standards :	15 °C et 1 atm

La connaissance des masses molaires d'un composant (table de Mendeleiv) suffit à évaluer sa densité à T et P connues

Ex : CO₂ masse molaire = $12 + 2 \cdot 16 = 44 \text{ g}$ pour 22,4 l $\Rightarrow 1,964 \text{ g/l}$ à 0°C et 1atm

- 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 mbar N₂ + 210 mbar O₂ + 9 mbar Ar + ...

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

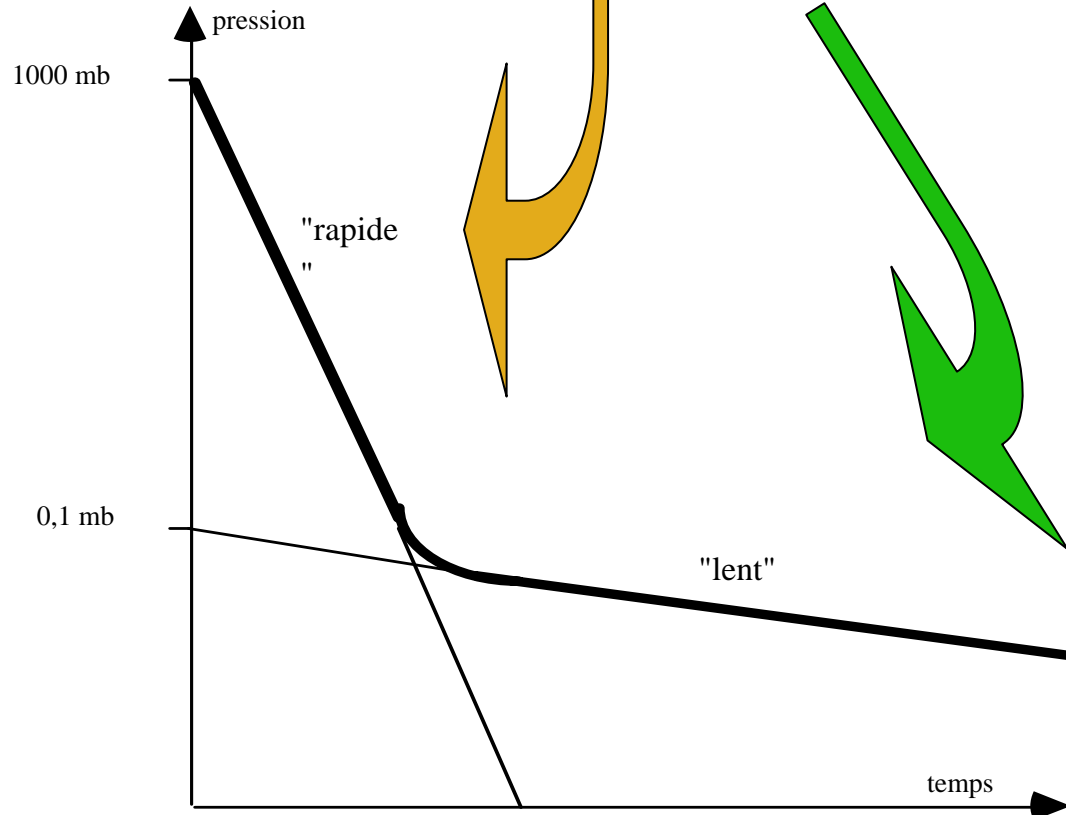
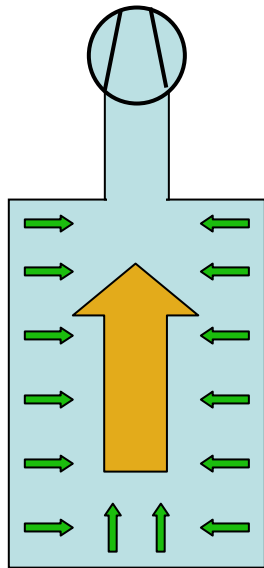
RECHERCHE	10 ⁻¹³		10 ⁻¹⁰		10 ⁻⁷				10 ⁻³			10 ⁰
Spectromètre de masse												
Source d'ions												
Accélérateurs de particules												
Microscopes électroniques												
Diffraction électronique												
Spectrographes sous vide												
Cryogénie												
Production couches 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 .

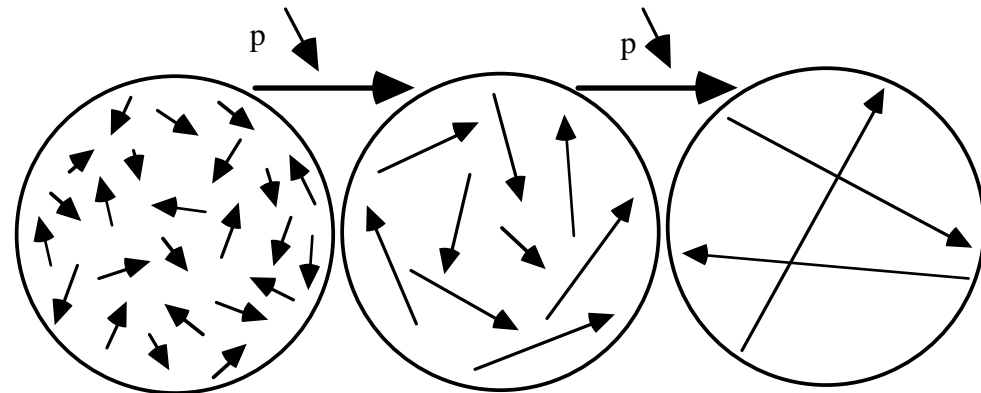
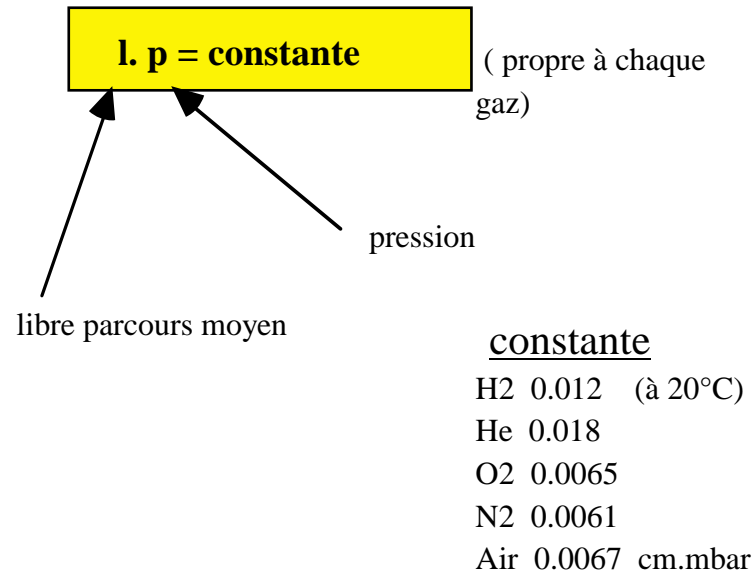
Si $p \downarrow$ alors $l \uparrow$

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

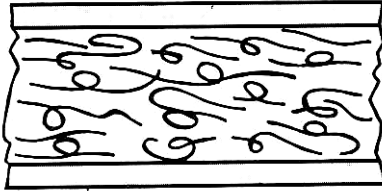
\Rightarrow interaction prédominante avec les parois

\Rightarrow régime moléculaire

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



Principaux régimes d'écoulement



Turbulent
 $Re > 3000$

(hors domaine du vide)

nombre de Reynolds :

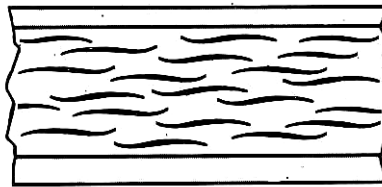
$$Re = \rho \cdot V \cdot D / \mu$$

ρ masse volumique $kg \cdot m^{-3}$

V vitesse $m \cdot s^{-1}$

D diamètre m

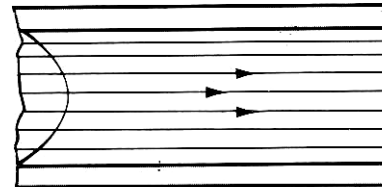
μ viscosité dynamique $Pa \cdot s$



Transition
 $1200 < Re < 3000$

(hors domaine du vide)

1, libre parcours moyen

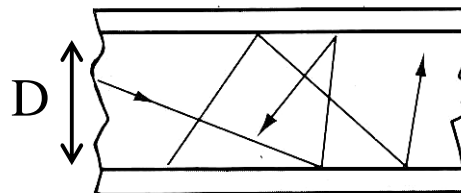


Laminaire (ou visqueux)

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

Pour l'air à 20°C, $p \cdot D > 0.7 \text{ mbar} \cdot \text{cm}$

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



Moléculaire

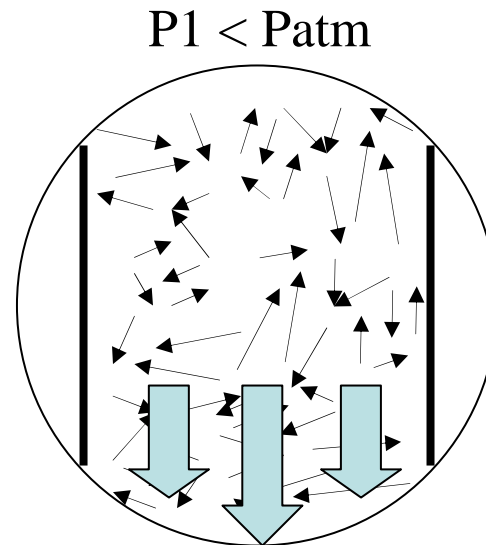
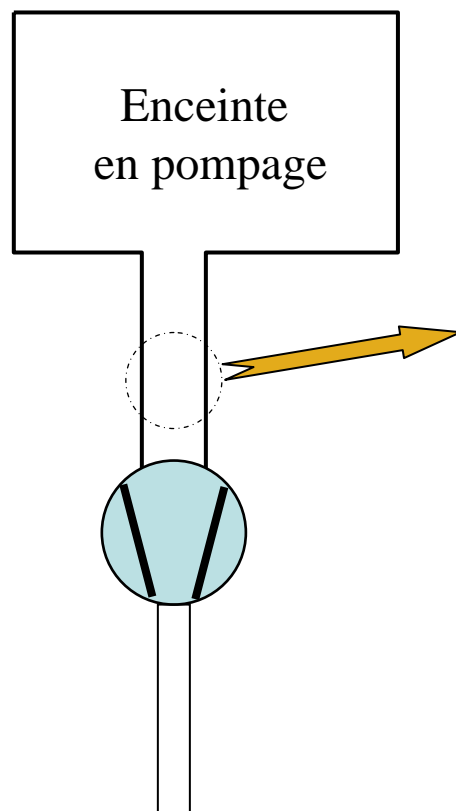
$l > D/3$

Chaque gaz se comporte comme si il était seul !

