

### QUALIFICATION OF ULTRA-HIGH VACUUM SEALS OPERATING UNDER PRESSURE AND AT 1.8 K

J.C. Brunet, A. Jacquemod / LHC-CRI

Key words: seals, low temperature, ultra-high vacuum

---

---

#### Abstract

As part of the magnet qualification tests, magnetic measurements are made using a special device where demountable seals are required. The seals must be leak tight to superfluid helium and must be able to resist for short periods to pressure bursts up to 20 bar during resistive transitions (*quench*). Several types of seals have been tested to qualify their leak tightness under vacuum and pressure at low temperature conditions. Some other tests were performed concerning the mounting conditions (*screws, torque*) in order to define the installation procedures. Two types of seals have been qualified. Maximum leak rates were in the range of  $6 \cdot 10^{-10}$  to  $1 \cdot 10^{-9}$  mbar.l.s<sup>-1</sup>, in the worst conditions (*20 bar, superfluid helium at 1.8 K*).

---

#### 1. Introduction

Magnet cold mass equipment for the LHC project will operate under High Vacuum (*HV*) conditions and at temperatures ranging from room temperature down to 1.8 K, and at helium pressures of up to 20 bar.

Equipment commercially pre-tested and certified to operate under these conditions is not always available and certain critical components must be subjected to tests at CERN. These tests aimed to qualify one or several types of seals capable of maintaining leak tightness under vacuum or at least having an admissible leak rate before and after pressurisation of superfluid helium at 1.8 K.

These seals were originally intended to be used in:

- the connection of the LHC magnets on the magnetic measuring bench;
- the connection of the quench relief valve to the LHC magnets;
- eventually, the connection of the vacuum chambers.

## 2. Procedure

The seals are required to meet the following operating criteria:

- Maintain a maximum leak rate of  $10^{-10}$  [mbar.l-1.s<sup>-1</sup>] (*close to the detector's sensitivity limit*).
- Sustain rapid pressurisation under operational conditions up to  $P1 = 20$  bar during (*resistive transitions*).
- Sustain acceptance testing at 25 bar ( $P1 \times 1.25$ ).
- Fulfill the above maximum leak rate conditions from room temperature (300 K) down to operating temperature of superconducting magnets (1.8 K).

Such stringent operating conditions are rarely combined. In space research [1] the pressures are higher but the operating temperature is 20 K (*liquid hydrogen*).

In the RF cavities of LEP [2], the operating temperature is 4.2 K (*liquid helium*) but the pressures attained are not so high. This is also the case for the HERA accelerator in Germany [3] and the RHIC accelerator in the USA [4].

Tests performed for the KEK project in Japan [5] have given encouraging results that now needed to be completed.

A list of potentially suitable seals was drawn up from which three candidates were selected for testing: Helicoflex<sup>TM 1)</sup>, solid aluminium and Conflat seals.

## 3. Description of the test equipment

The test equipment is shown in Fig. 1.

To ensure leak tightness during the pressure and temperature variations, double seals were used (*Fig. 2*) in order to insulate the inner part from the onset of pressurisation, to allow pumping between the seals and the immersion of the outer part in superfluid helium.

All the mechanical parts immersed in liquid helium were made of stainless steel (*grade AISI 316LN*). In addition, the flanges receiving the seals to be tested were designed to withstand pressures of up to 38 bar, and were machined according to HV requirements (*surface quality, tolerances, hardness, flatness, etc.*) (*Fig. 3*).

Tests were also performed on the fixings used to assemble the flanges, to determine the optimum tightening torque to be applied to the retaining bolts (§ 4.2 & 4.3).

The test apparatus was installed in a cryogenics laboratory where the air was permanently contaminated with helium gas. To limit any harmful effect of this environment on the leak rate sensitivity, all parts of the test equipment were designed with a minimum number of sensitive connections, which were fitted with metal seals.

---

<sup>1)</sup> Helicoflex is a registered trademark of CEFILAC, Le Carbone Lorraine, 42029 Saint-Etienne, France

## 4. Test Programme

Seals cannot be approved in isolation, since overall leak tightness is provided by three components: the seal, the flange and the flange screws. Seal approval therefore (§ 4.1) also involves selecting the flange screws and optimising their tightening torque for each type of seal. Therefore the test programme comprised the following sequences:

### 4.1 Leak tests (refer to Figure 1 for volume definition)

- Leak test at room temperature with  $\Delta p = 1$  bar and with the leak detector connected to Volume III (see protocol P0, Appendix 1).
- Leak test during and after thermal shock at the temperature of liquid nitrogen (77 K) and helium pressure of  $\Delta p = 1$  bar, in volume I with the leak detector connected to Volume III. 10 cycles of pressurisation-depressurisation (see protocol P1, Appendix 2).
- Leak test during and after thermal shock at the temperature of liquid nitrogen (77 K) and helium pressure of  $\Delta p = 30$  bar in Volume I, with the leak detector connected to Volume III. 10 cycles of pressurisation-depressurisation (see protocol P1, Appendix 2).
- Leak test during and after thermal shock at the temperature of liquid helium (4.2 K) and helium pressure of  $\Delta p = 25$  bar in Volume I, with the leak detector connected to Volume III. 10 cycles of pressurisation-depressurisation (see protocol P2, Appendix 3).
- Leak test during and after thermal shock at the temperature of superfluid helium (1.8 K) and helium pressure of  $\Delta p = 25$  bar in Volume I, with the leak detector connected to Volume III. 10 cycles of pressurisation-depressurisation (see protocol P2, Appendix 3).
- Test by accumulation (see Appendix 4).

### 4.2 Tightening torque tests

In parallel with the leak tests, tests were performed applying different tightening torque values to the flange screws in order to determine the ideal value for each type of seal (Appendix 5). The manufacturer's recommended values were used as the reference values for the seals made in industry, and were readjusted according to the requirements of each test.

### 4.3 Fixings tests

CERN's standard HV flanges show excessive thermal contraction at very low temperatures. This contraction can cause a slight relaxation of the tension of the flange screws during temperature variations and thus trigger a leak not directly attributable to the seal. Fixings made in X20MD™ alloy (Appendix 6) by a company working for the aeronautical industry are less sensitive to this type of problem.

Two grades of fixings were therefore tested:

- Bulten M8 X 60 hexagon head screw (CERN standard UHV), class A4-100, 316L stainless steel.
- Blanc Aero<sup>2)</sup> M8 X 60 hexagon head screw, aeronautical standard, X20MD steel.

---

<sup>2)</sup> Blanc Aero Industries - 19, rue Lasson - 75012 Paris, France

## 5. Results

### 5.1 Seals tested

#### 5.1.1 *Helicoflex™ seals*

The results obtained on similar projects have favoured the use of this type of seal [6] [7] [8].

#### 5.1.2 *Diamond-type aluminium seals*

This type of seal has two major advantages: its price is relatively low and its behaviour is well-known. It has been used for many years in various accelerators [9] and in the CERN Proton Synchrotron since 1974. In particular these seals made with an aluminium alloy with 0.5% magnesium have been installed and re-used in the LEP machine [10].

A double version was also used for inter-seal pumping and leak detection at HERA [11].

No modifications were made to its geometry, the apex angle remaining at 90°, but in the first phase of testing attention was focused on the manufacturing tolerances and, after analysis of the measured values, it was found possible to relax the tolerance of the flat part of the seal face from  $\pm 0.05$  to  $\pm 0.1$  mm and found necessary to improve the surface quality from  $R_a = 0.8$  to  $R_a = 1.6$  [12].

Seals in two different materials were tested:

- Aluminium with 0.5% magnesium.
- Al2219 Aluminium alloyed with copper, made by different industrial collaborations [13] [14] in accordance with special recommendations [15].

#### 5.1.3 *Conflat-type seals*

Attempts were made to use flanges of the maximum size admissible with the existing test bench and these tests provided information on the behaviour of the flanges, and in particular on the "umbrella" effect. When the flange is clamped normally (*see Appendix 5*), the knife edges penetrate the seals, which generates resistance. The outer knife edge then acts as a pivot and the flange deforms in the shape of an umbrella, causing the inner knife edges to separate and the inner seal to leak.

