

He

Ne

Ar

Kr

# Techniques du Vide : Notions de base et bonnes pratiques

**R.LEVALLOIS**

**14<sup>ème</sup> journées d'échanges du réseau des plasmas froids**

**15 octobre 2018 – La rochelle**

- **Généralités**
- **Éléments de théorie**
- **Technologies du Vide / Bonnes pratiques**

- **Définition du Vide :**

*Espace où les particules matérielles sont fortement raréfiées ( $P < P_{\text{atmosphérique}}$ )*

- **Techniques du Vide :**

*Technologies mises en œuvre pour obtenir et maintenir des pressions  $< P_{\text{atm}}$*

Vide grossier, vide moyen, vide poussé, ultra-vide...

# L'échelle du vide

Par Olivier Néron de Surgy

ATMOSPHERE AU NIVEAU DE LA MER



EMBALLAGE SOUS VIDE



TRAITEMENT DU BOIS DE CONSTRUCTION

MOULAGE DES PLASTIQUES



EMBOUTEILLAGE



MÉTALLURGIE DU SILICIUM



TOKAMAK FUSION THERMONUCLEAIRE CONTRÔLÉE



ESPACE INTERGALACTIQUE : 10<sup>-24</sup> HPA

POMPE TURBOMOLÉCULAIRE



ACCELERATEURS DE PARTICULES

Technologies « transverses » : Domaines d'application très étendus



ALTITUDE DE CROISIERE D'UN JUMBO JET (12 000M)



LAMPE A VIDE



ATMOSPHERE AU SOMMET DU MONT BLANC



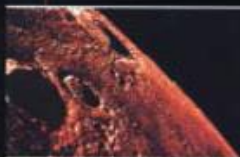
REFRIGERATEURS DOMESTIQUES



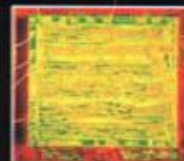
ANTI-REFLETS SUR LUNETTES



MÉTALLISATION DES DISQUES COMPACTS



ATMOSPHERE A LA SURFACE DE LA LUNE



FABRICATION DE CIRCUITS INTEGRÉS PAR EPITAXIE MOLÉCULAIRE

VALEUR MAXIMALE ATTEINTE ARTIFICIELLEMENT



LA PRESSION D'UN GAZ  
La pression d'un gaz correspond à l'effet moyen des chocs des molécules, en agitation permanente, sur la paroi de l'enceinte. Passer d'un ordre de grandeur à l'autre sur l'échelle de pression ci-dessus revient à ne garder qu'une molécule sur dix.



NOTRE GALAXIE

SCIENTES AVENIR

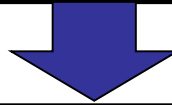
La pression :

$$P = \frac{F}{S}$$

*F* : Force (N)

*S* : surface (m<sup>2</sup>)

*P* : pression (Pa)



Unité de pressions

$$100 \text{ N/m}^2 = 100 \text{ Pa} = 1 \text{ hPa} = 1 \text{ mbar} = 0,75 \text{ Torr (mmHg)}$$

1<sup>ère</sup> contrainte :

1kg/cm<sup>2</sup> si  $\Delta P$  de 1bar

→ dimensionnement des équipements en conséquence

$$PV = NkT = nRT$$

**R** : cst gaz parfait  $8,314 \text{ J.mol}^{-1}\text{K}^{-1}$

**k** : cste de Boltzmann :  $k = 1.38.10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$

**n** : nombre de mole

**N** : nombre de molécules

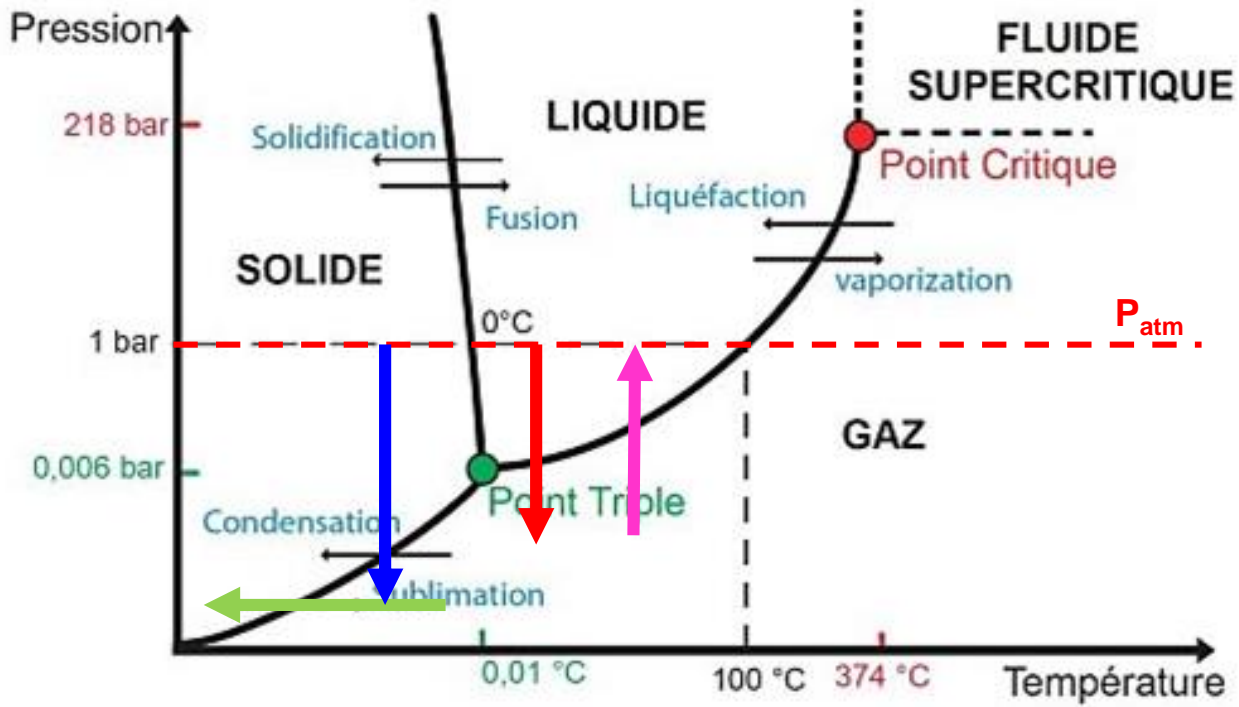
$N$  à la  $P_{\text{atm}} \Rightarrow 2,5.10^{19} \text{ molécules/cm}^3$

$N$  à  $10^{-6}\text{mbar} \Rightarrow 2,5.10^{10} \text{ molécules/cm}^3$

Pression dépendra :

- de la température
- des changements de volume

# Changement de phase sous vide



**Utilisation de corps non volatils (à basse tension de vapeur) aux températures d'utilisation (graisses, huiles,...)**

*Diagramme de phases de l'eau*

**Descente sous vide, dans l'enceinte :**

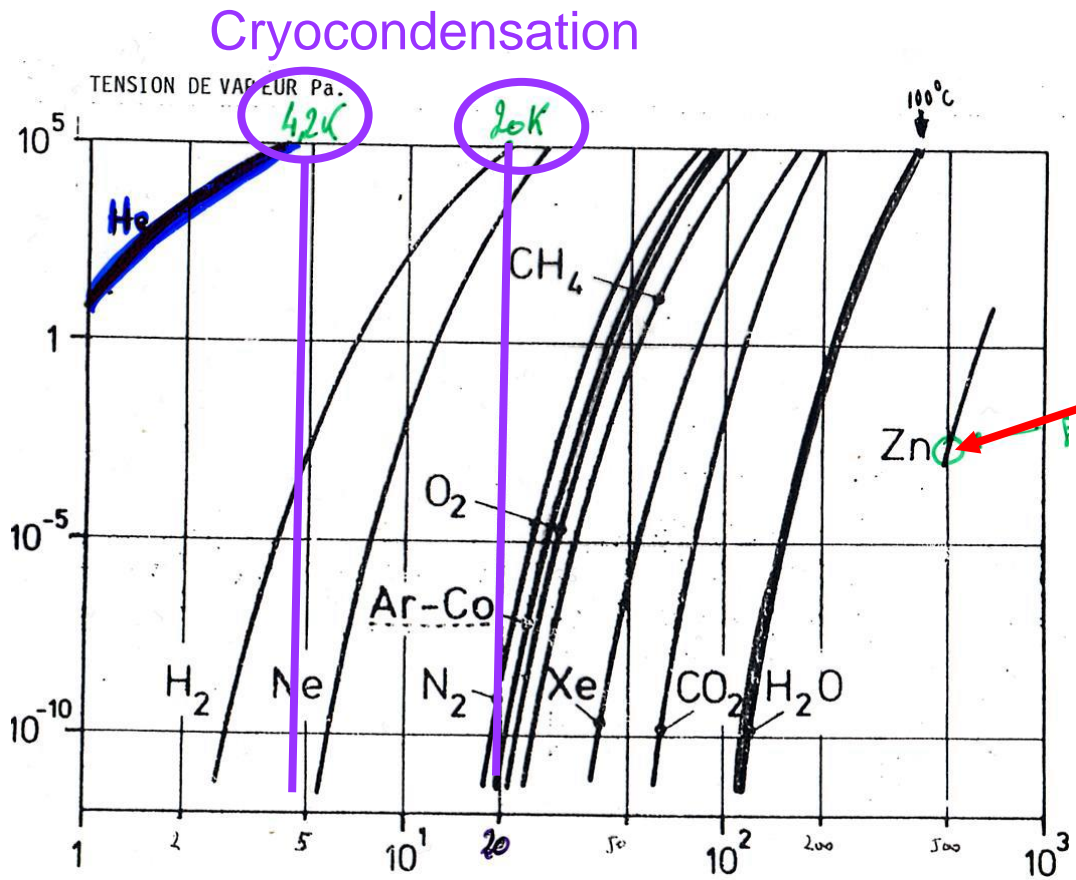
- ➔ **Evaporation**
  - ➔ **Sublimation**
  - ➔ **Condensation -> pompage**
- } Flux énorme de gaz + pollution !!!