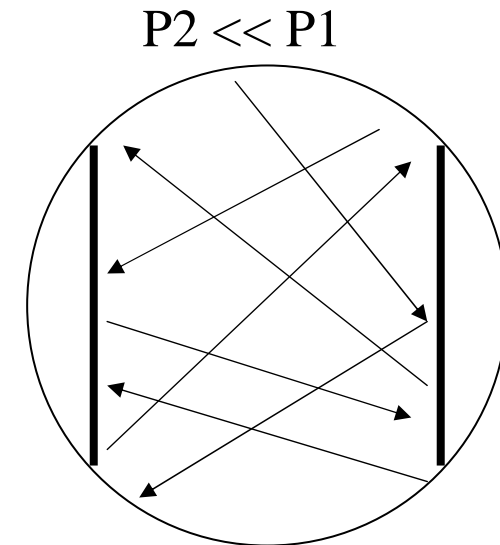
Pour l'air à 20°C, si $p \cdot D < 2 \cdot 10^{-2} \text{ mbar} \cdot \text{cm}$

=> régime moléculaire

Principaux régimes d'écoulement

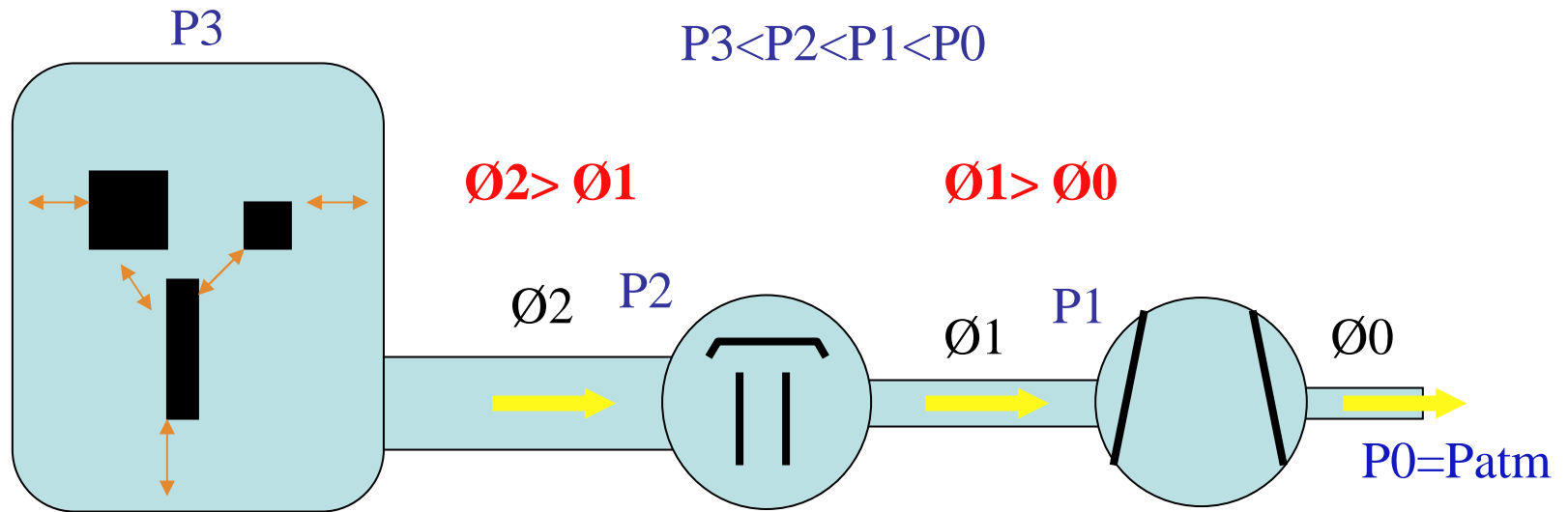


Début du pompage
= **régime laminaire**
où toutes les molécules
sont entraînées en inter-
férant individuellement
peu avec les parois



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 !!

Dimensionnement



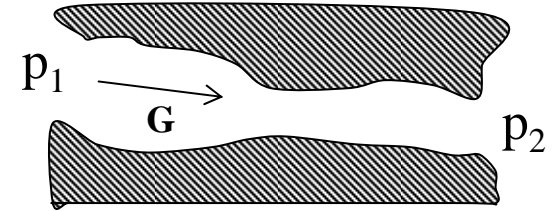
**1 - Circuits de pompage et espace dans enceinte
= géométries à mettre en cohérence**

**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 (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}

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

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

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

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

$$L_{\text{gaz}} = \alpha \cdot L_{\text{air}}$$

α laminaire

α moléculaire

H₂

2,1

He

0,93

H₂O

1,9

N₂

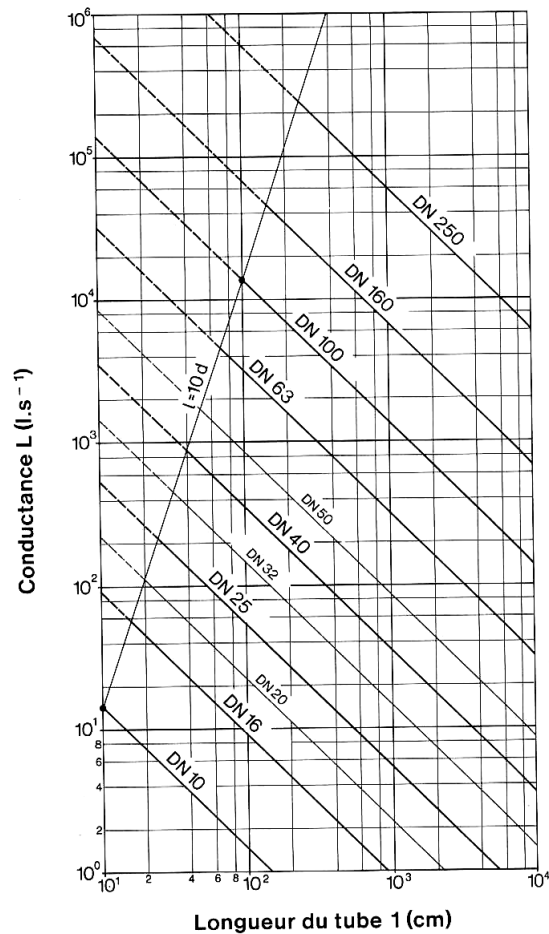
1,04

CO₂

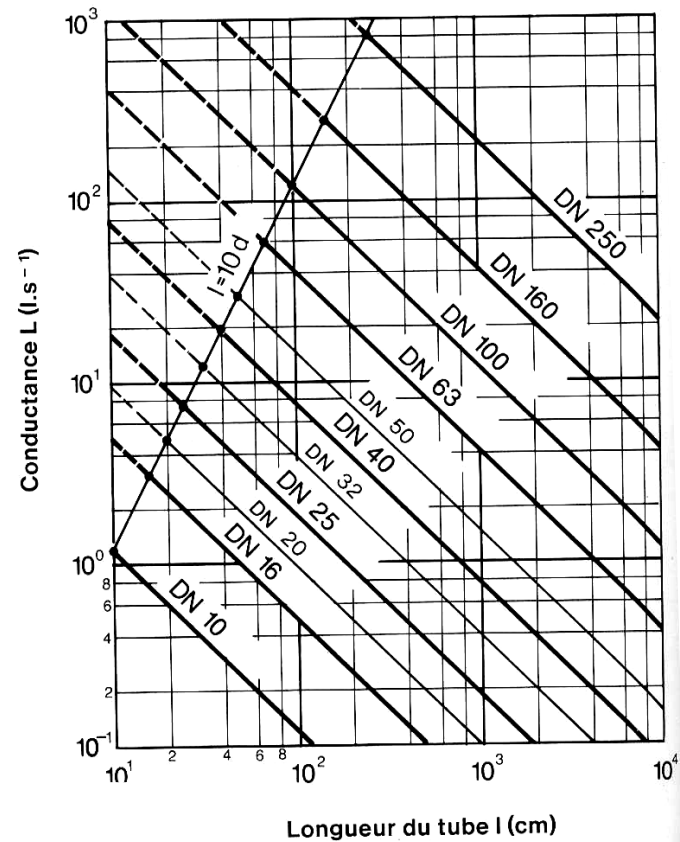
0,81

Conductance

Exemple d'abaques pour tubes de différents diamètres



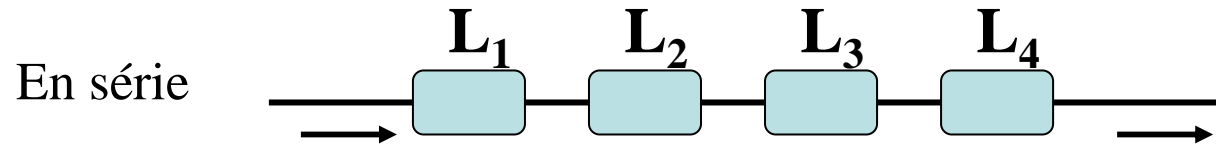
Écoulement laminaire air à 20°C
d.p > 0.7 cm.mbar