Attempts at solving this problem by building an inner seal thicker than the outer seal did not give better results.

## 5.2 Typical examples from the analysis of results

### 5.2.1 Analysis relating to an example of one type of seal (*Helicoflex™ Alu*)

A typical detector reading during a leak test at 1.8 K is shown on Fig. 4.

In relation to this graph the following values are defined:

- VFE =  $3.8 \cdot 10^{-8}$  [mbar.l.s<sup>-1</sup>], which is the benchmark leak value used to calibrate the leak detector.
- SFE =  $4 \cdot 10^{-8}$  [mbar.l.s<sup>-1</sup>] corresponding to the benchmark leak-valve signal measured by the detector with the valve open.
- Measurement sensitivity = VFE minimum readable value / SFE-detector background. The smallest readable value is  $1 \cdot 10^{-10}$  [mbar.l.s<sup>-1</sup>], corresponding to half a degree on the analyser's most sensitive scale.
- The quotient VFE / SFE - detector background is used to calculate the real value of a leak as a function of the leak signal measured.

#### Fig. 4:

Peaks affecting the clarity of the graphical read-out are caused by interferences on the mains power supply.

The paper feed rate was 10 mm/min.

- a) The background signal is  $7.5 \cdot 10^{-9}$  [mbar.l.s<sup>-1</sup>] before pressurisation. The detector is open to the circuit, so the signal takes into account helium that may be trapped in the upstream circuit's various mechanical components (*flexible tubes, capillaries, valves L, M, N, etc.*).
- b) Valve V2 (*detector inlet*) is closed and the residual leak signal measured:  $5.4 \cdot 10^{-9}$  [mbar.l.s<sup>-1</sup>].
- c) Valve V2 is opened and the residual leak signal of the circuit returns:  $7.5 \cdot 10^{-9}$  [mbar.l.s<sup>-1</sup>].
- d) Pressurisation begins, peaks can be observed in the signal corresponding to surges on the opening of the valve (*friction inside the valve housing*). After a few minutes, the signal becomes stable again.
- e) At a constant pressure of 25 bar, the leak signal is  $7.6 \cdot 10^{-9}$  [mbar.l.s<sup>-1</sup>].

On the closure of V2, the detector background of  $5.4 \cdot 10^{-9}$  [mbar.l.s<sup>-1</sup>] returns, and the quotient VF = VFE / SFE - detector background is calculated:

$$VF = 3.8 \cdot 10^{-8} / 4 \cdot 10^{-8} - 5.4 \cdot 10^{-9} = 1.09 \cdot 10^{-9} \text{ [mbar.l.s}^{-1}\text{]}.$$

In this calculation, the reference used is the background prior to pressurisation ( $7.5 \cdot 10^{-9}$  [mbar.l.s<sup>-1</sup>]). However, one cannot be absolutely certain that this background does not correspond to a small leak at 2 bar. To obtain an increase in the actual leak value, one may use as the reference value the background measured with the detector closed.

Hence:

$$VF < VFE \times (SF - \text{detector background}) / SFE - \text{detector background.}$$

$$VF < 3.8 \cdot 10^{-8} \times (7.6 \cdot 10^{-9} - 5.4 \cdot 10^{-9}) / (4 \cdot 10^{-8} - 5.4 \cdot 10^{-9}).$$

$$VF < 2.41 \cdot 10^{-9} \text{ [mbar.l.s}^{-1}\text{]}.$$

- f) The system is switched to stand-by (*depressurisation to 2 bar for 10 min*).
- g) The system is re-pressurised.

*N.B.: A slight fluctuation in the signal was noted throughout the test, having no effect on the calculations (the background with the detector closed increased simultaneously with the leak signal). In fact, it is possible that the detector did not have time to evacuate the helium accumulated during the signal peaks. Although this explanation is plausible, the same fluctuation was found during other tests even when there was no helium source close to the test apparatus. On figures 4 and 5, some regular peaks are observed during the test. They are caused by some backnoise coming from the CERN electrical power supply.*

### 5.2.2 Analysis relating to an example of one major leak (*Helicoflex<sup>TM</sup> Alu seal*)

This paragraph refers to Fig. 5:

- a) The detector background is  $3.8 \cdot 10^{-9}$  [mbar.l.s<sup>-1</sup>] (*on the circuit*).
- b) Pressurisation commences. At 5 bar, a leak begins to appear.
- c) The measurement scale is changed because the leak increases considerably.
- d) The leak reaches its maximum level ( $\sim 1 \cdot 10^6$  [mbar.l.s<sup>-1</sup>]).
- e) Disappearance of the leak at a helium pressure of 10 bar. The leak lasted  $\sim 5$  min.
- f) Pressurisation continues: no leak is detected (*the leak signal assumes the general appearance of the original detector background*).
- g) Another small leak appears at 25 bar (*in the order of  $1 \cdot 10^{-8}$  [mbar.l.s<sup>-1</sup>]*) and lasts approximately 3 minutes.
- h) The signal returns to normal.

This problem clearly shows that different leak rates can be measured on the same type of seal and do not necessarily depend on the quality of the seal used. Also, it is important to allow the system temperature to stabilise before commencing pressurisation. Indeed, on the day of these readings, after the third pressure increase the only remaining effect of the pressure surges was a slight peak in the signal.

### 5.3 Summary table of all the tests

For each tested seal, the maximum and minimum leak rates are given. All results are reported in Appendix 7.

## 6. Conclusions

The tests performed led to the selection of two types of seals that met the qualification criteria of 20 bar and 1.8 K with a maximum leak rate of  $2 \cdot 10^{-10}$  to  $10^{-9}$  [mbar.l.s<sup>-1</sup>]:

- the Helicoflex™ seal with an aluminium lining, which has the advantage of being comfortable for applications where several manipulations (*assembling and disassembling*) are necessary ;
- the solid aluminium alloy seal with raised diamond-pattern sealing line, which has the advantage of being relatively cheap to manufacture.

The assembly instructions for these seals are given in Appendices 7 & 8.

## 7. Acknowledgements

We would like to thank all the people and firms who made these tests possible, and in particular:

- J.M. Rieubland, G. Ferlin (AT/CR) for their advice on cryogenics.
- All the technicians and assistants at the cryogenics laboratory for their support.
- G. Engelman, R. Cornali and N. Hilleret (AT/VA) whose advice made the tests and the analysis of the results possible.
- M. Brouet and C. Lacroix (AT/VA) for kindly lending the test equipment.
- The company SGS Qualitest.
- A. Poncet for his support throughout the tests.

## References

- [1] E. Poulin, communication privée, "Joints double tore Inconel-Argent", SEP F-27207 Vernon
- [2] N. Hilleret, communication privée 01/1996
- [3] Abstract of "12th International Conference on Magnet Technology", Leningrad USSR, June 24-28, 1991
- [4] "Preliminary Design Review for RHIC Vacuum Systems" February 17-18, 1993 New York
- [5] H. Ishimaru and H. Yoshiki "Sealing Performances of Gaskets and Flanges against Superfluid Helium", KEK National Laboratory for High Energy Physics, Japan, 1985
- [6] J. Montuclard, M. Lefrançois and Ch. Rouaud "What joining method for the new generation of accelerators (SSC and LHC)" Vacuum/Volume 44/Numbers 5-7, 1993
- [7] R. de Villepoix, M. Lefrançois, J. Montuclard and Ch. Rouaud "Latest Developments on Valve Seat Assembly", Le Carbone Lorraine, CEFILAC Etanchéité, F - 42029 Saint-Etienne, 1993
- [8] J.C. Brunet, A. Poncet, Ph. Trilhe: "Leak tightness assesment of demountable joints for the superfluid helium system of the CERN Large Hadron Collider (LHC)", Cryogenics Engineering Conference, Albuquerque USA, 1993; CERN/MT/93-03; LHC note 239
- [9] "Sealing Disc", SI 3-491652.3, CERN, 1974
- [10] "Metal Gasket", LEP640VJEA0009.4C, CERN, 1985
- [11] "Doppelkantendichtung", C 88 114-0000, HERA, 1988
- [12] "Diamant double - Station de test", 06LHCSJ\_\_00264, CERN, 1992
- [13] Schiffer Metall - & Vakuumtechnik, communication privée, 1993
- [14] D. Hrabanek Czech Technical University, communication privée, 1993
- [15] J.P. Bacher, "Recommandations pour l'utilisation d'un alliage", communication privée, 1993