**Attention lors du pompage :**

- ➔ **Liquéfaction dans la pompe**  
-> pollution / dégradation

# Pression de vapeur saturante

**Pression de vapeur saturante** : pression à laquelle la phase gazeuse d'une substance est en équilibre avec sa phase liquide ou solide à une température donnée dans un système fermé.



Zn : 10<sup>-5</sup> hPa/200°C  
idem pour Mg à 290°C

Rq : Laiton -> Cu + Zn



# Vitesse

Vitesse probable :

$$V_0 = \sqrt{\frac{2RT}{M}}$$

Vitesse quadratique moyenne

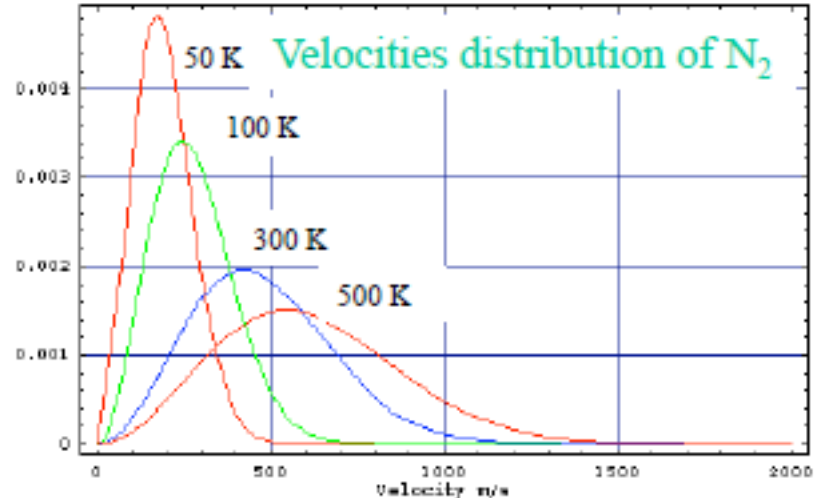
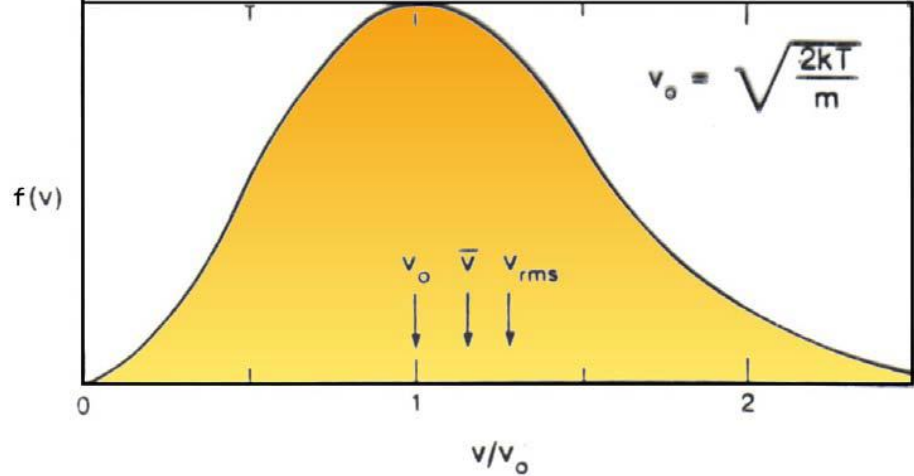
$$V_{rms} = \sqrt{\frac{3RT}{M}}$$

Vitesse moyenne

$$V_m = \bar{V} = \sqrt{\frac{8RT}{\pi M}}$$

	Kr	≈ 270 m/s
A 20°C	N <sub>2</sub>	≈ 470 m/s
	H <sub>2</sub>	≈ 1760 m/s

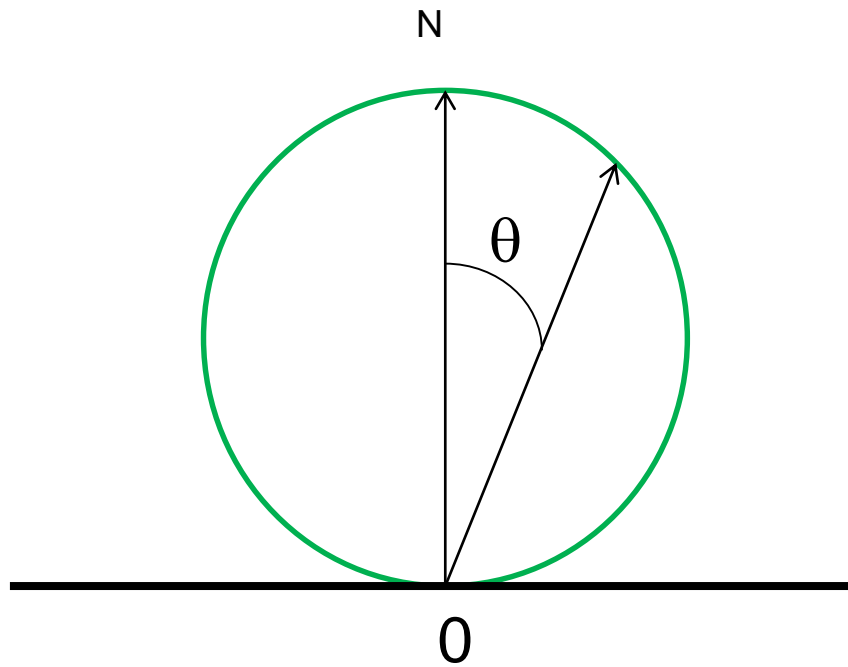
## Distribution de Maxwell Boltzman



# Chocs

**Chocs de Knudsen** : la molécule se fixe pendant un temps très court sur la surface puis se libère en perdant la mémoire de sa direction et de sa vitesse avant le choc.

**Réémission** : suivant la loi du cosinus



**Temps de séjour (Frenkel) :**

$$\tau = \tau_0 e^{\frac{E}{RT}}$$

$\tau_0$  : oscillation ( $10^{-13}$  s à  $20^\circ\text{C}$ )

**E** : énergie de liaison

Si  $E < 20\text{kcal/mol}$  (exl :  $\text{N}_2$ , Ar, ...)   
 => réémission rapide

Si :  $20 < E < 25$  kcal/mol (exl  $\text{H}_2\text{O}$ )   
 ( $80\text{s} < \tau < 5\text{j}$ )

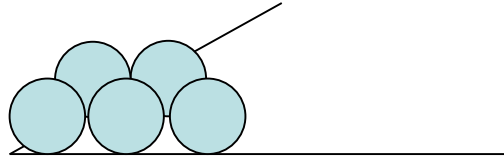
Si  $E > 25\text{kcal/mol}$  ( $\text{H}_2$  sur Fe,...)   
 => Réémission très lente

Si  $T \nearrow, \tau \searrow$  => si suffisant : **étuvage**

Si  $T \searrow, \tau \nearrow$  => si suffisant : **piégeage**

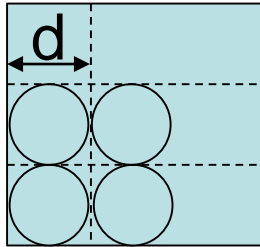
# Temps de formation d'une monocouche

But : définir un cas idéal, pour apprécier la propreté d'une surface (en terme de quantité de gaz)



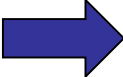
$$\tau = \frac{\text{nb de molécules formant une monocouche}}{\text{nb de chocs par unité de surface}} = \frac{\mu}{\gamma}$$

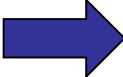
- la molécule sphérique, d'un diamètre  $d$  et pour un arrangement atomique parfait