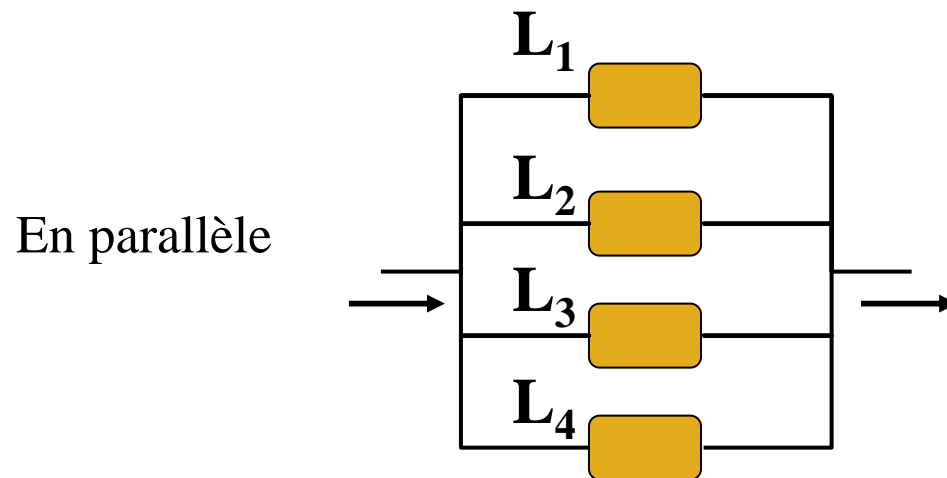
Écoulement moléculaire air à 20°C
d.p < 0.02 cm.mbar

Conductance

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

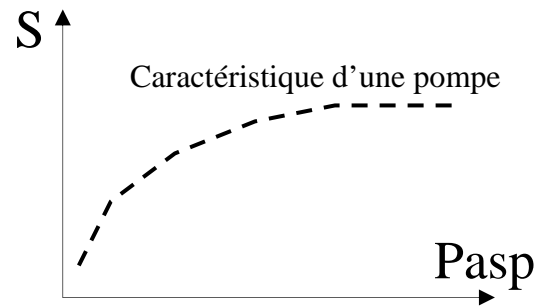


$$1/L_{\text{tot}} = 1/L_1 + 1/L_2 + 1/L_3 + 1/L_4$$



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

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

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

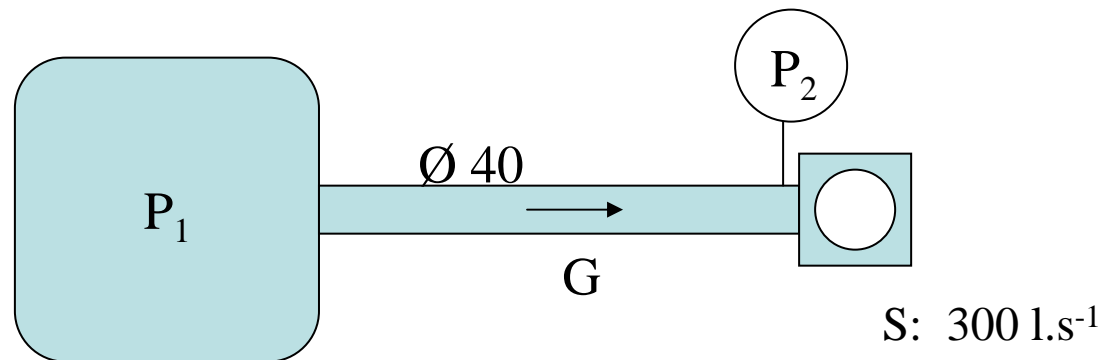
S en l.s⁻¹ (ou m³/h)

G en mbar.l.s⁻¹

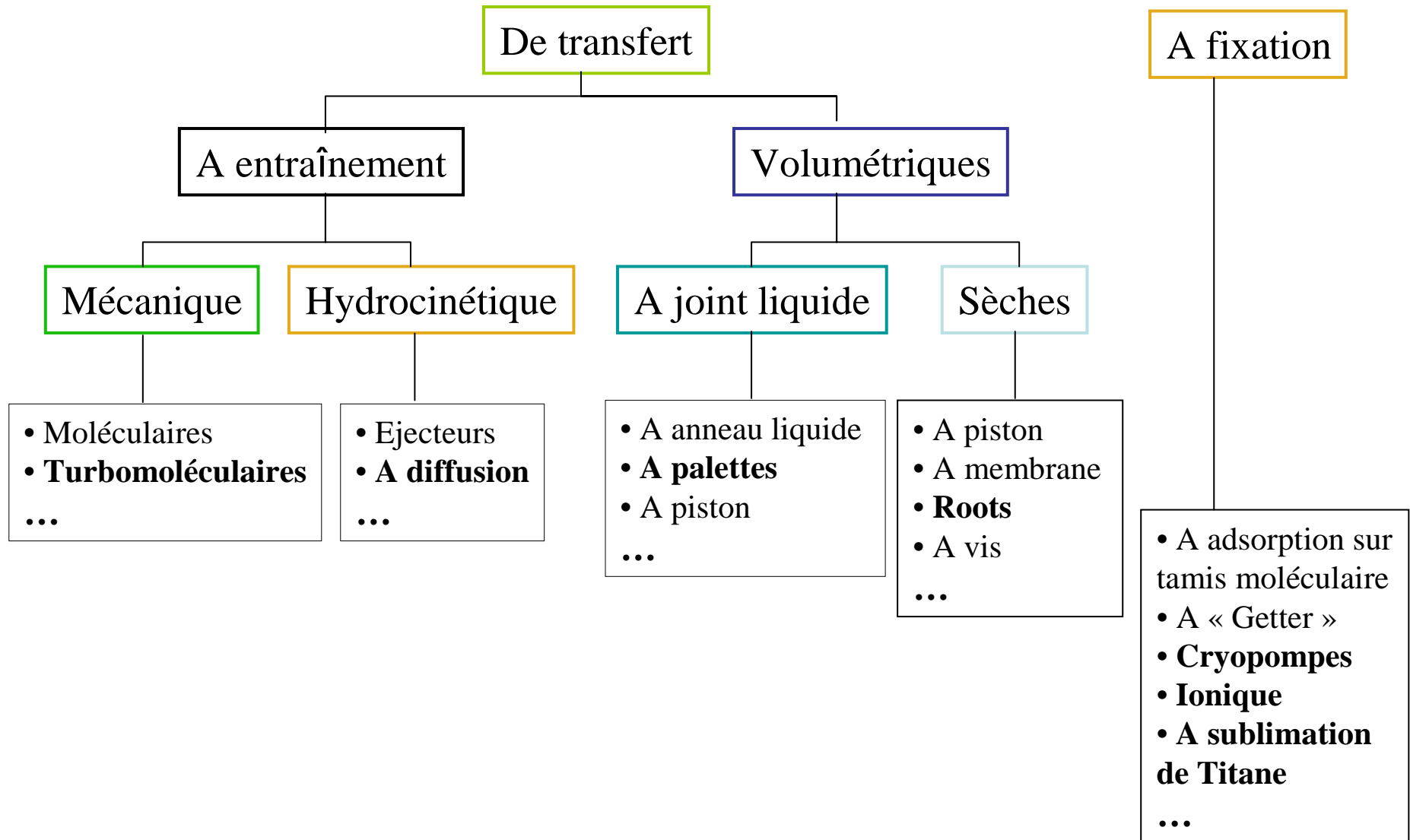
P_{asp} en mbars

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

ex : $p_2 = 10^{-5}$ mbars
 $\varnothing 40$, long 1m et $P.\varnothing < 2.10^{-2}$ mbars.cm $\Rightarrow L = 12,1.D^3/long$
 $L = 7.7$ l.s⁻¹ et $p_2 = 10^{-5}$ mbars
 $S = 300$ l.s⁻¹
 $G = 300 \times 10^{-5} = 3.10^{-3}$ mb.l.s⁻¹
 $\Rightarrow p_1 - p_2 = 3,9 \cdot 10^{-4}$ mb $\Rightarrow p_1 = 4.10^{-4}$ mbars !



Exemples de pompe à vide



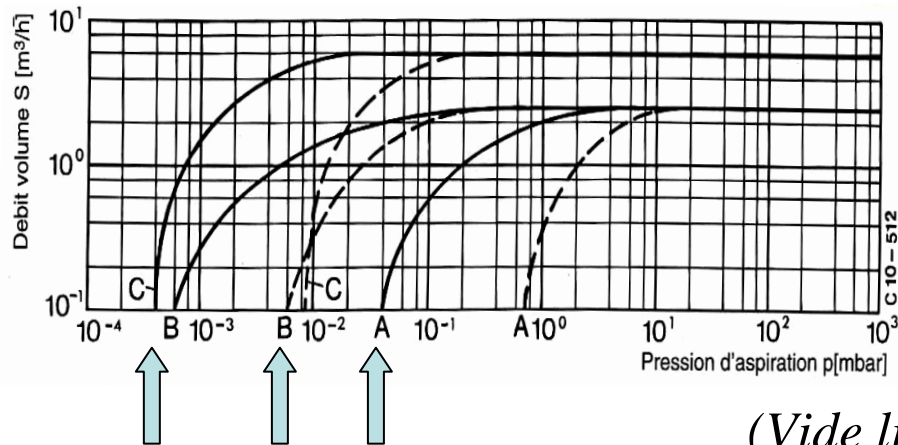
Pompe à palettes

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

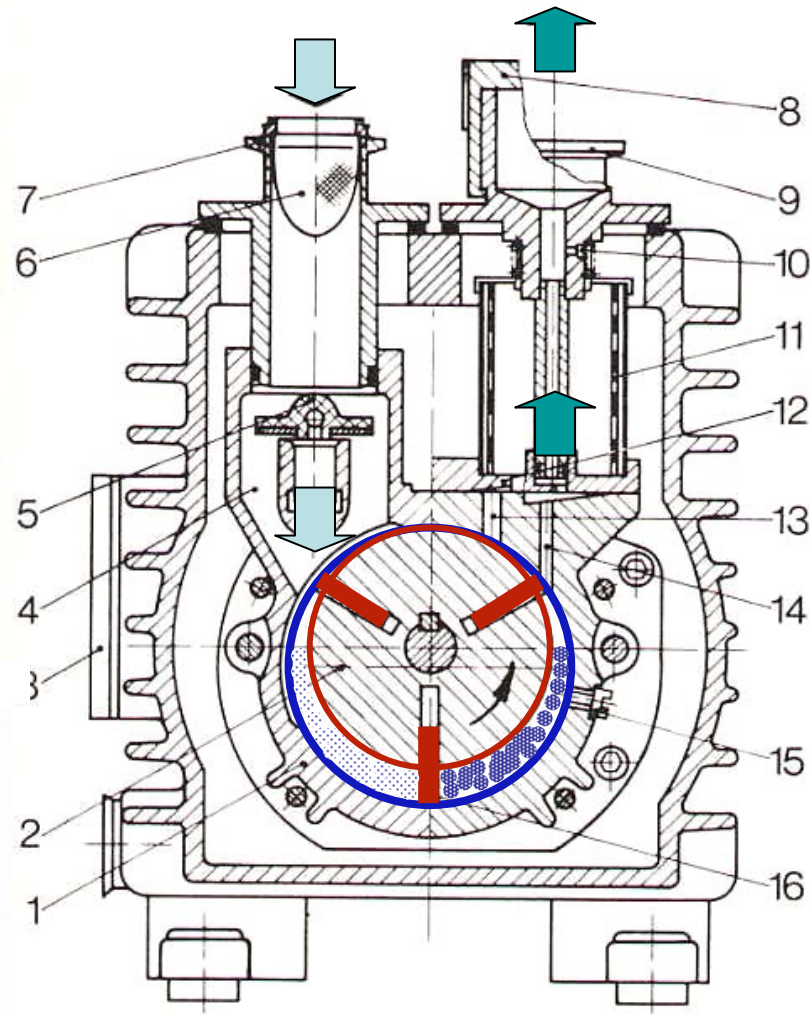
1 Corps de pompe. 2 Rotor. 7 Aspiration. 9 Refoulement. 11 Filtre à huile. 15 Injection d'huile. 16 Palette