# Schéma général

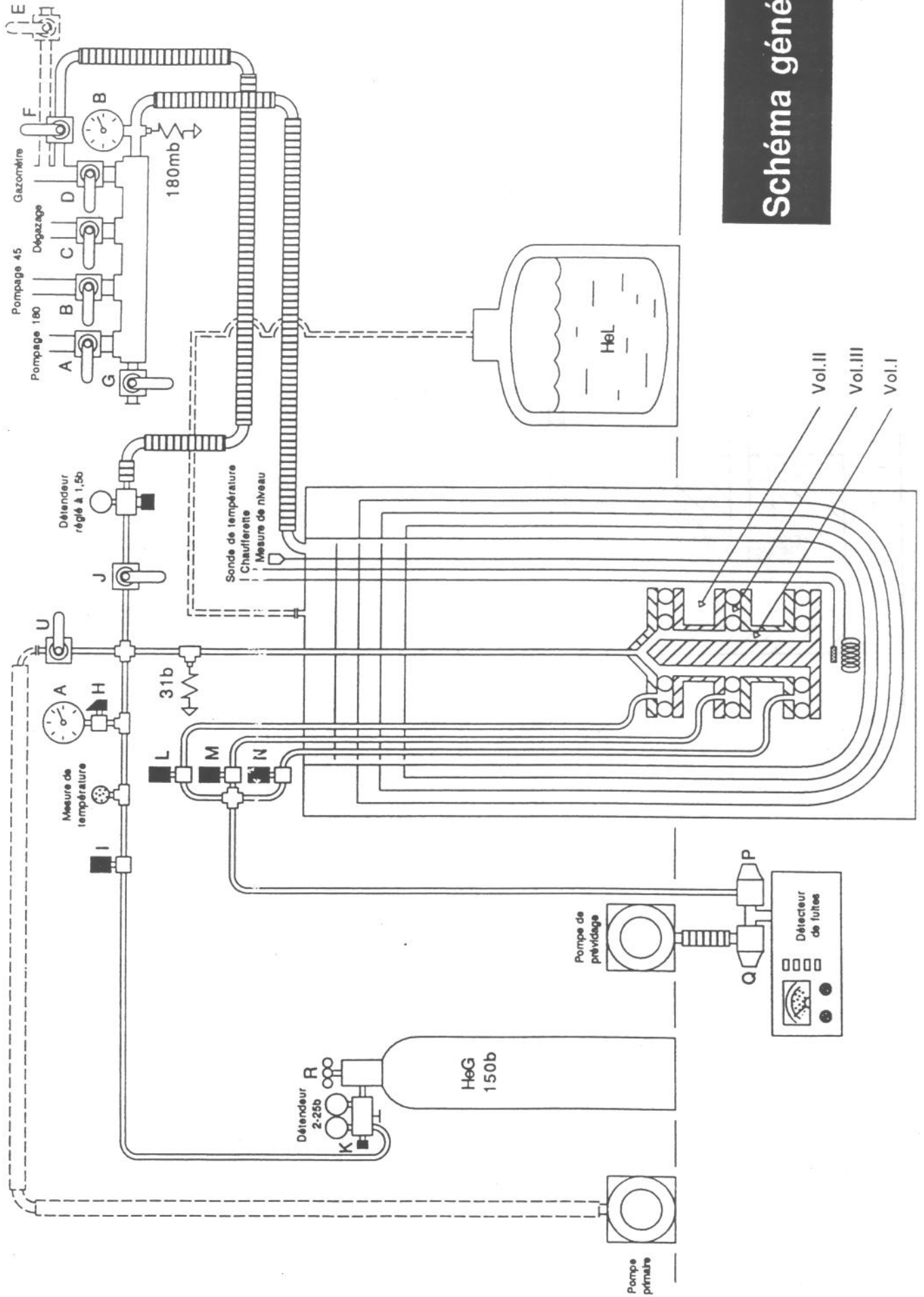


Figure 1: General view of the installation

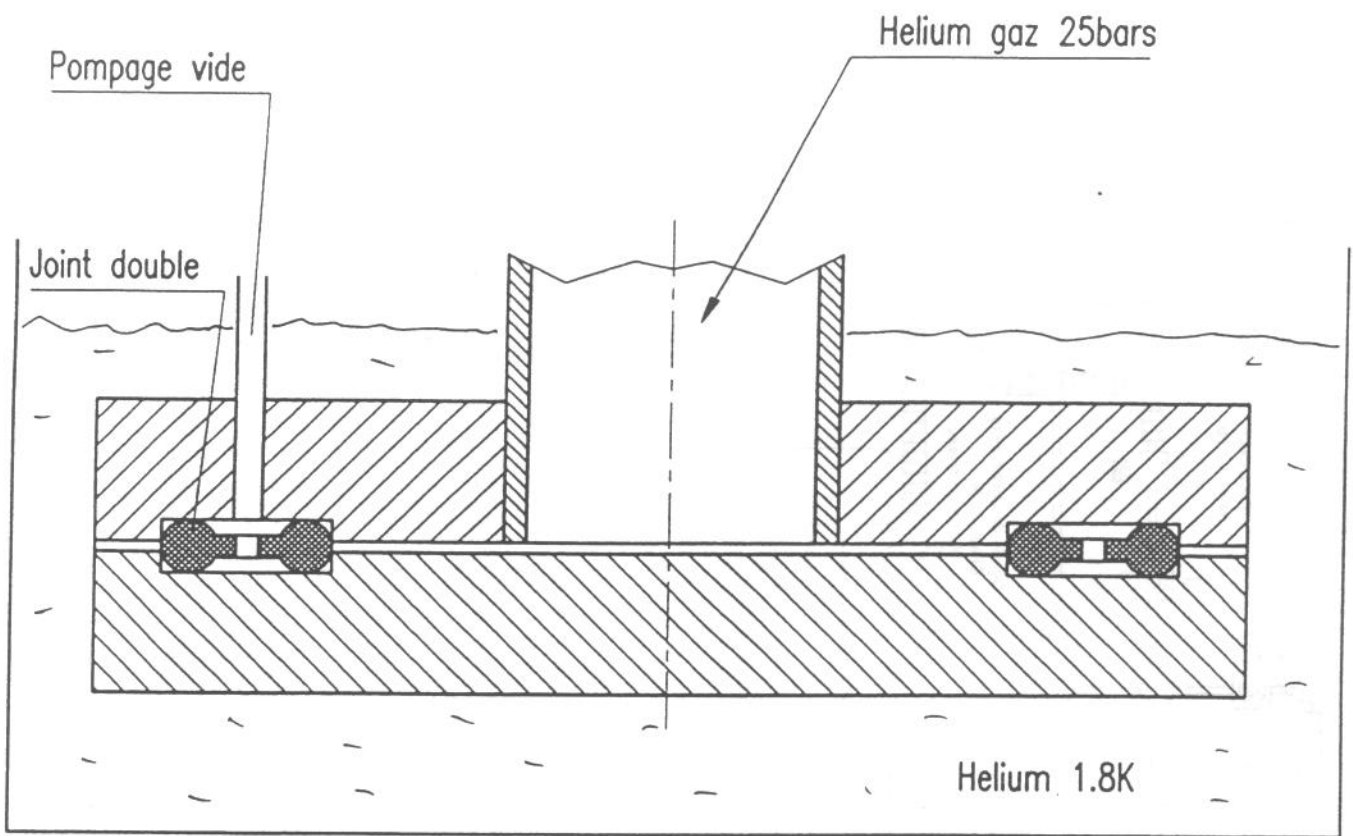


Figure 2: Double seal technique

PIÈCE N°1  
Surface 1  
Relevée entre  
145/146

PIÈCE N°1  
Surface 2  
Relevée entre  
145/146

CERN  
METROLOGIE  
DATE: 7/4/93  
T 4 RHTT-50

CERN  
METROLOGIE  
DATE: 7/4/93  
T 4 RHTT-50

PROG: B3  
LT 1.75 MM  
LM 1.25 MM  
LC(M50) 0.25 MM

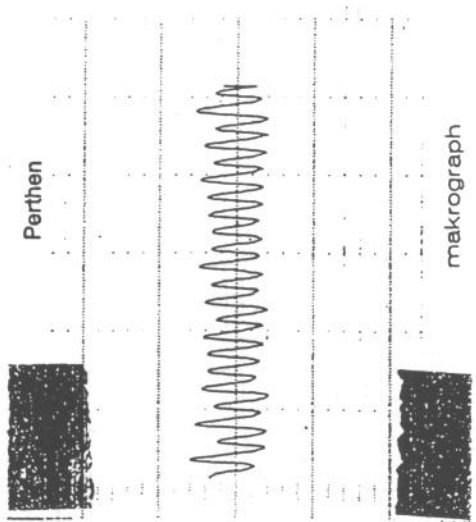
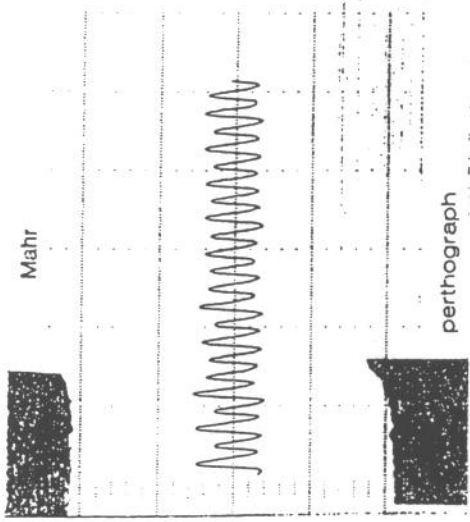
PROG: B3  
LT 1.75 MM  
LM 1.25 MM  
LC(M50) 0.25 MM

RMAX 2.38 YM  
RZ 2.18 YM  
RA 0.56 YM  
RT 2.44 YM  
PT 2.66 YM  
UT 0.61 YM

RMAX 2.58 YM  
RZ 2.33 YM  