Pour une surface unitaire :  $\mu = \frac{1}{d^2}$

- Taux d'incidence donné par  $\gamma = \frac{1}{4} \cdot N \cdot V_m$

  
 $\tau = \frac{4}{N V_m d^2}$



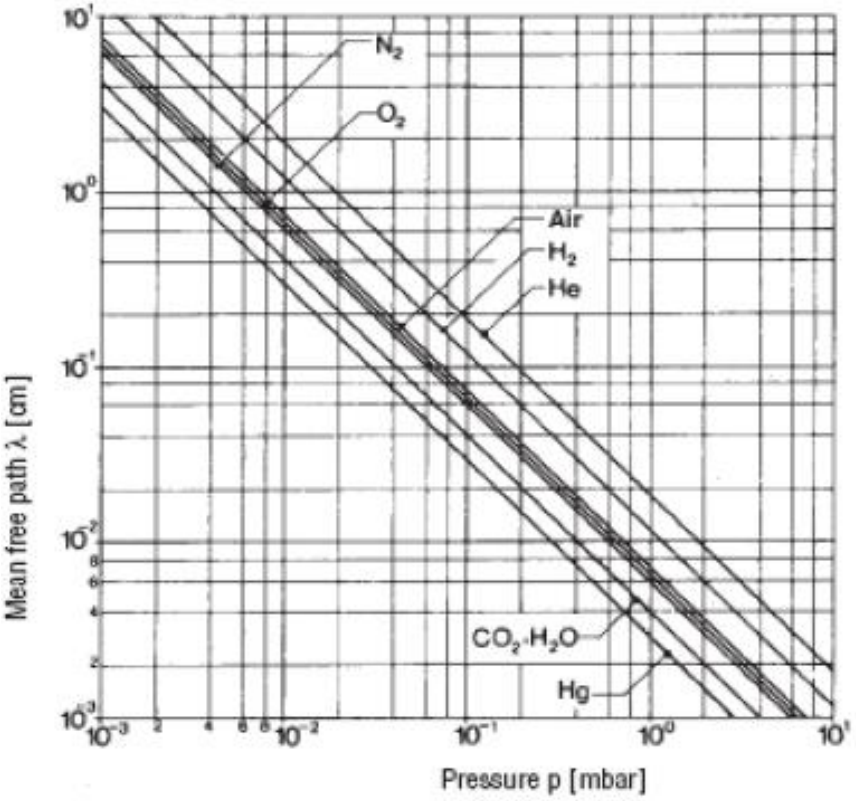
$A 10^{-6} \text{mbar } \tau \approx 3,4 \text{s}$

# Libre parcours moyen

**Définition :** Distance moyenne parcourue entre deux chocs moléculaires successifs

$$l_m = \frac{\text{vitesse moyenne}}{\text{nombre de chocs}} = \frac{1}{\pi \cdot d^2 \cdot N \cdot \sqrt{2}}$$

d : diamètre des molécules



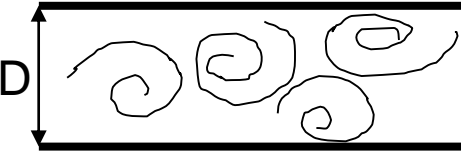
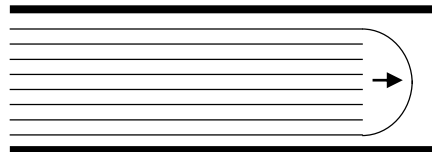
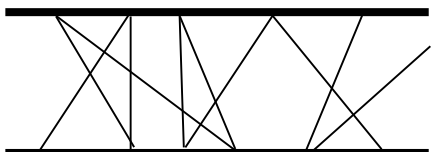
Lm : définit le régime d'écoulement

# Régimes d'écoulements

Le régime d'écoulement est déterminé grâce (unités SI) :

Nb de Reynolds  $Re = \frac{4}{\pi \eta D} \frac{MQ}{RT}$   
Flux gazeux (Pa.m3/s)  $Q = P \cdot q_v$

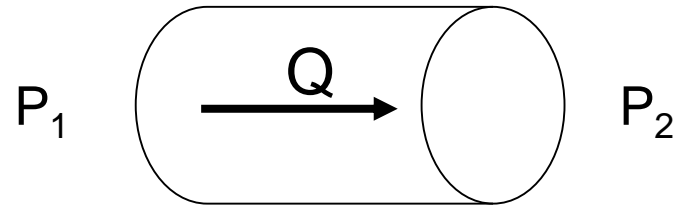
En fonction de ces valeurs, l'écoulement sera :

	turbulent	$Re > 2200$ ou $Q > 2600 \cdot D$ (air 20°C)
	laminaire	$Re < 1200$ ou $Q < 1400 \cdot D$ (air 20°C) Et $D/L_m > 80$
	moléculaire	$D/L_m < 3$

+ Régimes intermédiaires

# Conductances

Définition : En régime permanent, la conductance correspond à un nombre de particules transmises par unité de temps

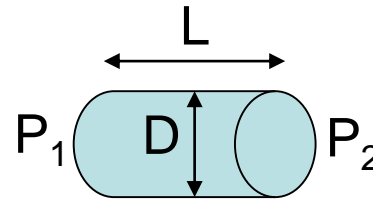


$$Q = C (P1 - P2)$$

Le flux Q est proportionnel au gradient de pression, le facteur de proportionnalité est appelé conductance qui s'exprime en m<sup>3</sup>/s

Unité de mesure	$l \cdot s^{-1}$	$m^3 \cdot h^{-1}$	$cm^3 \cdot s^{-1}$	cuft min <sup>-1</sup>
1 $l \cdot s^{-1}$	1	3,6	1000	2,12
1 $m^3 \cdot h^{-1}$	0,2778	1	277,8	0,589
1 $cm^3 \cdot s^{-1}$	$10^{-3}$	$3,6 \cdot 10^{-3}$	1	$2,1 \cdot 10^{-3}$
1 cuft · min <sup>-1</sup>	0,4719	1,699	471,95	1

# Conductances tube à section circulaire



Régime Laminaire

$$C = \frac{\pi D^4}{128\eta L} \left( \frac{P_1 + P_2}{2} \right)$$

Régime Moléculaire

$$C = \frac{1}{6} \frac{D^3}{L} \sqrt{\frac{2\pi RT}{M}}$$

**Pas de dépendance de la pression**

Exl :

D=10cm; L = 50cm; air 20° C

**RL** :  $\Delta P = 10^4 \text{Pa}$  -> C=1360m<sup>3</sup>/s

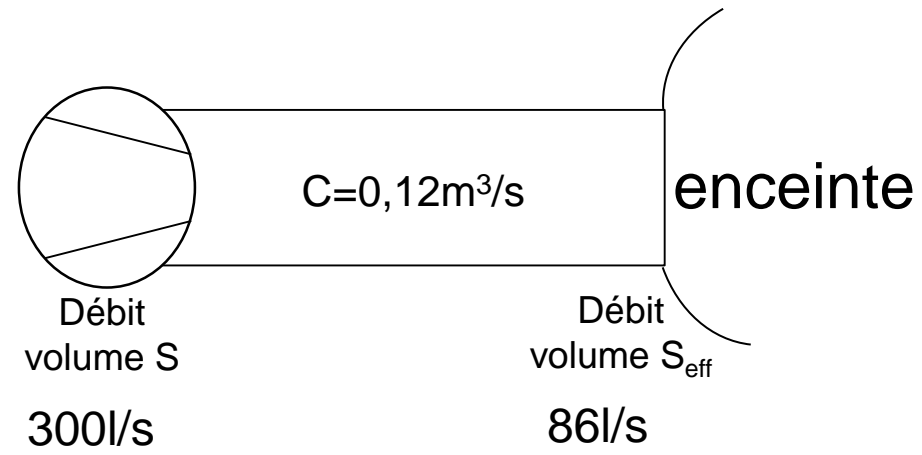
$\overline{\Delta P} = 10^2 \text{Pa}$  -> C=13,6m<sup>3</sup>/s

**RM** (P<2.10<sup>-3</sup>hPa, air): C = 0,12m<sup>3</sup>/s

# Conductances : association et effets

## Débit volume efficace

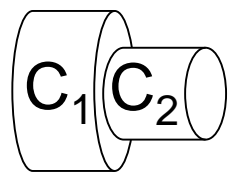
$$\frac{1}{S_{eff}} = \frac{1}{S} + \frac{1}{C}$$



-> utiliser des jonctions courtes et larges

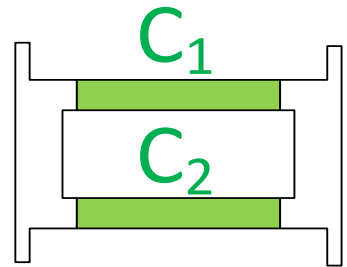
## Association :