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

Caractéristique débit-pression de pompes à palettes



Vide limite selon modèle



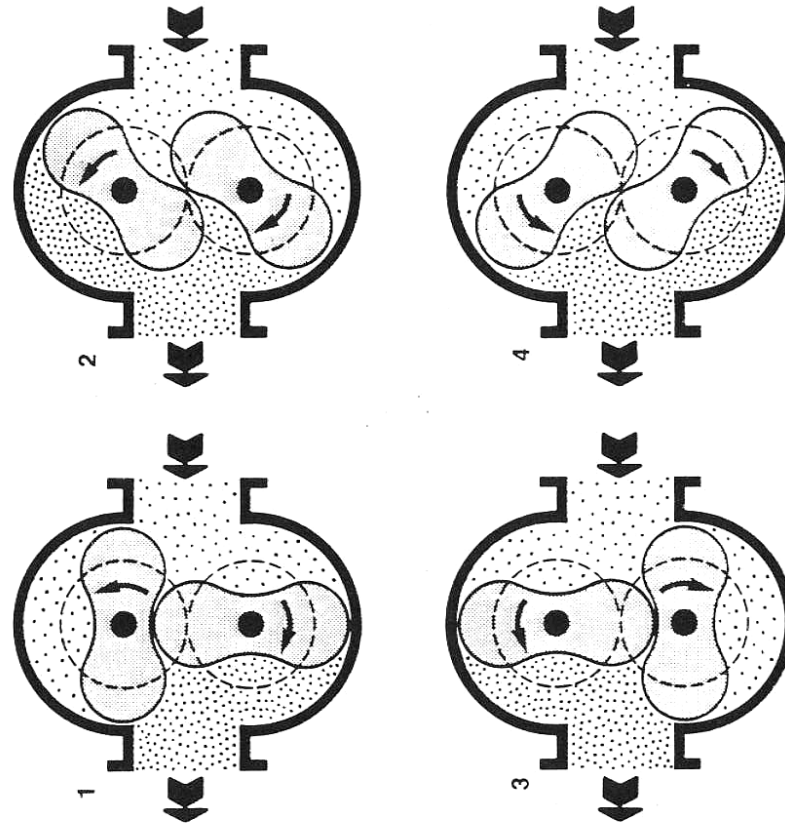
(Vide limite = pression d'aspiration à débit nul)

Volumétrique

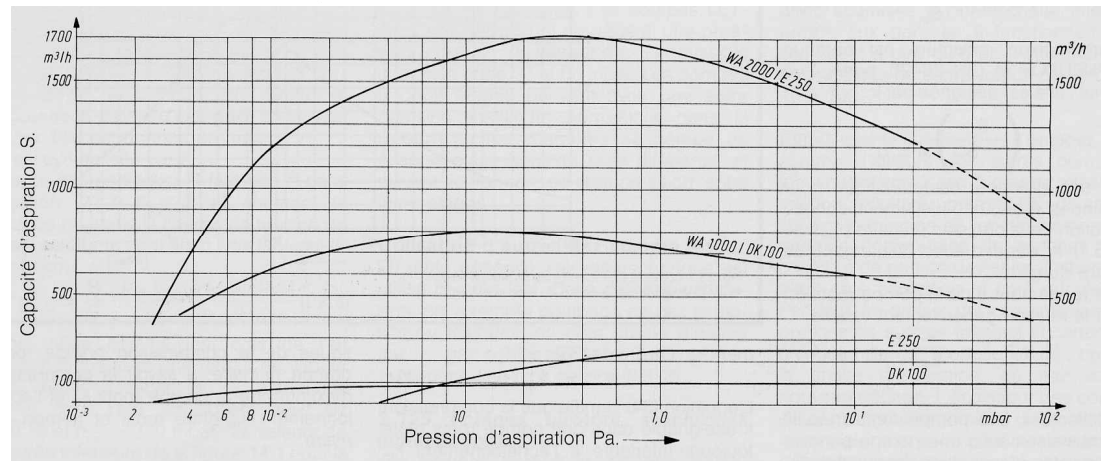
Pompe Roots

Simple, robuste, compacte et sèche.
Pour débit de gaz élevé.

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



Caractéristique débit-pression
d'une pompe Roots associée
en série avec une pompe à
palettes



Pompe à diffusion d'huile

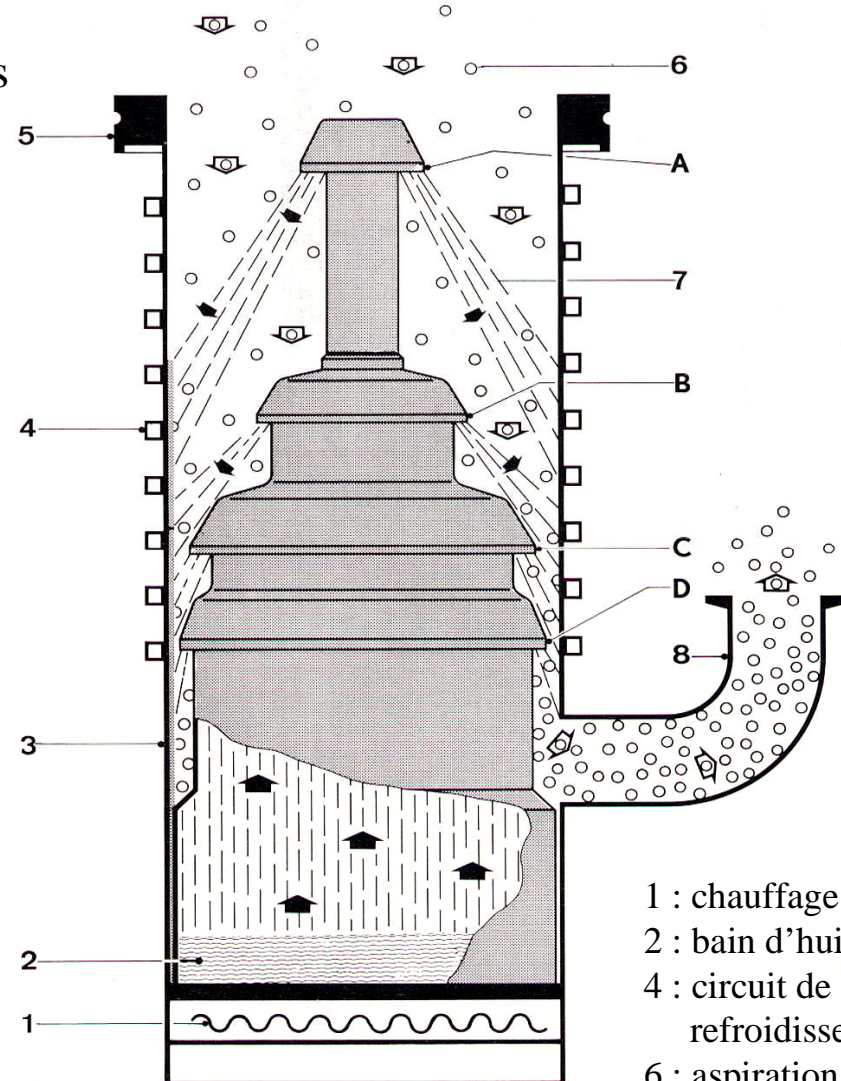
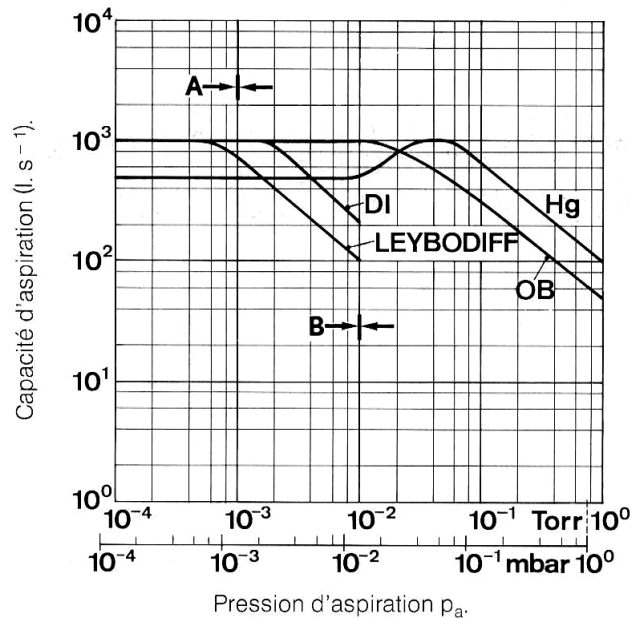
Entraînement des molécules de gaz par les jets d'huile (silicone à forte tension de vapeur vers 200°C)

Pas de pièce en mouvement ,
pas de vibration.