RA 0.58 YM  
RT 2.66 YM  
PT 2.93 YM  
UT 0.55 YM

R PROFIL  
LC(M50) 0.25 MM  
VER 2.50 YM  
HOR 250.0 YM

R PROFIL  
LC(M50) 0.25 MM  
VER 2.50 YM  
HOR 250.0 YM



Requérant:  
Monsieur GERVAIS J.C.

Division MT  
GROUPE MOYENS DE FABRICATION  
SECTION M Q  
METROLOGIE - CONTRÔLE QUALITÉ

Division:  
MT/MF

Figure 3: Roughness control on flange face

7 AVR. 1993



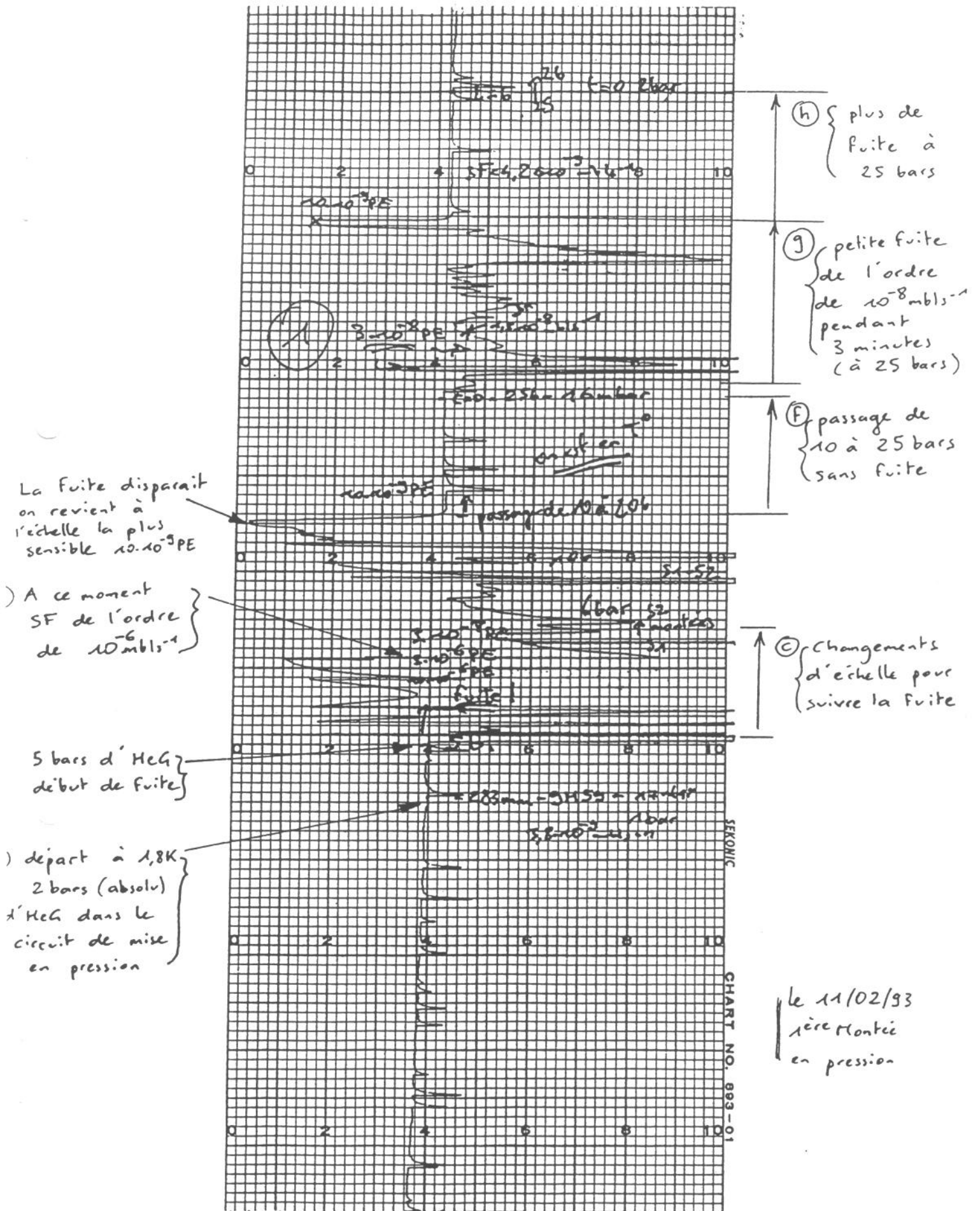


Figure 5: Exemple of test result obtained with Helicoflex™ type seal showing an important leak rate.

**PROTOCOLE DE TEST P0.1****Début de la manip**

- Fermeture de toutes les vannes (vérification)
- Mise en marche du détecteur de fuite et de la pompe de prévidage