Série :



$$\frac{1}{C} = \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2}$$

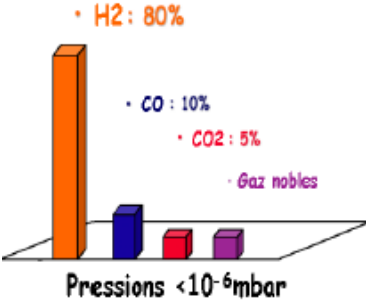
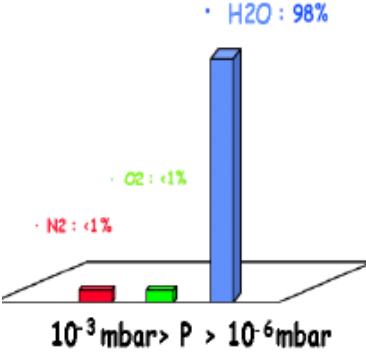
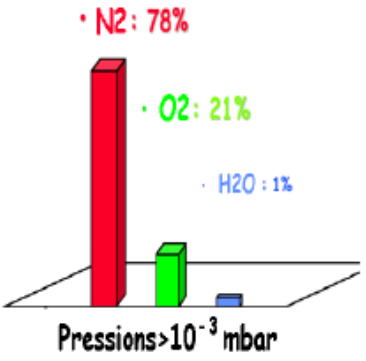
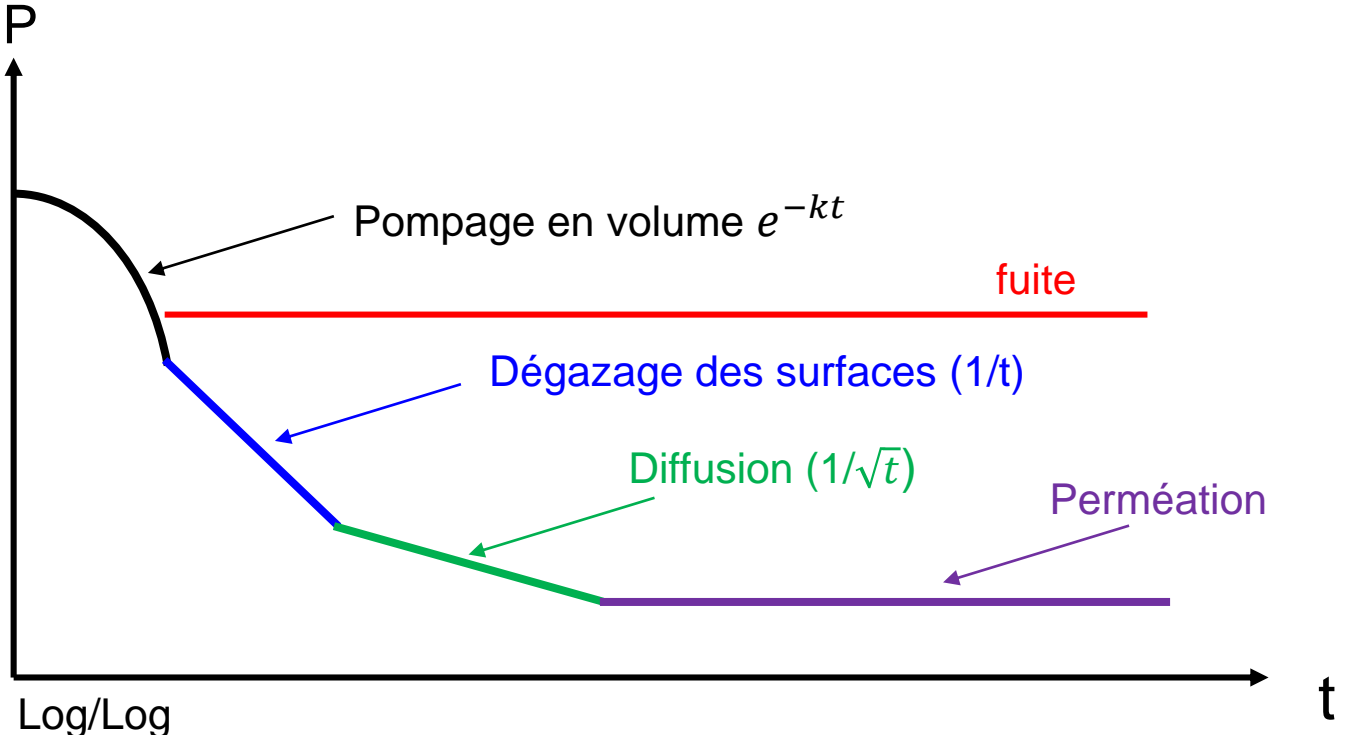
Parallèle :



$$C = C_1 + C_2$$



# Descente en vide typique



# Calcul de la pression

$$P(t) = \frac{\sum(q_{gu}(t) \cdot S) + Q_{perméation} + Q_{process} + Q_{deg\ stimulated} + Q_{fuite} + Q_{pollution}}{S_{eff}}$$

À maîtriser

À limiter

$S_{eff}$   
Vitesse de pompage efficace

Choix des joints (tt métal ou élastomère)

Choix des matériaux, optimisation des surfaces, nettoyage

**÷10 la pression** → **x10 sur la vitesse de pompage**  
→ **÷10 les flux (joint métal, surfaces propres...)**

# Dégazage des matériaux

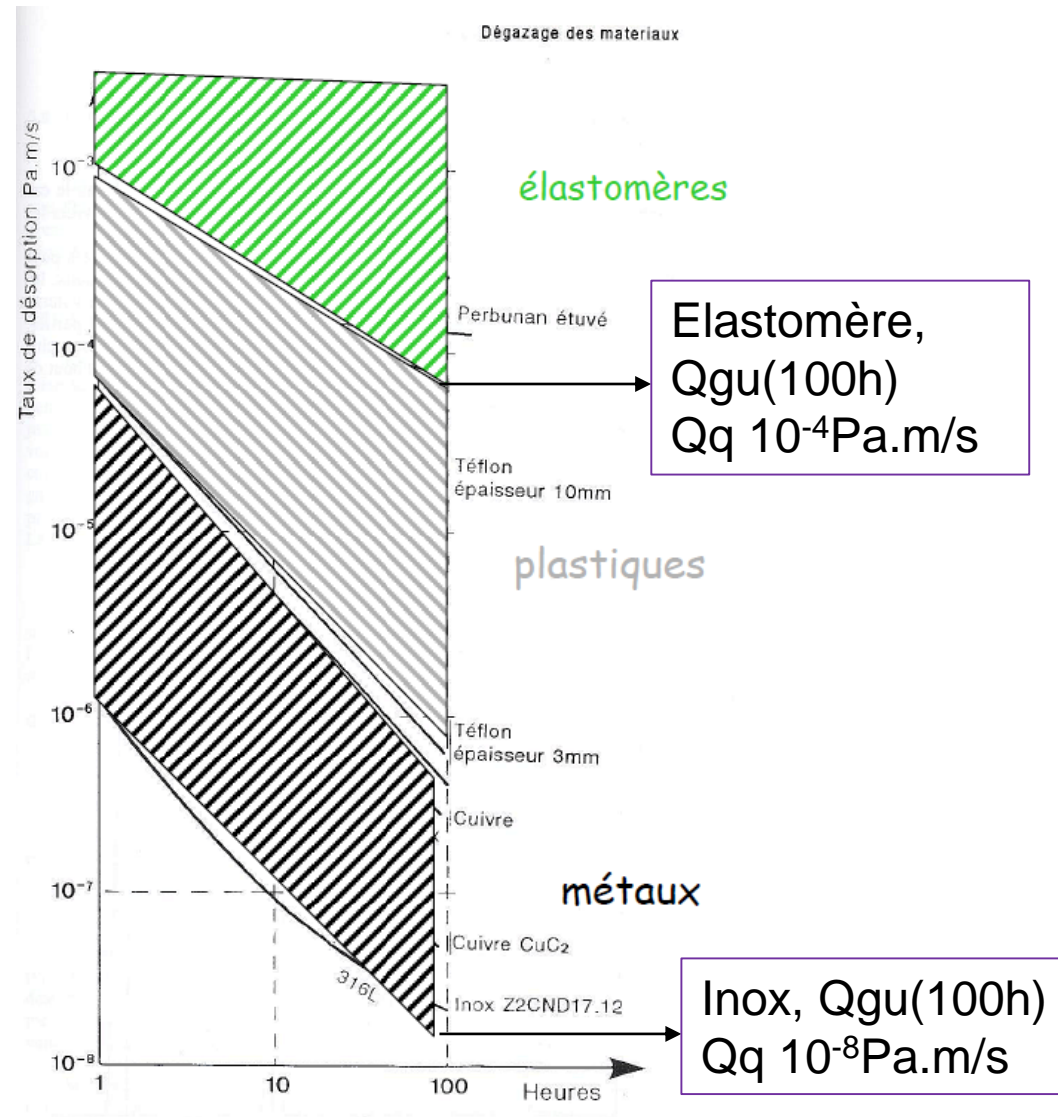
## Évolution du dégazage des matériaux sous vide