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

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

Caractéristique débit-pression d'une pompe à diffusion

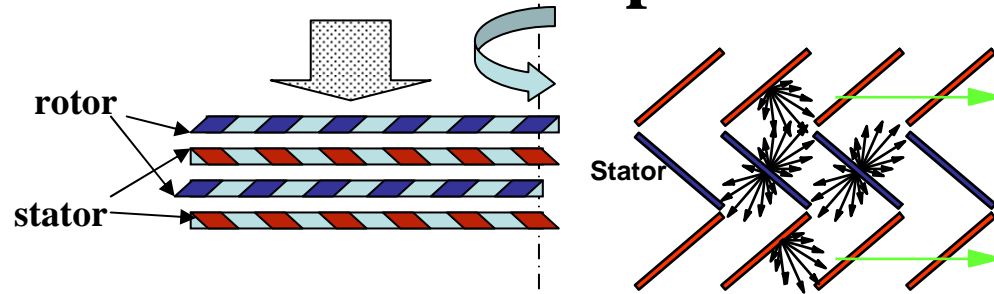


- 1 : chauffage
- 2 : bain d'huile
- 4 : circuit de refroidissement
- 6 : aspiration
- 7 : jets supersoniques de vapeur d'huile
- 8 : refoulement

**Nécessité d'un baffle refroidi
(H₂O ou LN₂)
pour éviter toute contamination en huile**

A entraînement

Pompe turbomoléculaire

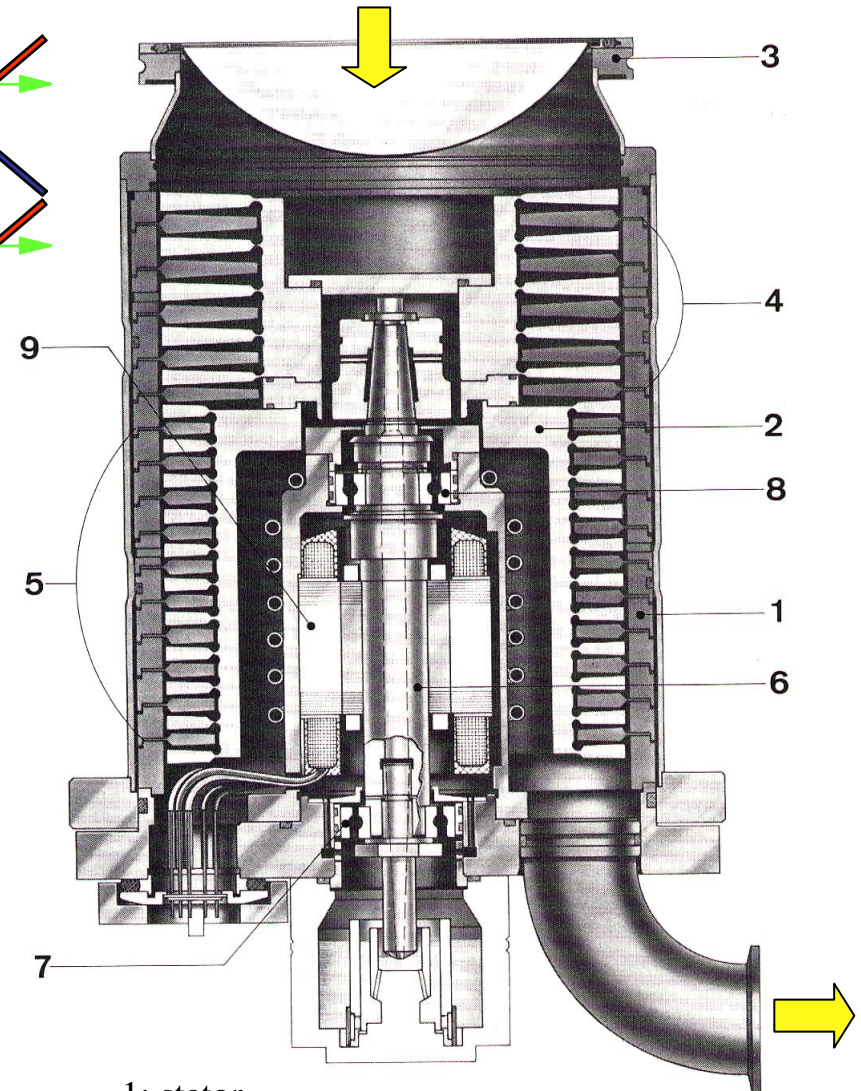
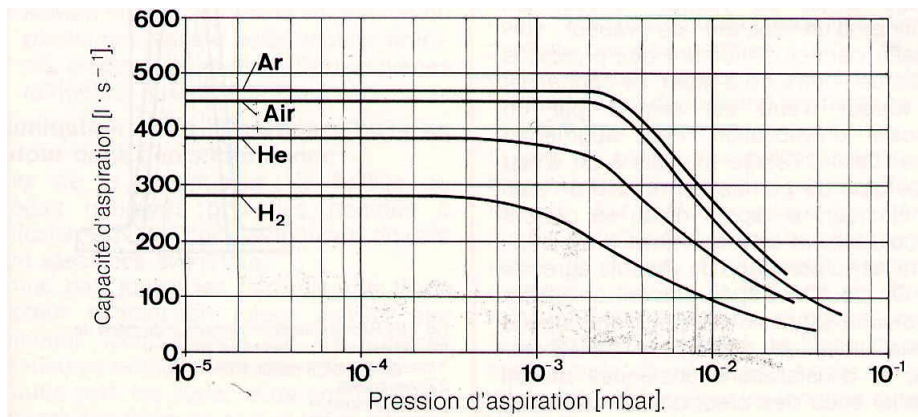


Entraînement des molécules de gaz par choc avec les pales à haute vitesse

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

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

Caractéristique débit-pression d'une pompe turbomoléculaire

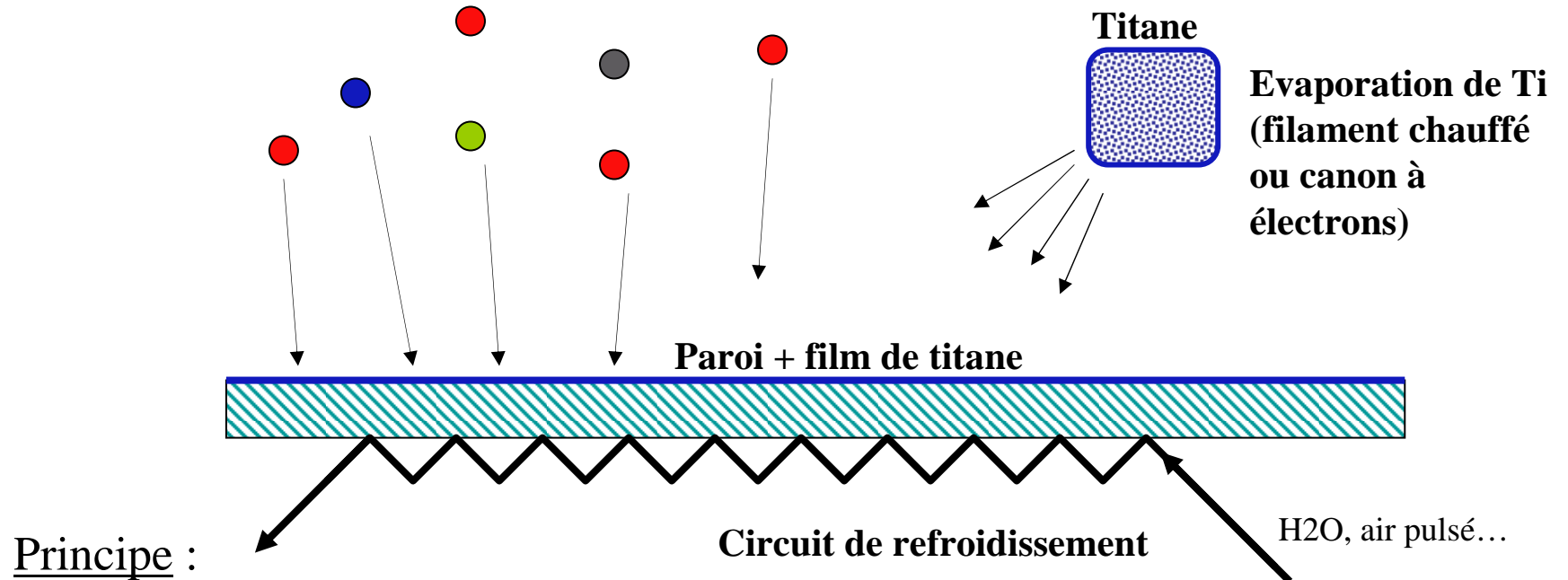


- 1: stator
- 2: rotor
- 7 et 8 : roulements
- 9: moteur électrique

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 (nitride N₂, hydrure 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.

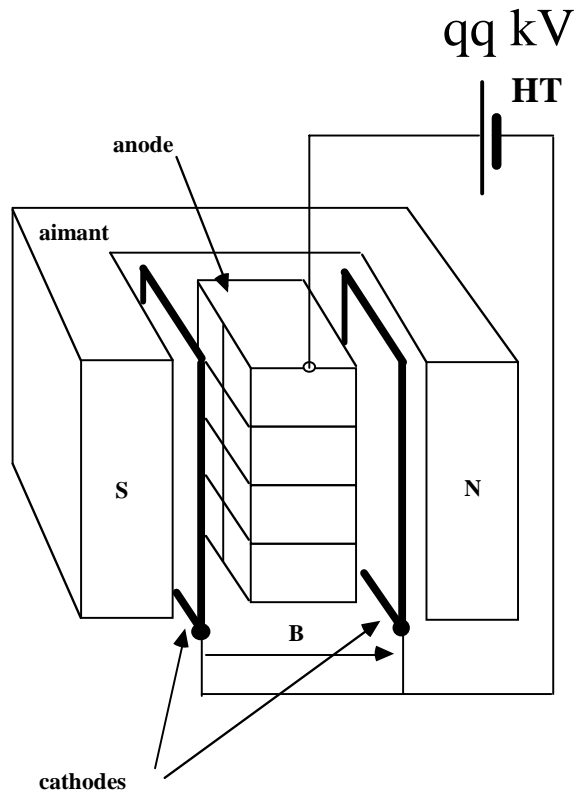


- sublimation du titane pour renouvellement du film
 - réaction des molécules gazeuses avec le film titane (“enterrements” des gaz neutres et création de composés stables pour les gaz actifs)
- ex: 1g/h de titane consommé = 2 à 3 mb.l.s-1 d’azote piégé soit environ 9 mg/h