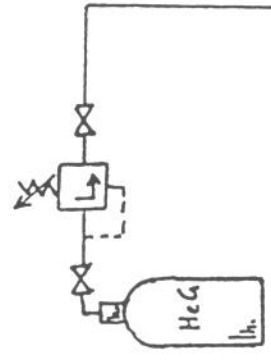
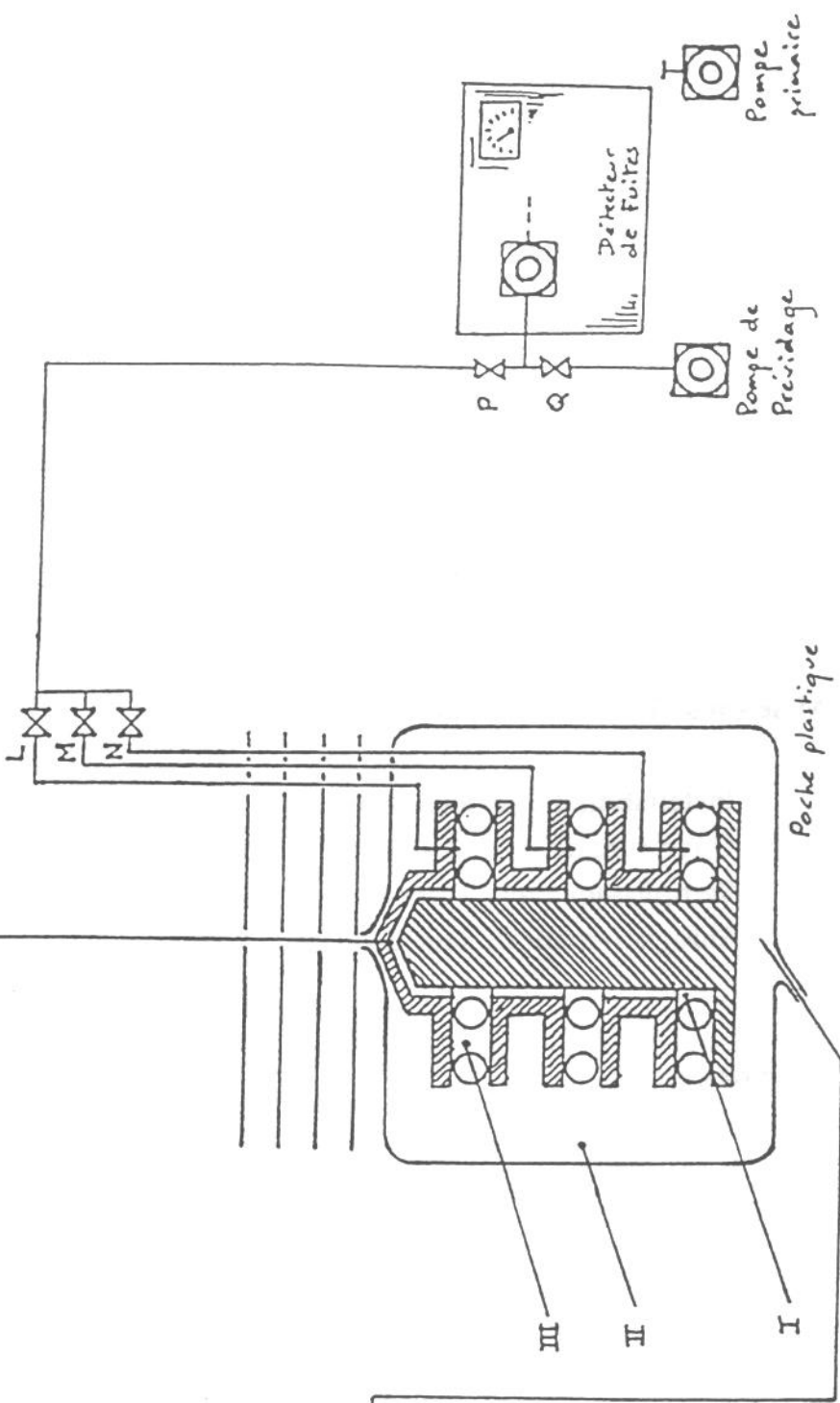
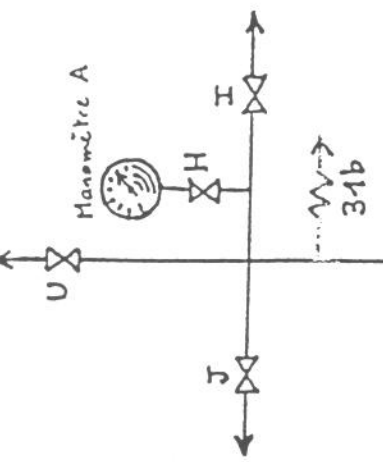
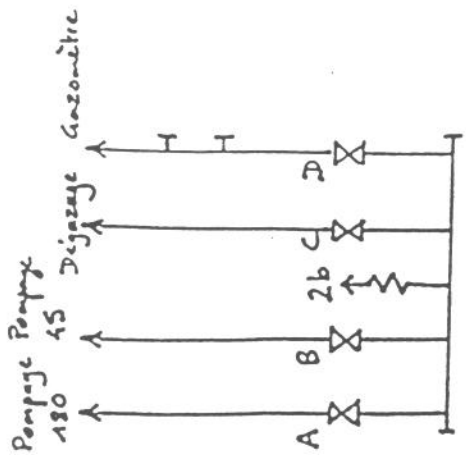
**Mise sous vide du circuit de détection de fuite**

- Installation d'une poche étanche autour des 3 brides
- Ouverture de  $L \rightarrow M \rightarrow N \rightarrow P \rightarrow Q$
- Remplissage de la poche avec de l'HeG
- Enregistrement du taux de fuite (Q fermée)

**Arrêt des essais**

- Fermeture de  $L \rightarrow M \rightarrow N \rightarrow P$
- Arrêt du détecteur de fuite et de la pompe de prévidage, mise à Patm de la pompe de prévidage
- Sortie des brides de la poche étanche

**Fin de la manip**



**SCHEMA PO**

## PROTOCOLE DE TEST P1.1

### Début de la manip

- Fermeture de toutes les vannes (vérification)
- Mise en marche du détecteur de fuite et de la pompe de prévidage

### Mise sous vide du circuit de détection de fuite

- Ouverture de L → M → N → P → Q
- Enregistrement du taux de fuite (Q fermée)

### Préparation au remplissage du circuit de pressurisation

- Mise en marche de la pompe primaire
- Ouverture de U → I
- Contrôle de la pression
- Fermeture de U → I
- Arrêt de la pompe primaire, mise à Patm de la pompe primaire
- Débranchement du flexible reliant U à la pompe primaire au niveau de U

### Remplissage du circuit de pressurisation

- Ouverture de R
- Vérification de la pression de HeG dans la bouteille
- Réglage du manodétendeur à 2 bar
- Ouverture de K → I → H

### Mise au gazomètre du circuit reliant F à J

(Facultatif : à la place, on peut installer un clapet anti-retour à la sortie de J)

- Débranchement du flexible au niveau du détendeur
- Ouverture de F (expulsion de l'air dans le flexible)
- Ouverture de J (expulsion de l'air dans le détendeur)
- Rebranchement du flexible sur le détendeur
- Fermeture de F
- Réglage du détendeur à 1,5 bar (0,5 en relatif)
- Ouverture de F (vérification de la pression en refermant F puis en l'ouvrant)
- Fermeture de J



### Mise sous pression à 30 bars à T° ambiante

- Montée progressive à 30 bars
- Fermeture de I → K
- Attendre 10 min. (si la pression diminue, rajouter de l'HeG)
- Décompression de l'HeG à l'aide de J jusqu'à 2 bars

### Mise sous pression à 30 bars à 77 K

- Descente de la manip dans l'N<sub>2</sub>L ]
- Ouverture de K ]
- Ouverture progressive de I ]
- Attendre 10 min ] 10 fois
- Fermeture de I → K ]
- Décompression de l'HeG à l'aide de J jusqu'à 2 bars ]
- Remontée de la manip hors de l'N<sub>2</sub>L ]