Élastomères et plastiques

$Q(t)$  évolution en  $1/\sqrt{t}$

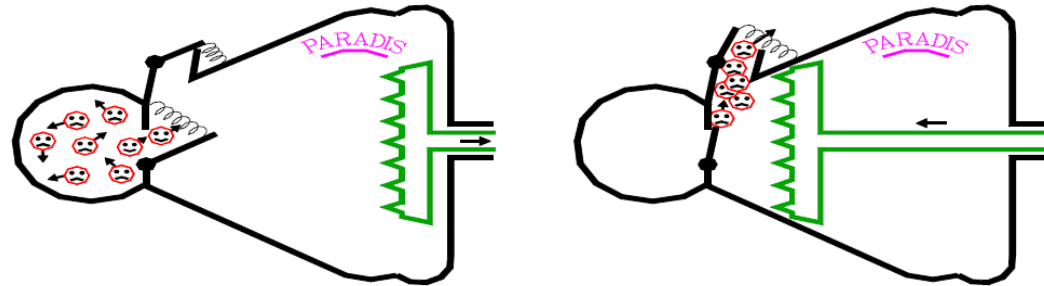
Métaux

$Q(t)$  évolution en  $1/t$



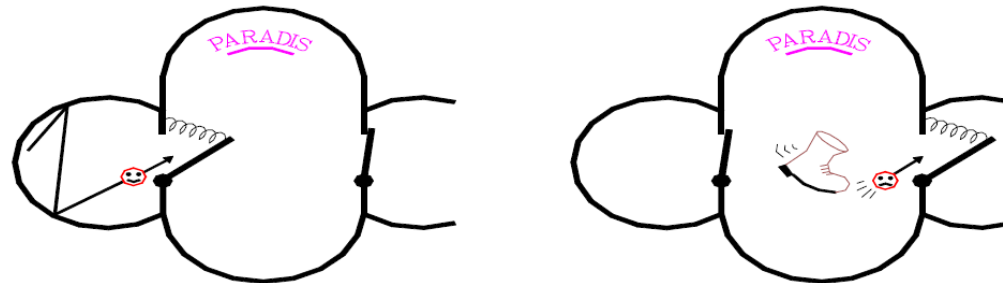
# Les pompes

Action au niveau des volumes de gaz

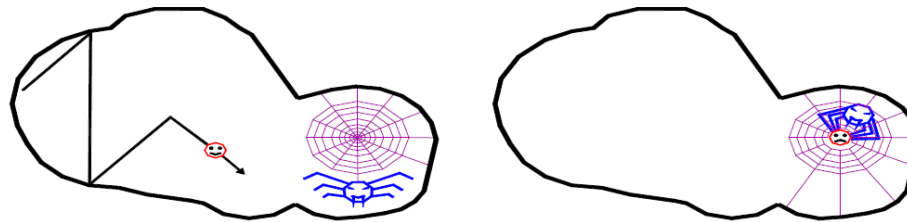


**Pompage volumétrique** : transfère un volume de gaz en le comprimant

Action au niveau des molécules

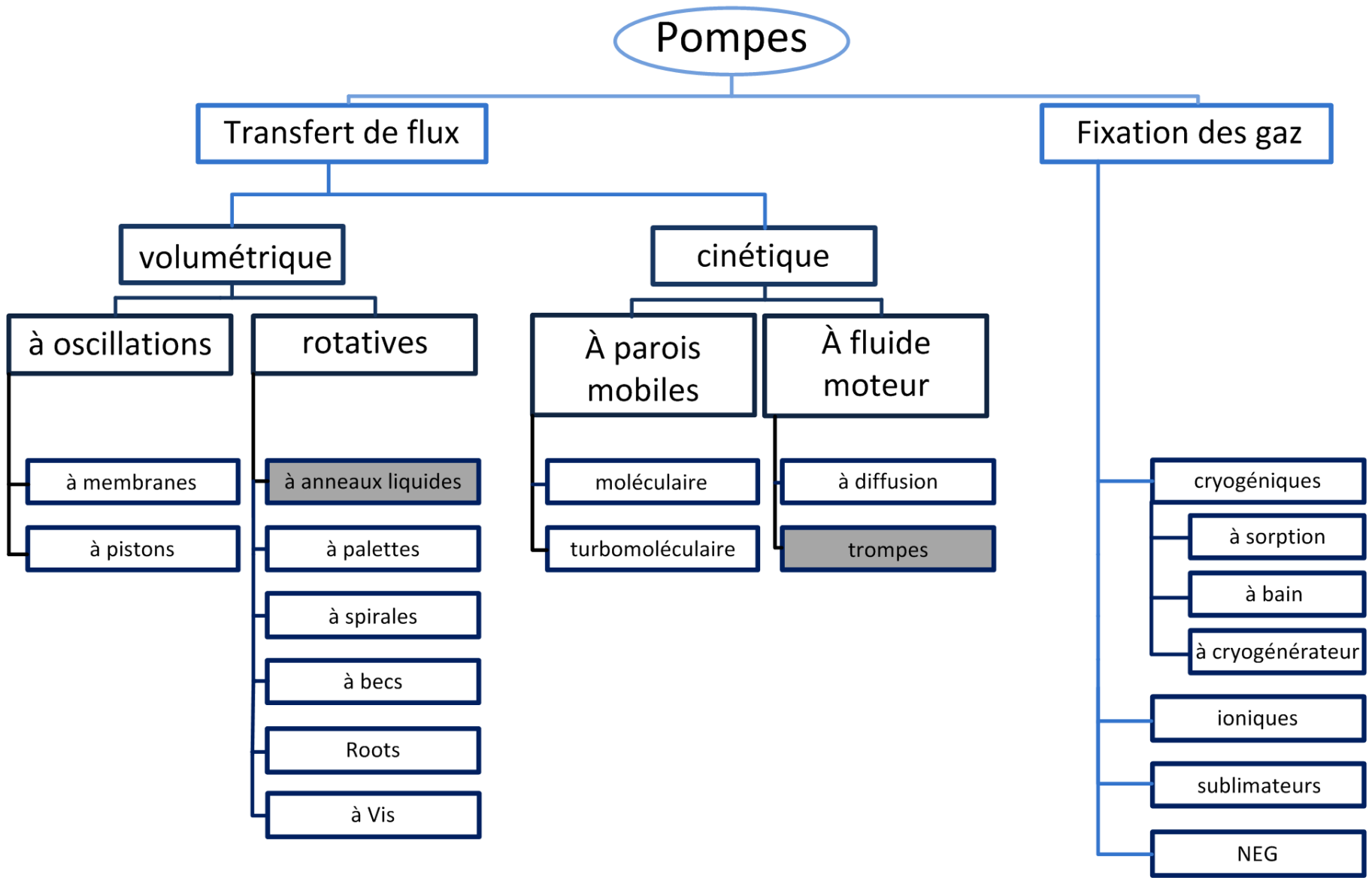


**Pompage cinétique** : change la direction des molécules de gaz à pomper



**Pompage par fixation** : piège les particules à pomper

# Les pompes



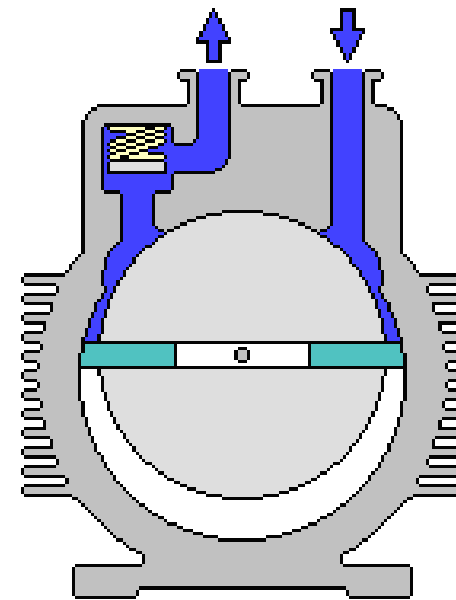
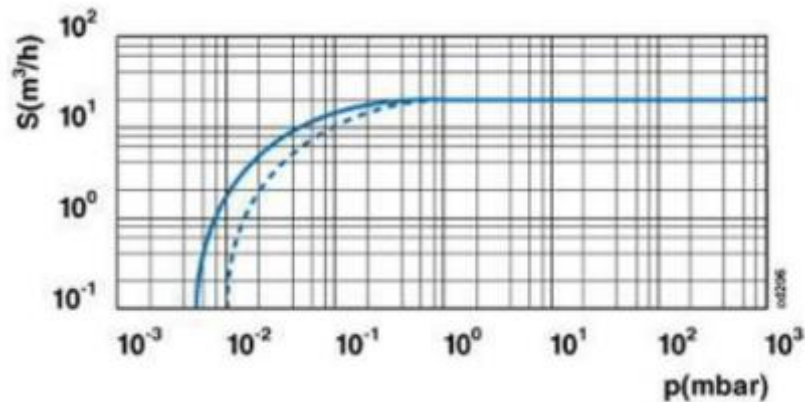
# Critères de choix

- **Pompes « sèches »** : flux de pompage sans contact avec des huiles ou des graisses
- **Pompes « à fluide »** : Flux de pompage en contact avec des fluides (eau, huile,...)
- **Étanchéité** dynamique, statique ou sans étanchéité
- **Dépôts** contre les gaz corrosifs ?
- **Environnements** spécifiques (radioactifs, ATEX, etc...)

# Pompes à palettes

## Pompe volumétrique rotative

- $P_{\text{limite}} : 10^{-3} \text{ hpa}$
- Amélioration des performances avec l'huile (étanchéité, lubrification, refroidissement)
- Sensible à la qualité de l'huile (exl : tenue aux gaz corrosifs)



Fiable, robuste, non sélective

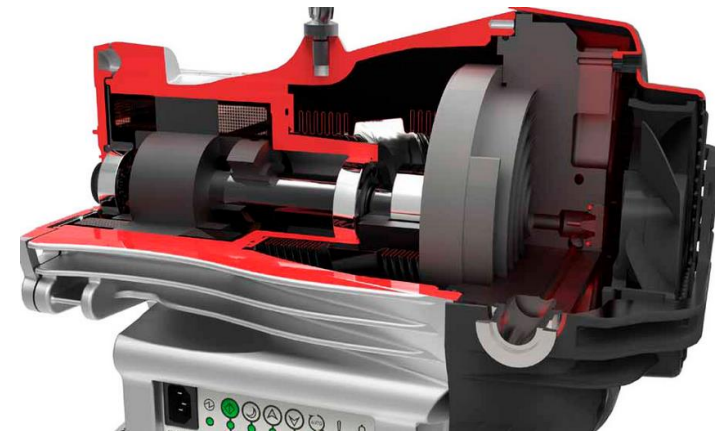
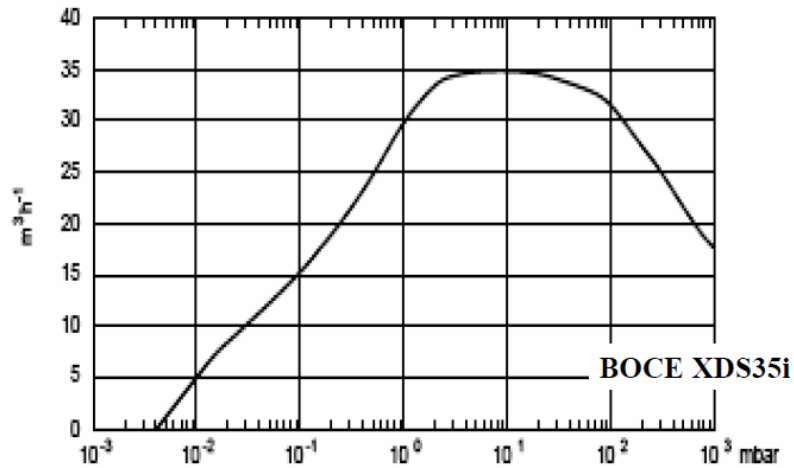