Simple, grand débit ($P \ll 10^{-3}$ mbars)

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

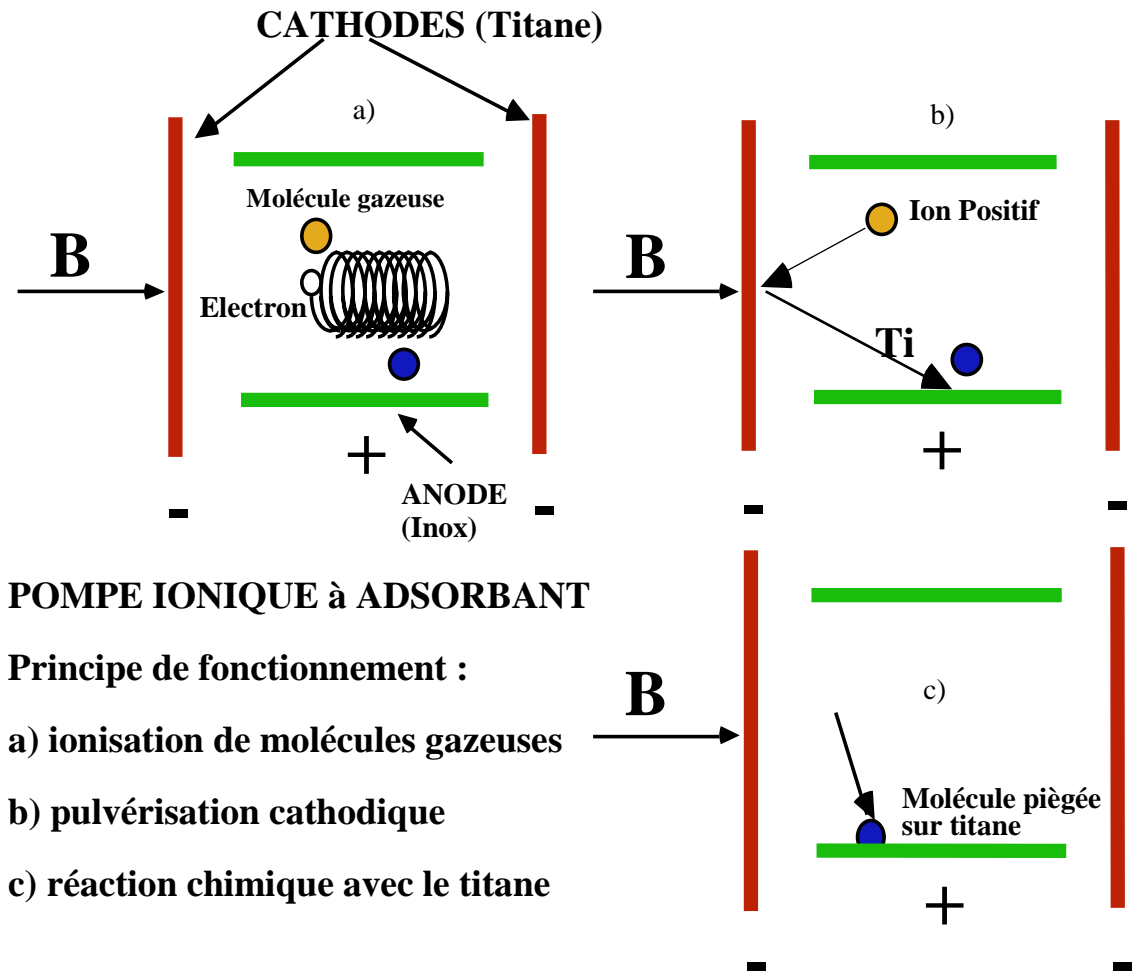
A fixation



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

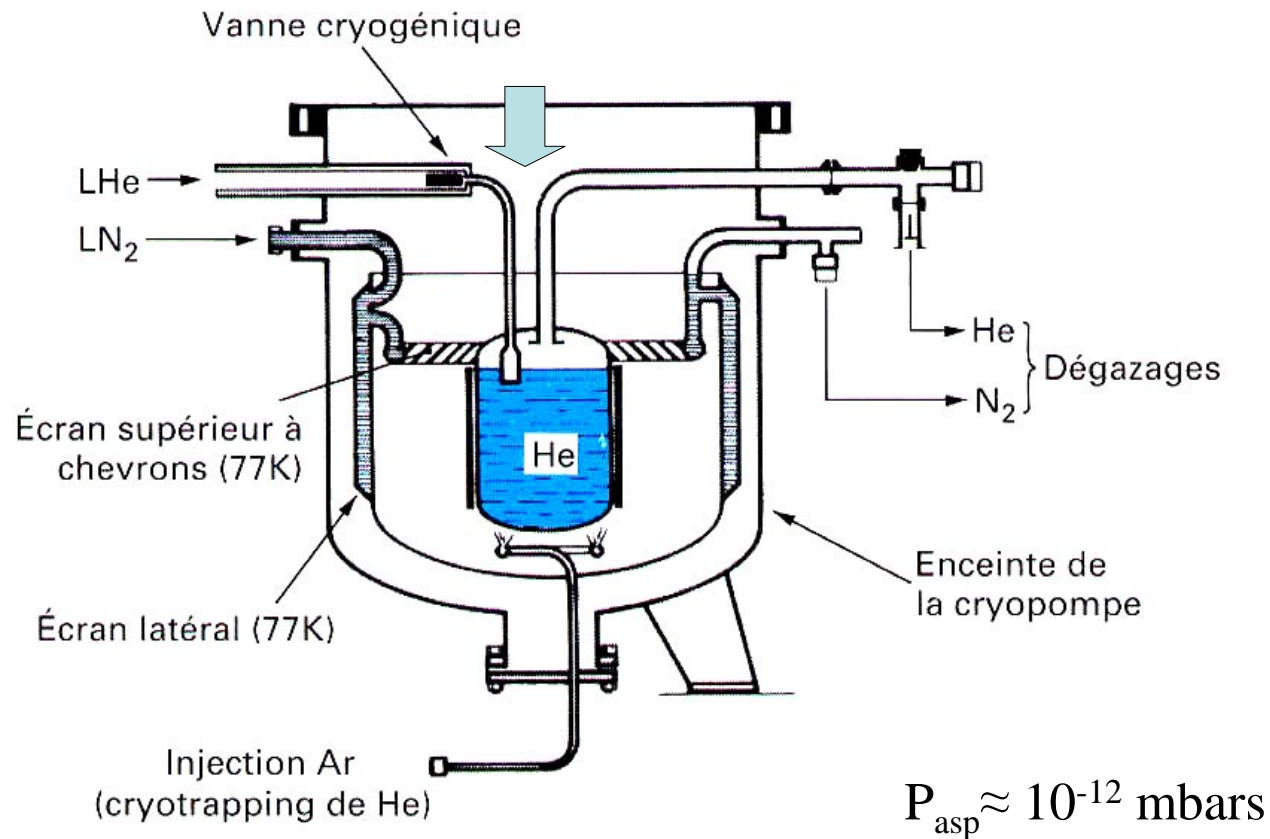
Ultravide ($P < 10^{-6}$ mbars)

Pompe ionique



A fixation

Cryopompe



Très fort débit ($>10^4$ l.s⁻¹), pas de vibration.

Démarrage à pression élevée (qq mbars)

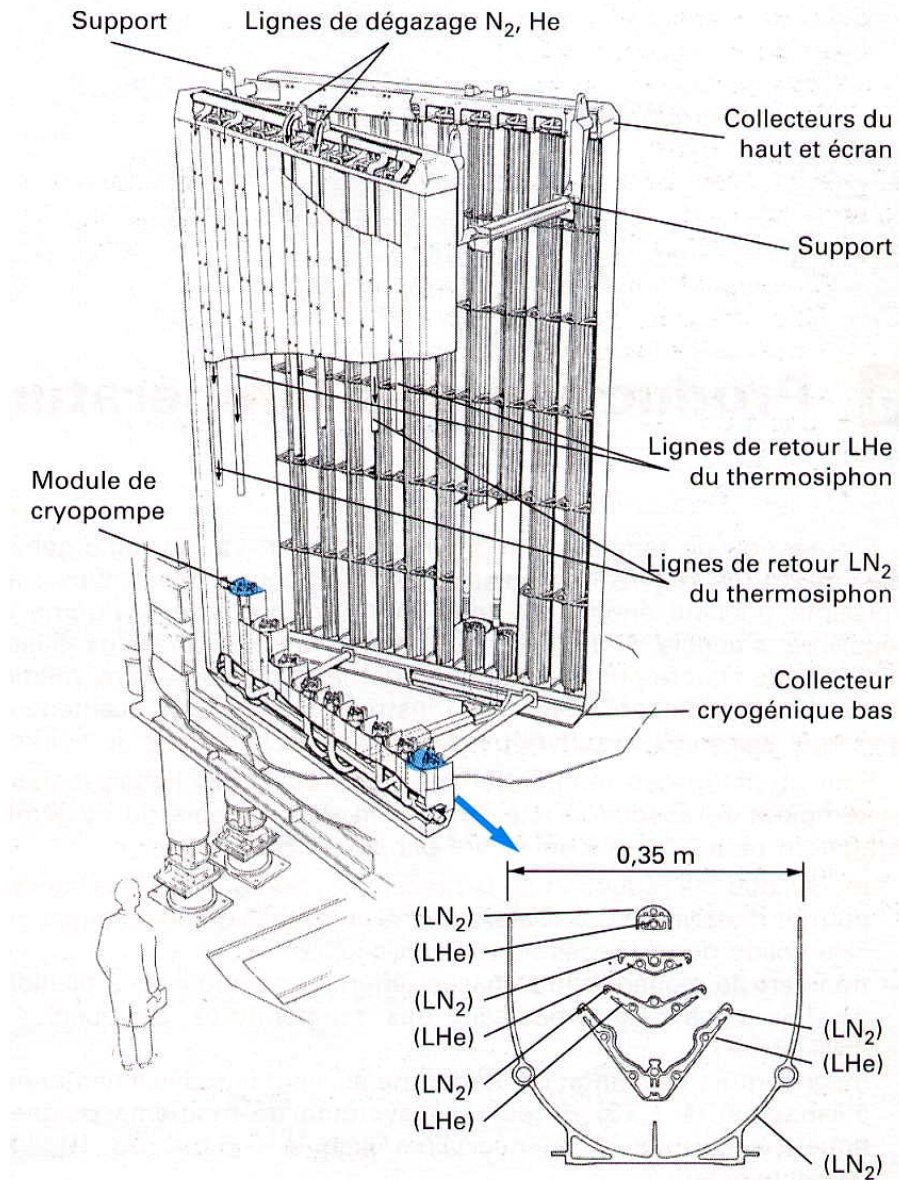
Compromis entre puissance de piégeage et consommation de fluide