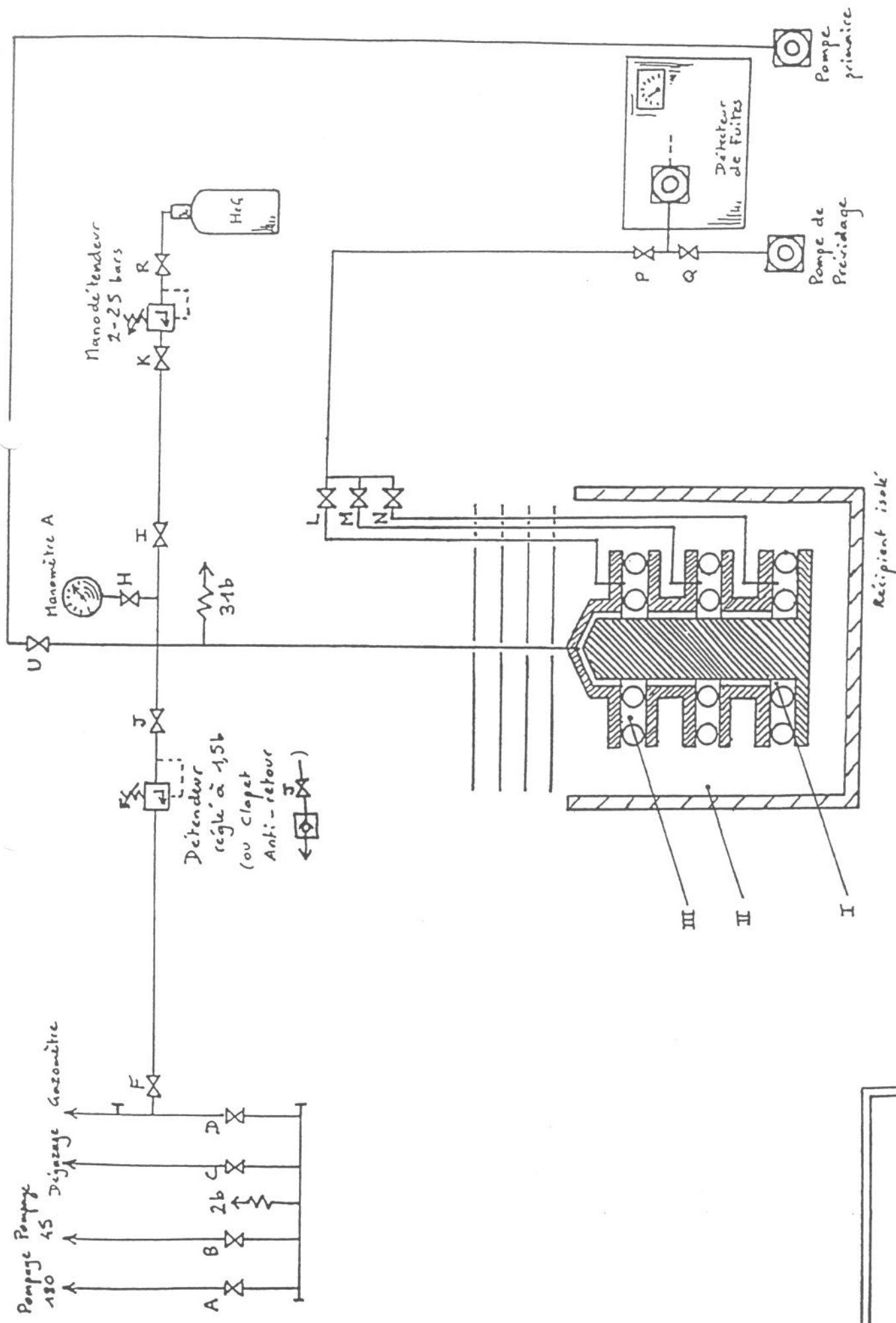
### Remise à T° ambiante

- Fermeture de R
- Ouverture de K → I → J
- Réglage du manodétendeur à 0 bars
- Fermeture de K → I → H
- Arrêt du détecteur de fuite et de la pompe de prévidage, mise à P<sub>atm</sub> de la pompe de prévidage
- Installation d'un clapet anti-retour sur le circuit de détection après une mise en pression à 1,2 bar d'N<sub>2</sub>G
- Fermeture de P

### Après réchauffement

- Fermeture de J → F
- Rebranchement du circuit de détection sur le détecteur
- Fermeture de L → M → N

### Fin de la manip



**SCHEMA P1**

## PROTOCOPE DE TEST P2.1

### Début de la manip

- Fermeture de toutes les vannes (vérification)
- Mise en marche du détecteur de fuite et de la pompe de prévidage

### Mise sous vide du circuit de détection de fuite

- Ouverture de L → M → N → P → Q
- Enregistrement du taux de fuite (Q fermée)

### Préparation au remplissage du circuit de pressurisation

- Mise en marche de la pompe primaire
- Ouverture de U → I
- Contrôle de la pression
- Fermeture de U → I

### Remplissage du circuit de pressurisation

- Ouverture de R
- Vérification de la pression de HeG dans la bouteille
- Réglage du manodétendeur à 2 bars
- Ouverture de K → I → H
- Fermeture de I → K
- Décompression de l'HeG à l'aide de J jusqu'à Patm
- Fermeture de H

### Préparation à un second remplissage

- Ouverture de U → I
- Contrôle de la pression
- Fermeture de U → I
- Arrêt de la pompe primaire, mise à Patm de la pompe primaire
- Débranchement du flexible reliant U à la pompe primaire au niveau de U

### Second remplissage du circuit de pressurisation

- Ouverture de K → I → H

### Mise au gazomètre du circuit reliant F à J

- Débranchement du flexible au niveau du détendeur
- Ouverture de F (expulsion de l'air dans le flexible)
- Ouverture de J (expulsion de l'air dans le détendeur)
- Rebranchement du flexible sur le détendeur
- Fermeture de F
- Réglage du détendeur à 1,5 bar (0,5 en relatif)
- Ouverture de F (vérification de la pression en refermant F puis en l'ouvrant)
- Fermeture de J

### Fin des opérations de remplissage du circuit de pressurisation

- Fermeture de I → K → R
- Contrôle de la pression sur le manomètre A (vérifier en permanence l'évolution de la pression au cours de la manip). La pression ne doit pas dépasser 3 bars :
  - si la pression monte un peu : ouverture de J
  - si la pression monte rapidement : ouverture de U
  - si la pression < 1 bar : ajout de HeG (ouverture de R → K → I)

### Refroidissement du cryostat (uniquement s'il est chaud)

- Branchement d'un dewar de N<sub>2</sub>L sur le cryostat (par exemple sur l'entrée d'HeL)
- Mise à Patm du cryostat (par exemple en débranchant la vanne G ou en débranchant le flexible entre le cryostat et le collecteur)
- Branchement de la résistance de température
- Ouverture de la vanne sur le dewar
- Vérifier que la résistance reste > 45 Ω (Si N<sub>2</sub>L on a 22 Ω)
- Fermeture de la vanne sur le dewar
- Rebranchement de la vanne G ou du flexible entre le cryostat et le collecteur
- Dans le local du labo cryogénie, mise en marche de la pompe de dégazage → ouverture de la vanne située sur la pompe
- Ouverture de C
- Contrôle de la pression sur le manomètre B (attendre < 2 mbar)
- Fermeture de C
- Dans le local du labo cryogénie, fermeture de la vanne située sur la pompe de dégazage → arrêt de la pompe

## Transfert des fluides cryogéniques

- Ouverture de D (si fermée)
- Ouverture de E (si le dewar d'HeL n'est pas installé)
- Installation du dewar d'HeL sur le collecteur (si non fait)
- Branchement d'une canne de transfert sur cryostat (sans que l'extrémité de la canne ne touche le liquide, s'il en reste)
- Branchement d'une canne de transfert sur le dewar d'HeL (procéder lentement et sans toucher le fond du dewar)
- Branchement d'un flexible sur la canne du cryostat
- Expulsion de l'air dans la canne du dewar
- Branchement d'un flexible sur la canne du dewar
- Fermeture de E
- Installation d'une bouteille de HeG
- Réglage du manodétendeur à 120 mbar
- Expulsion de l'air dans le flexible
- Branchement du flexible sur dewar HeL
- Ouverture de la vanne d'entrée d'HeG sur le dewar
- Mise en marche de la sonde de niveau d'HeL
- Réglage du manodétendeur à 130 mbar dès que l'on détecte du HeL dans le cryostat

## Fin du transfert

- Fermeture des vannes d'arrivée d'HeG sur manomètre et sur dewar lorsqu'on a 600 mm d'HeL
- Ouverture de E
- Débranchement du flexible de la canne du dewar d'HeL
- Débranchement du flexible de la canne du cryostat
- Sortir les cannes du cryostat et du dewar (les chauffer s'il y a blocage)

## Mise sous pression à 25 bars à 4,2 K

- Attendre que la température dans le circuit de pressurisation soit stabilisée (manomètre A ne varie plus)
- Ouverture de R
- Vérification de la pression de HeG dans la bouteille
- Réglage du manodétendeur à 25 bars
- Ouverture de K ]
- Ouverture progressive de I ]
- Attendre 5 min ]
- Fermeture de I → K ] 3 fois
- Décompression de l'HeG à l'aide de J jusqu'à 2 bars ]
- Stabilisation 10 min à 2 bars ]