Présence d'huile

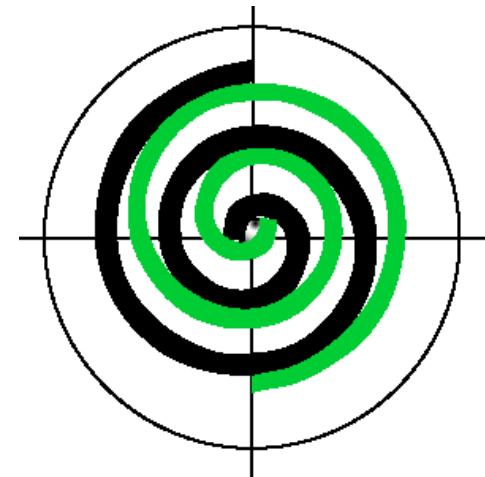
# Pompes à spirales (scroll)

## Pompe volumétrique rotative

- $P_{\text{limite}} : 10^{-1} \text{ hPa}$
- Étanchéité avec des joints frottants



Pompe XDS35, Edwards



Pas d'huile



Sensible aux gaz (corrosifs, légers), poussières



# Précautions d'usage

Exemple :

$P_{\text{vap}}$  saturante Eau : 23hPa à 20° C. Si idem dans enceinte (charbons actifs saturés, super-isolation,...)



Si pompe à 20° C, dès que  $P_{\text{pompe}} > P_{\text{atm}}$  alors il y a condensation

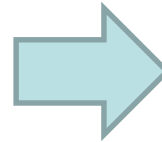


Pour pompe à palettes + filtre,  $P_{\text{ref}}=1,3\text{bar}$



Formation d'eau liquide dans la pompe

Solution 1

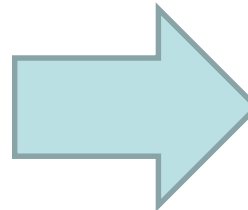


Laisser chauffer la pompe :

$P_{\text{vap sat}}$  Eau à 70° C : 312hPa

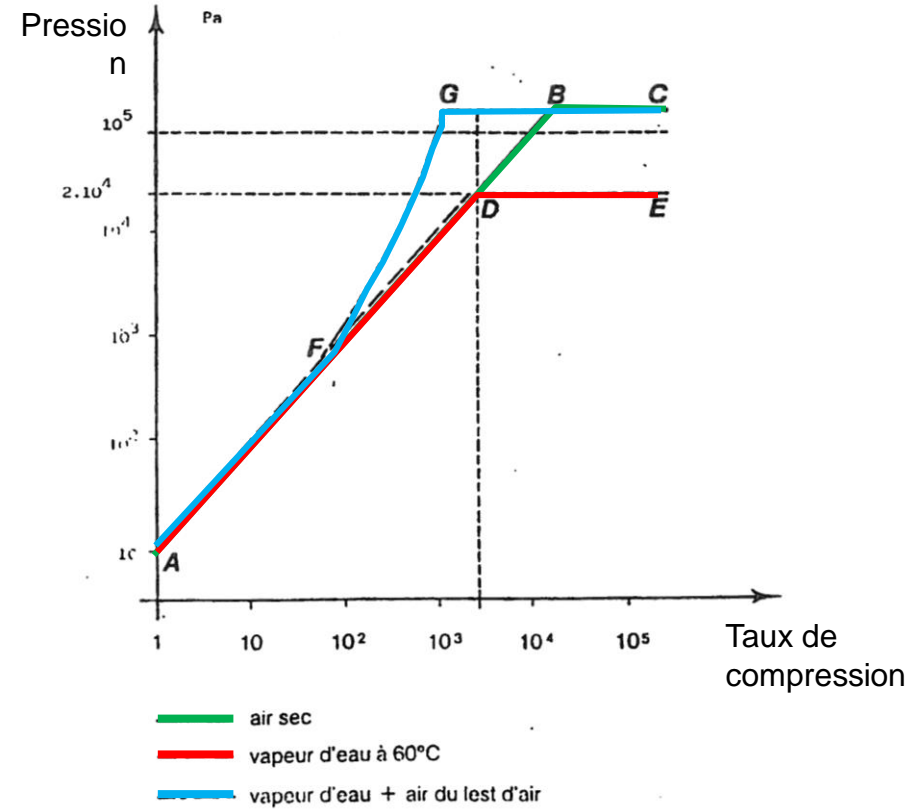
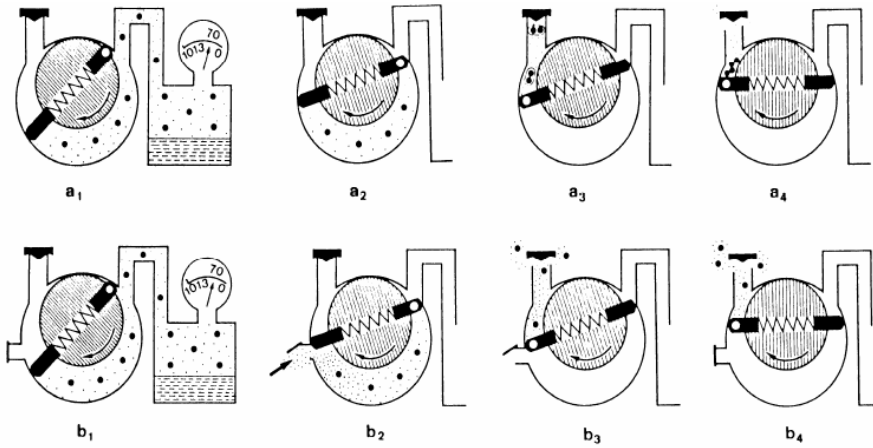
Tolérance beaucoup plus élevée (20% de vapeur d'eau)

Solution 2



Lest d'air

# Lest d'air



# Protections des enceintes et des pompes 1/3

- Choix de l'huile appropriée (« type 100 », Fomblin® , etc...)  
-> cf constructeurs
- Filtres pour protéger contre : les gaz condensables, les poussières, etc...



condenseur



Piège à azote liquide



Piège à charbons  
actifs / zéolite



Système de filtration  
d'huile

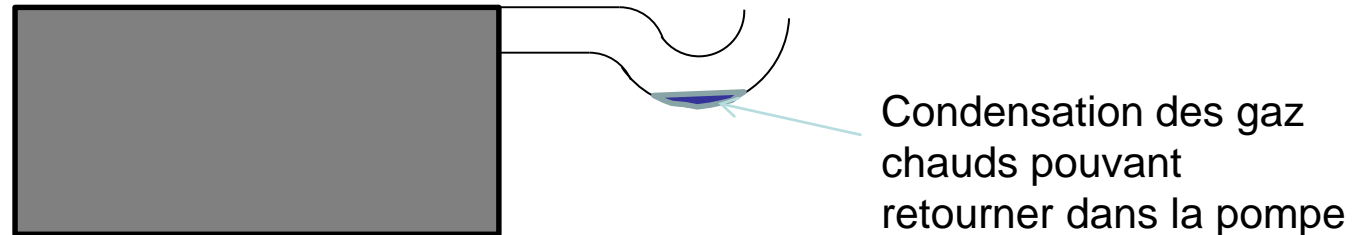
- Système de purification de l'huile pour éliminer « en ligne » les polluants

# Protections des enceintes et des pompes 2/3

- Filtre au refoulement (le brouillard d'huile peut être explosif !!)



- Ne pas connecter de circuit de récupération de gaz à la verticale du filtre



- Contre la rétro-diffusion : filtre (idem précédemment) ou micro-fuite pour éviter de travailler au vide limite

- **Au démarrage :**

- Laisser chauffer la pompe pour limiter la condensation des gaz
- Vérifier la pression limite avant mise en pompage

- **En fonctionnement**

- Surveiller la pression de fonctionnement, le bruit, la température
- Surveiller la couleur et le niveau de l'huile (sauf spirales).