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

!! Régénération obligatoire par réchauffage

A fixation

Exemple de Cryopompe



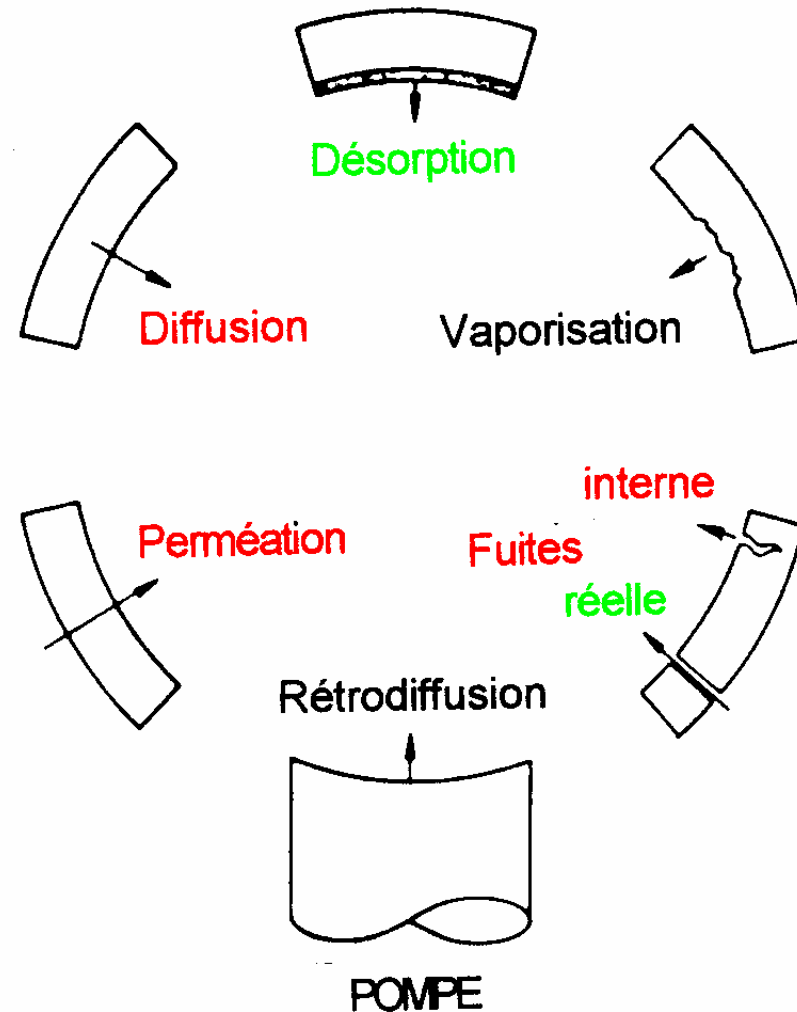
Cryopompe à grand débit en continu sur le réacteur de fusion thermonucléaire JET (GB).

- $8 \cdot 10^6 \text{ l} \cdot \text{s}^{-1}$ 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

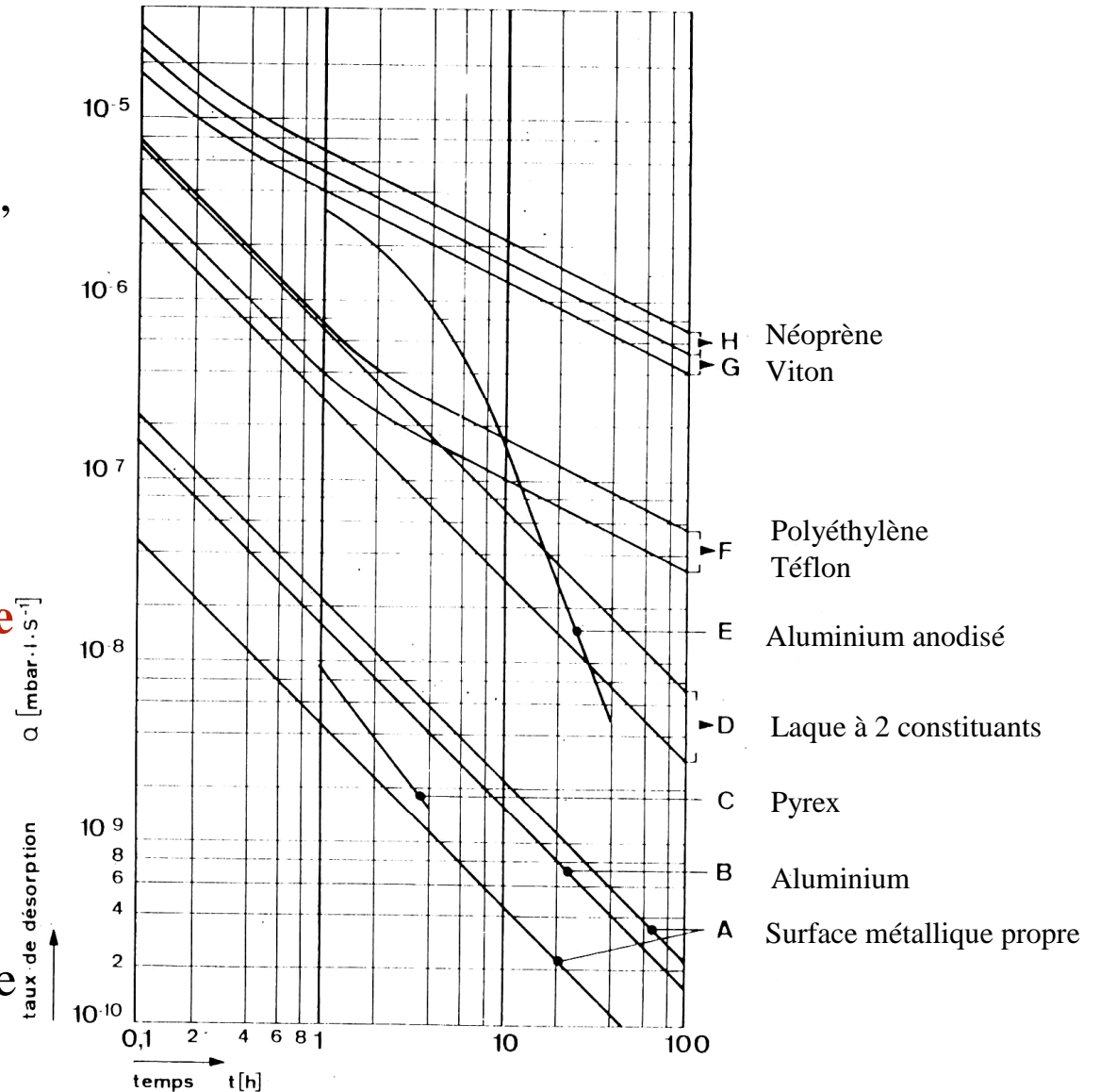
Approximativement, flux de dégazage indépendant de la pression

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** voire 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...).

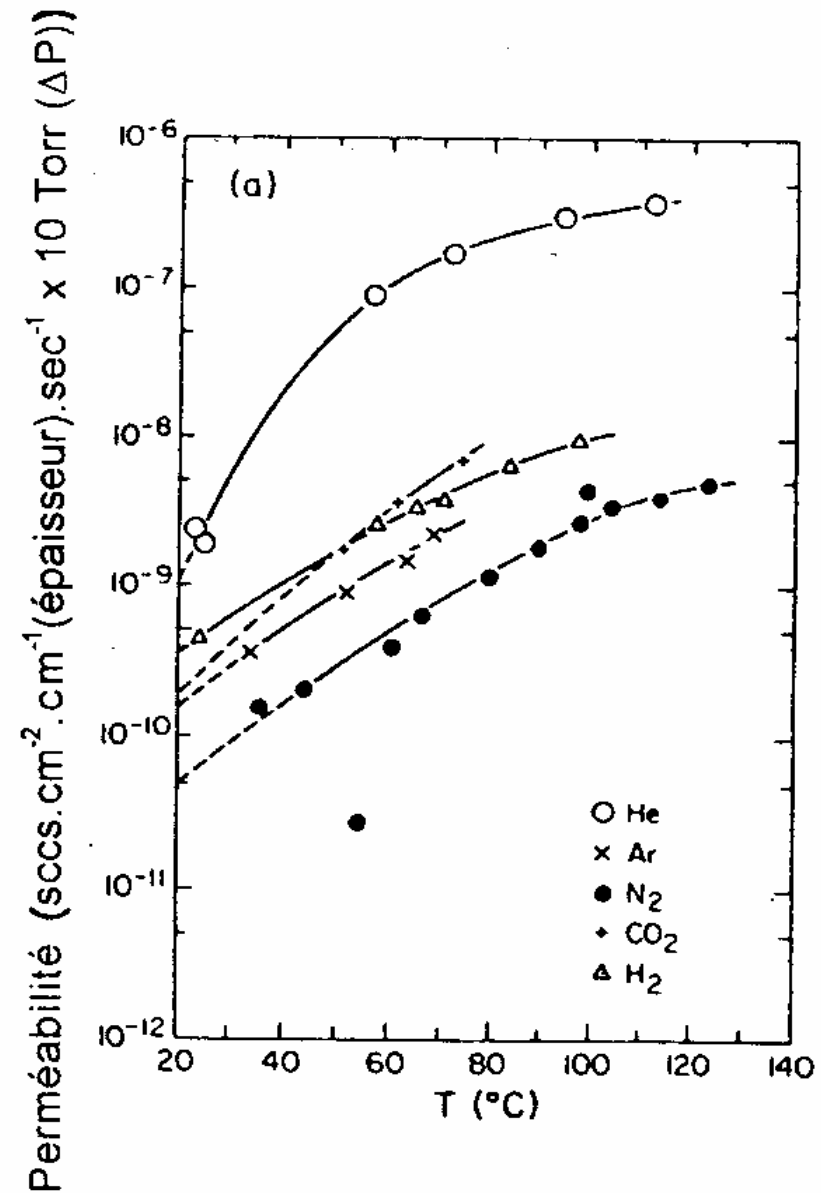
Dans les installations où l'on cherche des vides proches de l'**Ultra-vide**, il faut prévoir des **matériaux à très faibles pressions de vapeur saturante** (éviter les matériaux synthétiques et caoutchoucs) et qui puissent résister à des **cycles longs de dégazage** (plusieurs heures) à haute température. 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 (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.