### Pompage sur bain d'HeL

- Mise en marche des pompes 45 et 180 (dans le local du labo cryogénie, comme pour le dégazage)
- Fermeture de D
- Ouverture de B → A
- Contrôle de la pression sur le manomètre B (attendre 16 mbar)
- Pendant toute la manip, jouer sur les vannes A et B afin de maintenir les 16 mbars dans le cryostat

### Mise sous pression à 25 bars à 1,8 K

- Attendre que la température dans le circuit de pressurisation soit stabilisée (manomètre A ne varie plus)
- Ouverture de K ]
- Ouverture progressive de I ]
- Attendre 5 min ] 10 fois
- Fermeture de I → K ]
- Décompression de l'HeG à l'aide de J jusqu'à 2 bars ]
- Stabilisation 10 min à 2 bars ]

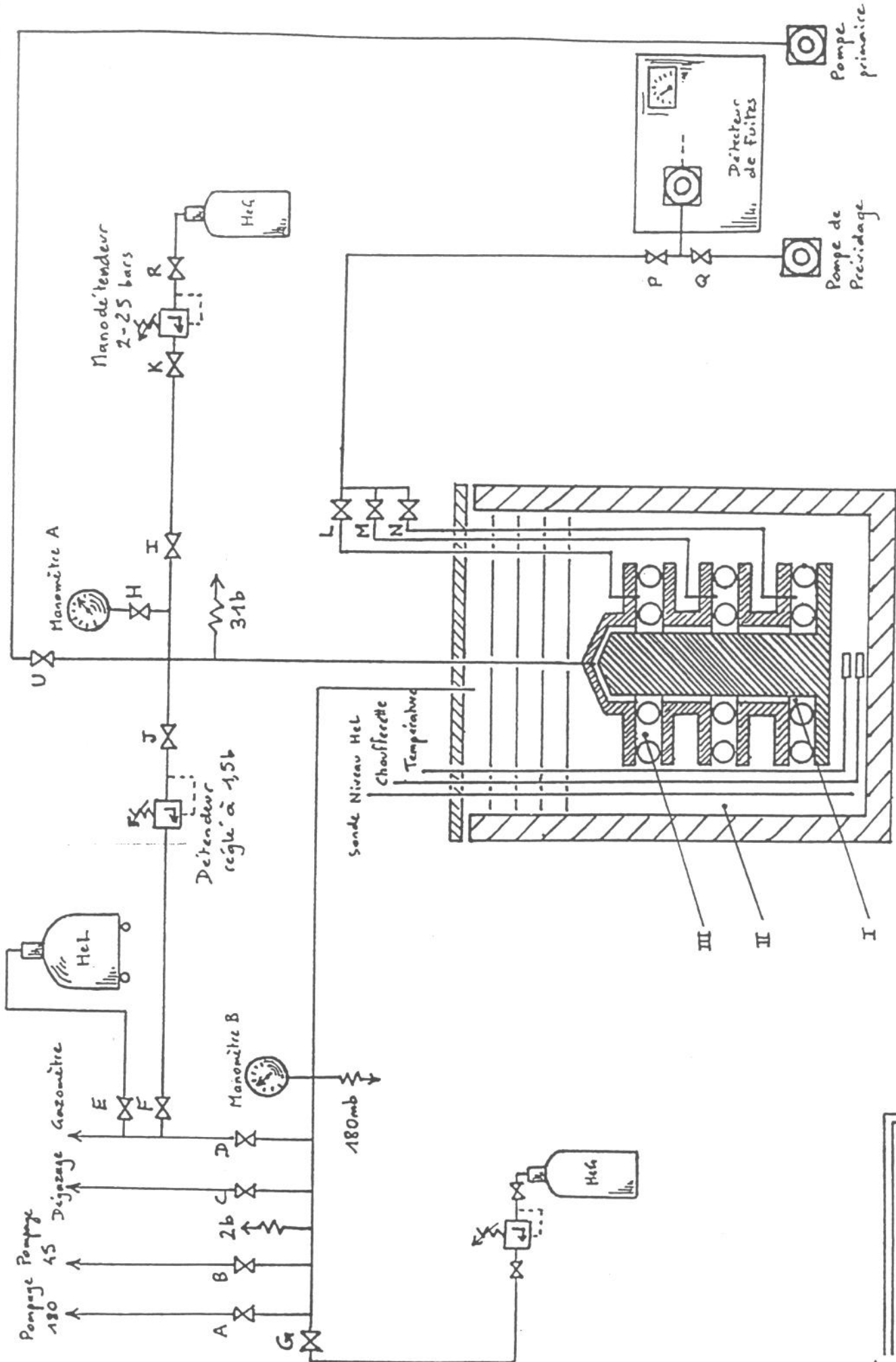
### Remise à la température ambiante

- Fermeture de A → B
- Extinction des pompes 180 et 45
- Fermeture de R → I
- Débranchement du tuyau d'alimentation en HeG au niveau de K
- Réglage du manodétendeur à 0 bars
- Fermeture de K
- Ouverture de J
- Arrêt du détecteur de fuite et de la pompe de prévidage, mise à Patm de la pompe de prévidage
- Installation d'un clapet anti-retour sur le circuit de détection après une mise en pression à 1,2 bar d'N<sub>2</sub>G
- Fermeture de P
- Branchement d'une bouteille d'HeG sur G
- Ouverture de G afin de "casser" le vide
- Fermer G lorsque le manomètre B indique Patm
- Ouverture de D
- Brancher la chaufferette (~ 15 W)
- Attendre jusqu'à ce que la résistance de température indique 75 Ω
- Fermeture de D
- Ouverture du cryostat

### Après réchauffement

- Fermeture de  $J \rightarrow F$
- Rebranchement du circuit de détection sur le détecteur
- Fermeture de  $L \rightarrow M \rightarrow N$

Fin de la manip



**SCHEMA P2**



## **Le test par accumulation**

Lors de tests à très basse température (4.2 K ou 1.8 K), nous nous sommes rendus compte que le signal de fuite enregistré par le détecteur était plus important lorsque celui-ci était isolé de la colonne de test.

Ce résultat semble paradoxal puisque même dans le cas où les joints sont parfaitement étanches, le signal doit toujours être plus important sur l'ensemble du circuit que sur une seule partie (phénomène de dégazage).

En fait, lorsque la colonne de test est plongée dans l'hélium liquide, elle agit comme une pompe cryogénique. Si un joint fuit, une partie plus ou moins importante des atomes d'hélium reste donc piégée sur les parois froides de la colonne.

Pour contourner ce problème et ainsi obtenir la vraie valeur de fuite du système, nous effectuons un test par accumulation à la fin de chaque campagne de tests.

### **1. Recommandations préliminaires**

Le test doit se faire après quelques jours de travail. Le détecteur doit être stable et le vide dans les volumes inter-tores doit être excellent. Il ne faut donc pas faire ce test un lundi matin ou après un arrêt prolongé.

Le matin du test par accumulation, il faut vérifier que la température du système est supérieure à 20 K, car l'accumulation d'hélium ne doit se faire que sur le temps du test et pas sur les jours précédents. La température initiale idéale se situe donc entre 20 et 80 K (si elle est trop élevée, le système n'aura pas le temps de se stabiliser à 1.8 K avant le test).

### **2. Mise en oeuvre**

- Enregistrement du signal de fuite (détecteur stable, cryostat à 20 K environ, 2 bar d'hélium dans la colonne de mise en pression).
- Transfert d'hélium liquide puis descente en température à 1.8 K.
- Mise en pression de la colonne à 25 bar.
- Fermeture de la vanne V2 (entrée du détecteur).
- Système isolé pendant 4 ou 5 heures (cryostat à 1.8 K, 25 bar dans la colonne).
- Réchauffage rapide à 20 K, détente de la pression dans la colonne (2 bar).

- Ouverture de V2 (attention, cette opération est extrêmement délicate et dangereuse pour le cellule. Il faut vérifier la pression à l'entrée du détecteur avant l'ouverture).
- Enregistrement du pic du signal jusqu'à retrouver une valeur stable.