- **Arrêt :**

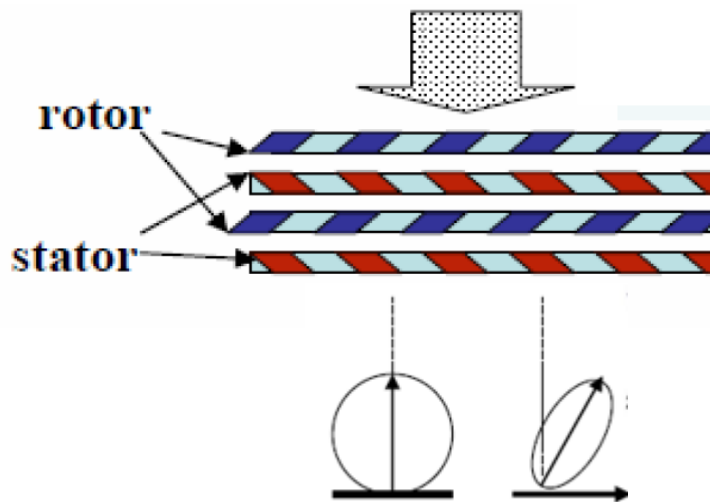
- **Isoler** la pompe sur elle-même pour éviter des dommages causés par une remontée de pression importante lors de l'arrêt de la pompe
- Avant arrêt de la pompe : **laisser tourner** pour éliminer les gaz condensables
- après utilisation : **Aérer** (certaines pompe ne redémarrent pas après un arrêt prolongé sous vide)
- Stocker sous azote ou air sec
- Faire tourner de temps en temps

**+ recommandations spécifiques indiquées dans la documentation**

# Pompe turbomoléculaire 1/2

## Pompe cinétique à paroi mobile

- $10^{-2} \text{hPa} > P > \text{UHV}$
- Compression dépend  $\sqrt{M}$
- S peu dépendant de M
- Couplée à une pompe primaire

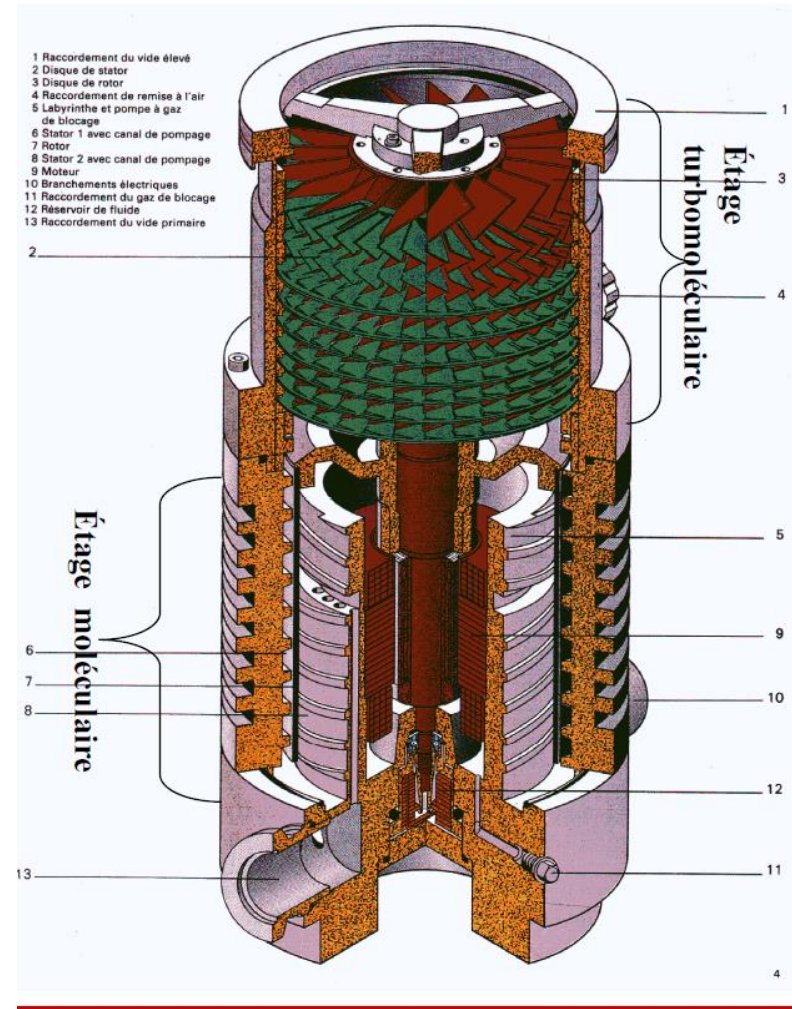


Pompage propre en rotation  
Transfert de flux



Risque de serrage (rare)

## Pompe Turbo Hybride



# Pompe turbomoléculaire 2/2

## PRECAUTIONS D'EMPLOI :

- **Dimensionnement mécanique à prévoir en cas de serrage**
- L'orientation de la pompe est à privilégier « verticale » pour les pompes sans éléments magnétiques afin de minimiser l'usure des roulements (30%).
- utiliser les pare-éclats et orienter l'aspiration vers le bas pour limiter les risques de pièces tombant dans la pompe (si la méthode de lubrification l'autorise)
- Suivre la puissance consommée et la températures pour évaluer l'usure des roulements
- **Pour l'arrêt, utiliser les systèmes de décélération rapide pour minimiser les vibrations pouvant endommager les roulements (aération via vanne spécifique, frein actif)**
- Balayage en gaz des roulements
- En stockage, faire tourner la pompe pour préserver les roulements
- Etuvage des pompes (souvent  $< 80^{\circ} \text{ C}$ )



## Mesure de pression totale : les manomètres

- Mécaniques  $\Rightarrow P = F/S$
- Thermiques  $\Rightarrow P = f(T)$
- A viscosité  $\Rightarrow$  friction avec le gaz
- A ionisation  $\Rightarrow P = f(I_{\text{ionique}})$

## Mesure des pressions partielles : les analyseurs de gaz

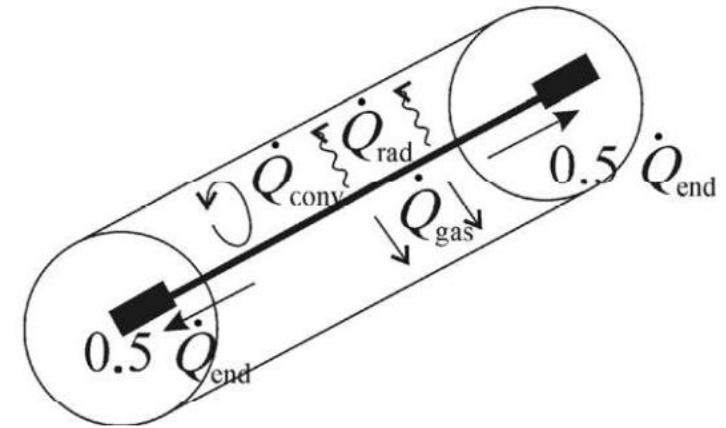
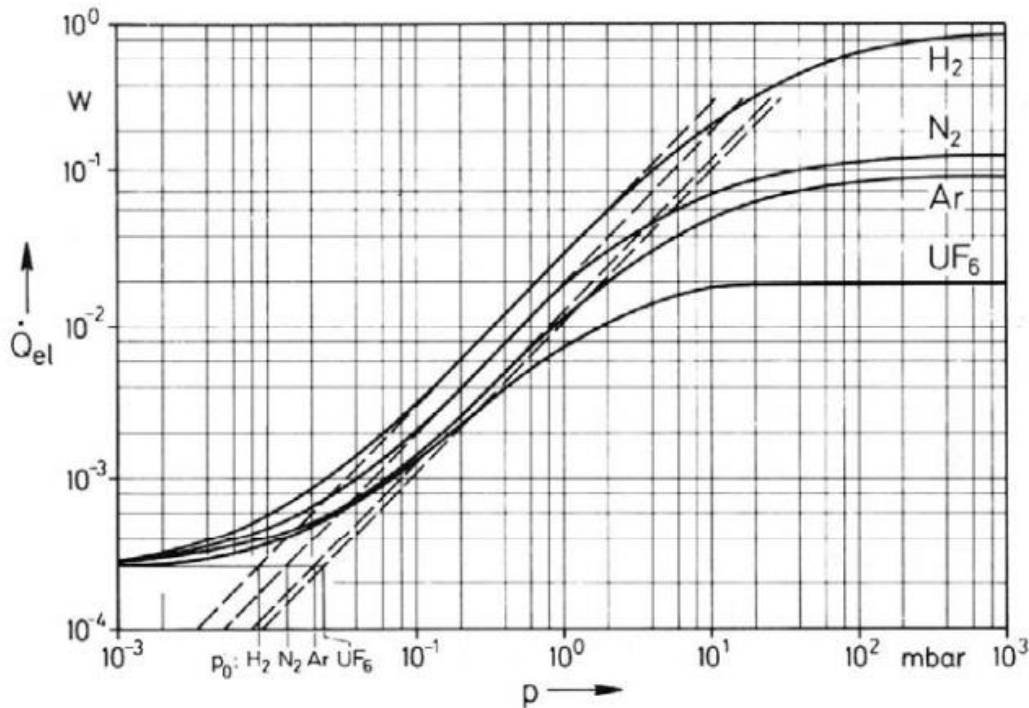
- A séparation magnétique
- A séparation quadripolaire