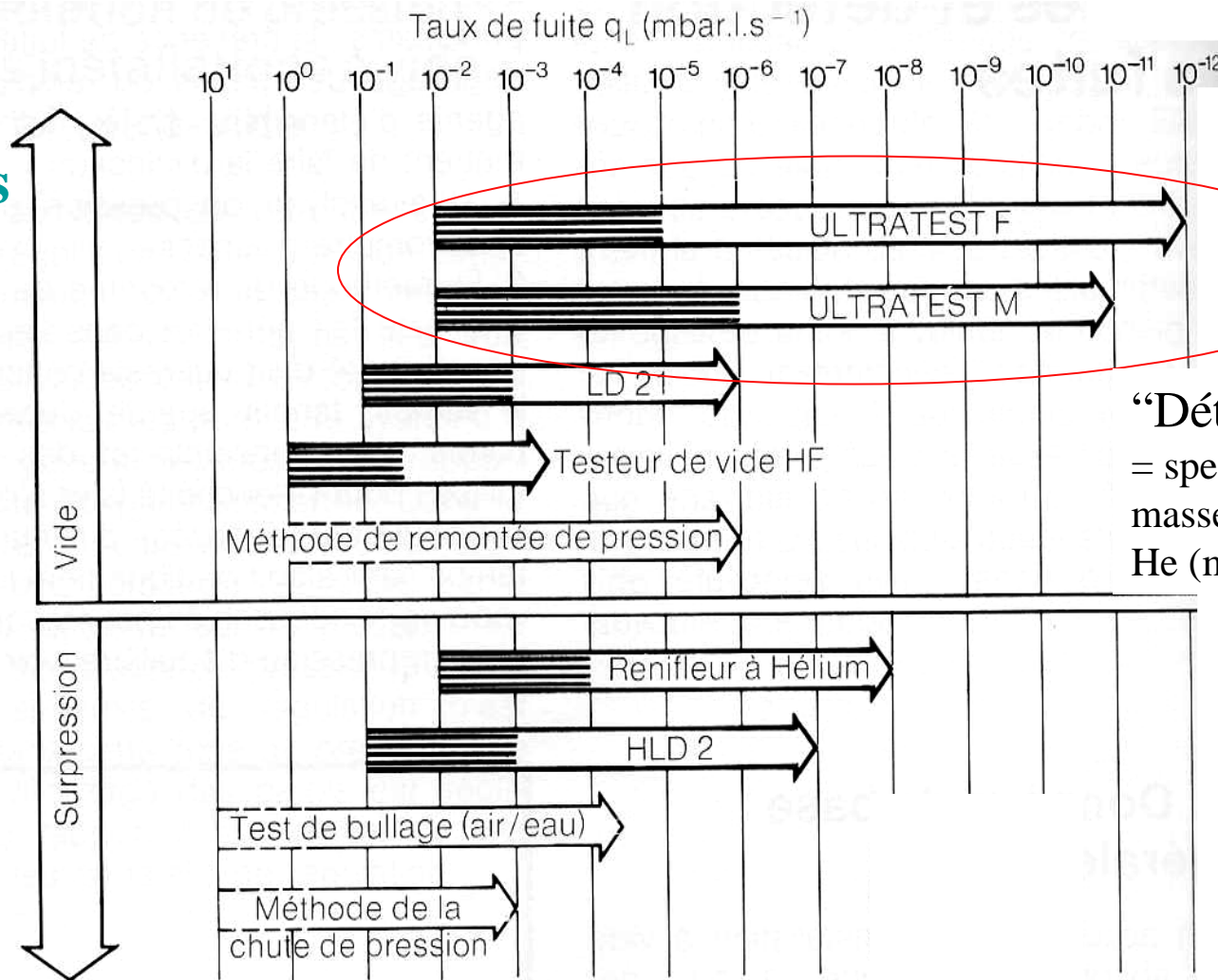
- l'unité habituelle de la fuite = mbar.l.s^{-1} ou $\text{Pa.m}^3.\text{s}^{-1}$ ($1\text{mbar.l.s}^{-1} = 0,1 \text{ Pa.m}^3.\text{s}^{-1}$)

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 :

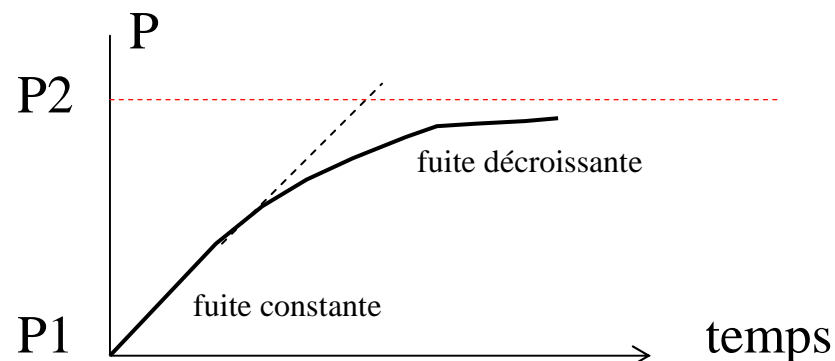
$$\tau = \Delta p \cdot V / \Delta t$$

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

Habituellement, τ s'exprime en **mb.l.s⁻¹**. Ces unités peuvent ramener ce débit mesuré à température ambiante à 10^{-6} Nm³.s⁻¹ donc implicitement à un débit massique (g.s⁻¹).

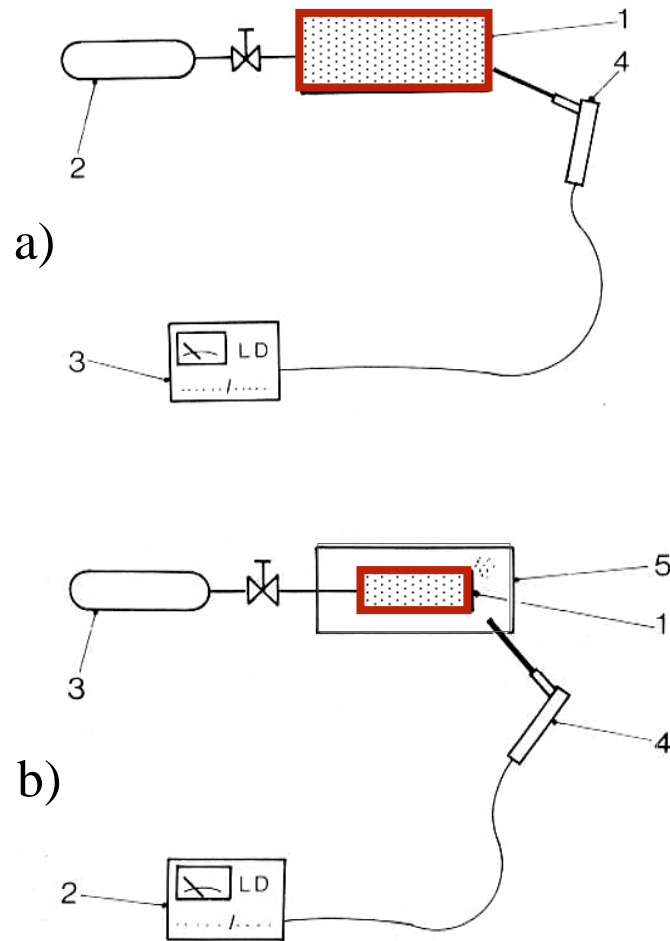
Pour mesure une **fuite constante** et maximum, il faut conserver au moins un **facteur 2 entre les pressions de chaque côté de la fuite (pour conditions de T constantes)**.

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

En pression

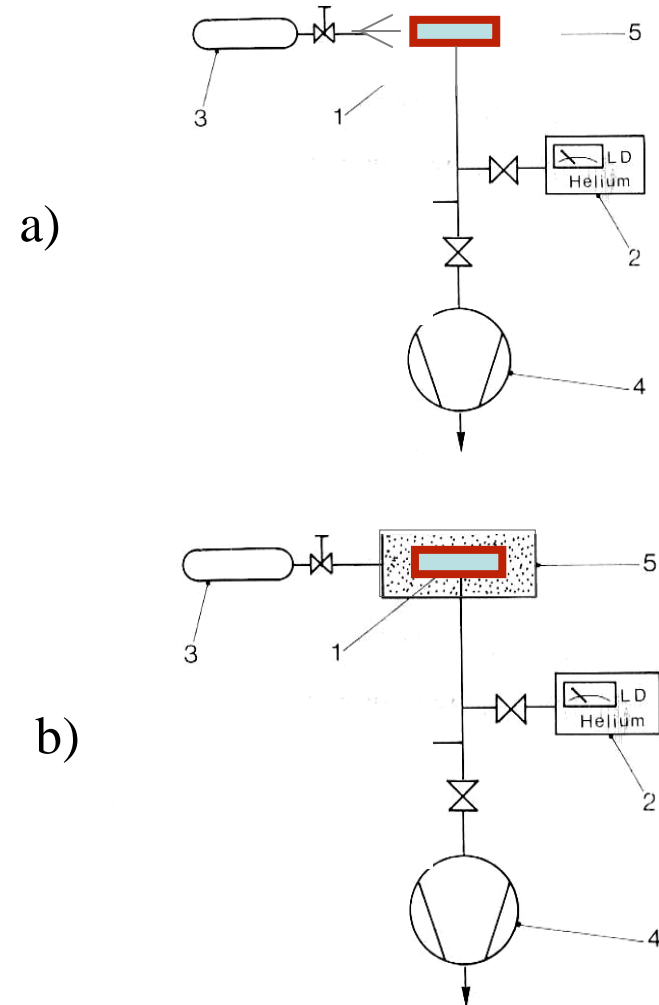


Test **par reniflage** avec détecteur He

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