# Jauge Pirani

## Jauge à échange thermique

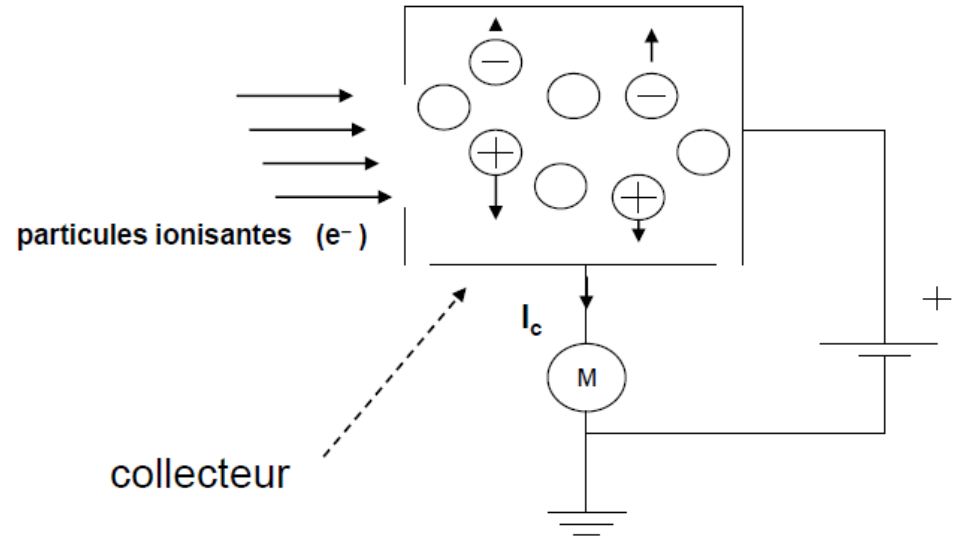
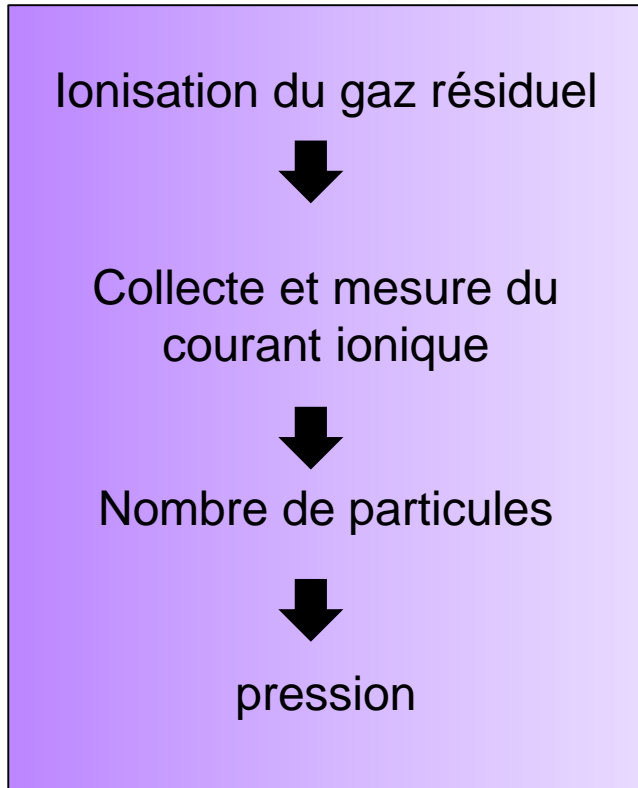
- $100\text{hPa} > P > 10^{-3}$
- Sensible
  - à l'orientation
  - nature du gaz
  - État du filament



## Précautions

- Recaler périodiquement 0 et Patm
- Si dépôt : éviter vision directe du procédé
- Protection par une grille (attention au bouchage)

# Jauge à ionisation



- $10^{-2} > P > \text{UHV}$
- Régime moléculaire
- Dépendant de la nature du gaz

# Manomètre de Penning (cathode froide)

## Principe :

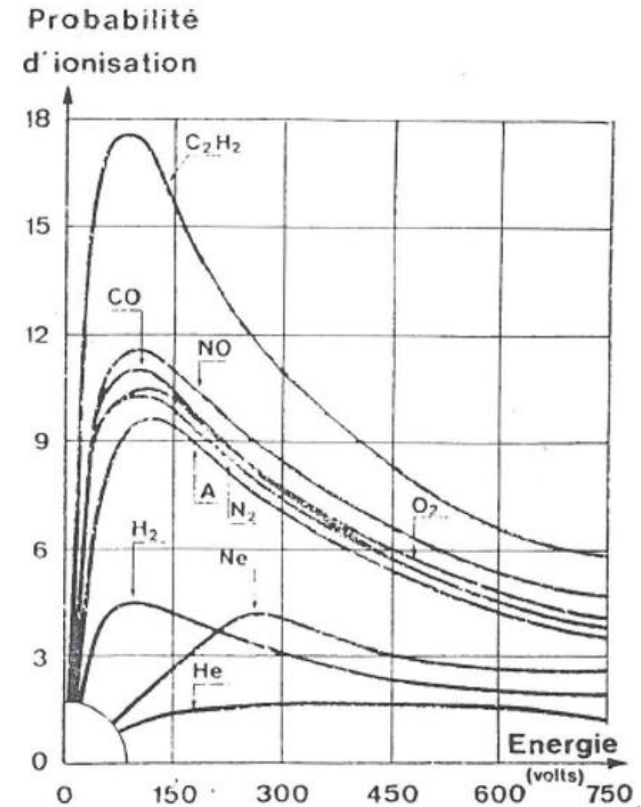
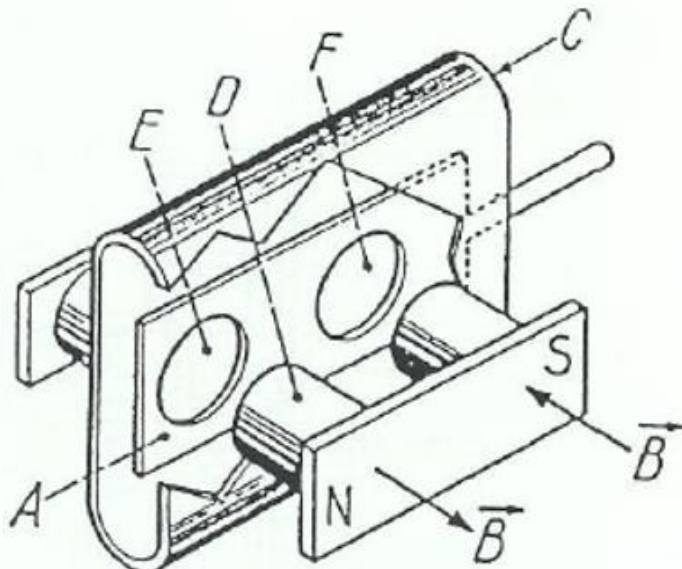
Ionisation par les électrons libres accélérés sous HT + champs magnétique

## Pression de fonctionnement :

$10^{-2} \gg 10^{-7}$  hPa

Étendu à

$10^{-10}$  en magnétron inverse



## Précautions :

- Allumage  $10^{-4} > P > 10^{-5}$  hPa
- Sensible au gaz
- Pas de signal -> très bon vide

# Manomètre de Bayard-Alpert

## Principe :

Ionisation par les électrons émis par un filament, accélérés par une grille.

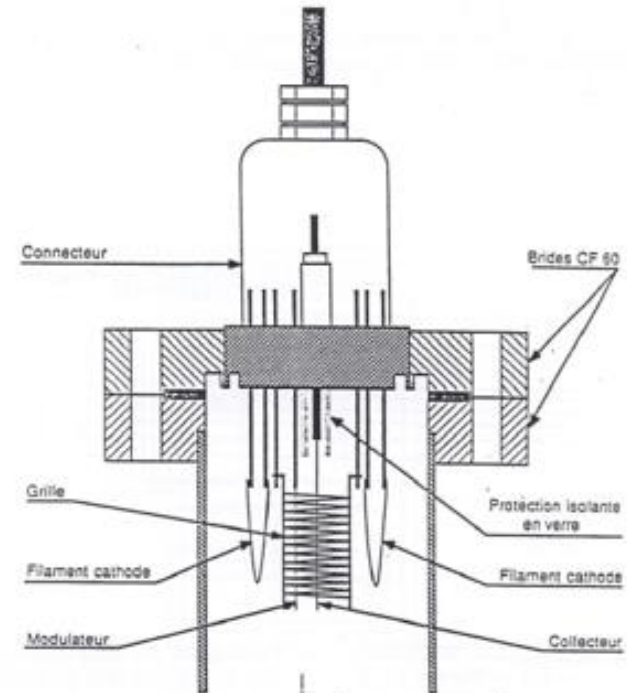
Les ions sont recueillis par le collecteur

## Pression de fonctionnement

- $10^{-3} \gg 10^{-1} \text{ hPa}$
- Extension à  $10^{-12}$  avec autres géométrie et modulateur

## Précautions

- Démarrage  $P < 10^{-4} \text{ hPa}$
- /!\ signaux parasites à très basse pression (X, électrons) et à l'allumage (dégazage de la jauge)
- Sensibilité par rapport aux gaz



- Site du RT Vide (<http://rtvide.cnrs.fr/>)
- Technique du Vide (*J.Arianer*)
- Fundamentals of Vacuum Technology  
(*RedHead*)
- U.S Particle Accelerator School
- Cern Accelerator school (*1999 ; 2006 ; bientôt 2017*)