### 3. Exploitation des résultats

Prenons pour exemple une pièce parfaitement étanche reliée à un détecteur. Le signal de fuite du système est stable à  $1.10^{-9}$  mbar.l.s<sup>-1</sup>. En fermant la vanne V2, le signal retombe à  $7.10^{-10}$  mbar.l.s<sup>-1</sup>. La différence de  $3.10^{-10}$  mbar.l.s<sup>-1</sup> entre le signal V2 fermée et V2 ouverte est due au dégazage de la pièce à tester, qui bien qu'étanche, libère de l'hélium piégé sur les parois. Cette différence existe toujours, même si elle tend vers 0 lorsque le temps de pompage est infini.

On laisse V2 fermée pendant 60 secondes puis on l'ouvre. On note alors un pic dans le signal qui retombe après quelques instants. En fait, ce pic correspond à la quantité d'hélium dégazé pendant les 60 secondes où la pièce est isolée, et qui est aspirée quasi instantanément par le détecteur au moment de l'ouverture de V2.

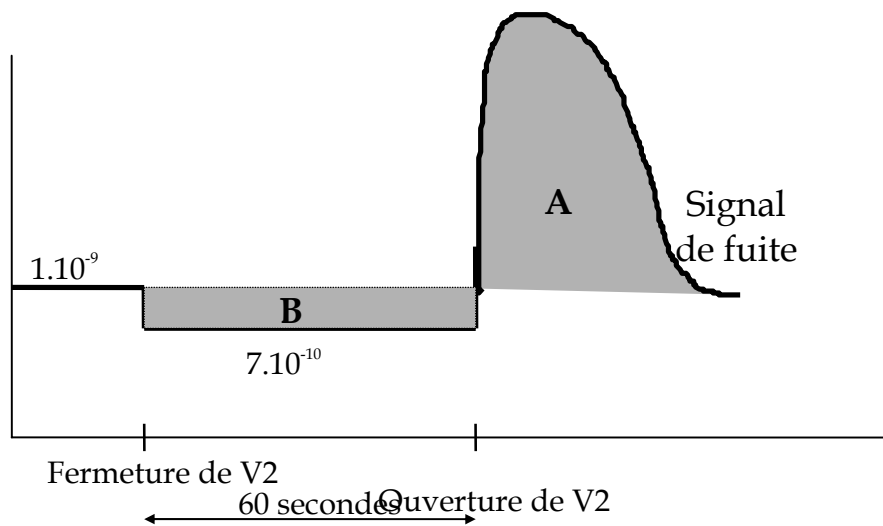


Fig. 1: Exemple de calcul pour le test par accumulation

La quantité d'hélium dégazé a pour valeur l'aire B soit :

$$3.10^{-10} \text{ (mbar.l.s}^{-1}) \cdot 60 \text{ (sec)} = 1.8.10^{-8} \text{ mbar.l.}$$

Etant donné que notre pièce est étanche, au moment de l'ouverture de V2, c'est cette même quantité d'hélium que l'on va détecter. D'où le pic de valeur A.

$$\text{Pièce étanche : } A = B.$$

Supposons que pendant les 60 secondes de test, une quantité d'hélium  $F$  est introduite dans la pièce par un moyen quelconque (apparition d'une fuite, par exemple). Au moment de l'ouverture de  $V_2$ , le pic sera plus important et on aura alors :

$$\text{Apparition d'une fuite : } A = B + F.$$

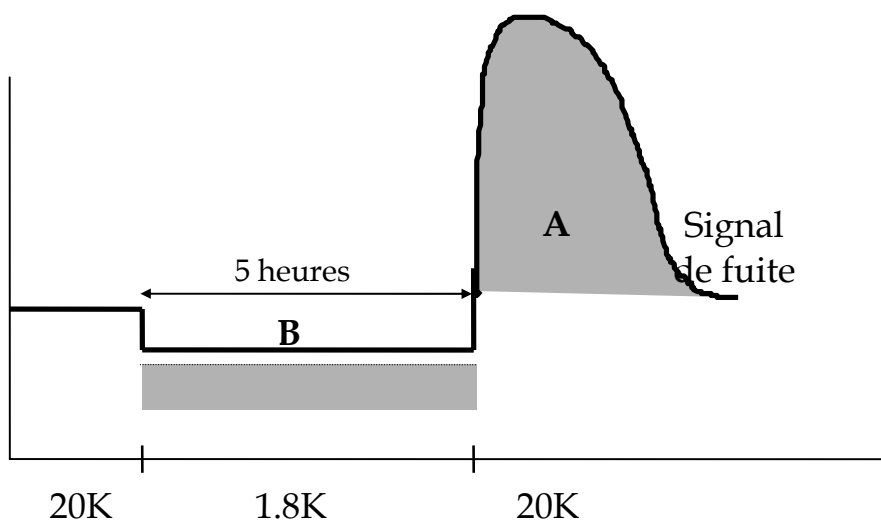
Appliquons ce principe à notre problème. En partant d'un système stable à 20 K (pas d'accumulation d'hélium), on descend le plus rapidement possible à 1.8 K.

Remarque : cette opération qui prend plus d'une heure devrait idéalement être instantanée.

On envoie la pression d'hélium dans la colonne et on ferme  $V_2$ . Le système à 1.8 K et 25 bar de pression est isolé pendant un temps très long (5 heures, par exemple) afin de minimiser l'importance des temps de passage de 20 K à 1.8 K puis de 1.8 K à 20 K. Pendant ces 5 heures de test, la pression d'hélium dans la colonne crée ou ne crée pas de fuite au niveau des joints, et la quantité d'hélium résultante  $F$  reste dans les volumes inter-tores isolés du détecteur.

Etant donné que le système est à 1.8 K, une partie de  $F$  est certainement piégée sur les parois froides du système. On comprend donc qu'en lecture directe, le détecteur n'enregistrerait pas la totalité du signal.

En fin de test, on remonte rapidement à 20 K puis on détend la pression dans la colonne. En supposant qu'aucun atome d'hélium ne reste piégé sur les parois à 20 K, on ouvre  $V_2$  afin d'enregistrer le pic de valeur  $A$ . En calculant  $B$  (voir l'exemple de la pièce étanche), on obtient la valeur  $F$  ( $F = A - B$  en mbar.l). Il suffit alors de diviser  $F$  par le temps (5 heures) pour obtenir la valeur de fuite moyenne des joints à chaque instant du test (en mbar.l.s<sup>-1</sup>).



Fermeture de V2,      Detente a 2 bar,  
25 bar                      Ouverture de V2

Fig. 2 : Calcul du taux de fuite pour le test par accumulation

#### 4. Validité des résultats

Le problème du cryopompage empêche toute quantification exacte des fuites mesurées lors des 10 tests à 1.8 K du Protocole P2. Cependant, la pratique montre qu'une grosse fuite est toujours détectable. De plus, ces tests restent nécessaires car ils permettent de solliciter les joints par des mises en pression répétées.

Le test par accumulation permet quant à lui d'obtenir une valeur de fuite non faussée. Néanmoins, la précision du résultat est moins bonne que lors d'un test en lecture directe. En effet, la valeur de fuite s'obtient par la différence de deux aires dont la mesure reste approximative. On peut améliorer la précision en prolongeant au maximum le test (colonne isolée pendant plus de 4 ou 5 heures), mais la stabilité de certains paramètres devient alors difficile à maîtriser (niveau d'hélium liquide, pression du bain, pression dans la colonne), ce qui crée de nouvelles sources d'erreur.

En conclusion, le test par accumulation nous donne la valeur vraie de la fuite mais avec une précision inférieure à celle d'un test en lecture directe.

**ECOLE D'INGENIEURS DE GENEVE**

**SECTION : GENIE ELECTRIQUE AVEC ORIENTATION NUCLEAIRE**

**ESSAIS DE JOINTS D'ETANCHEITE POUR  
L'HELIUM SUPERFLUIDE**

CANDIDAT: de STOUTZ Frédéric

SESSION :1993

RESULTATS OBTENUS POUR LA PREMIERE SERIE DE TESTS :

Joint double-diamant massif, en alliage d'aluminium AlCu 2219

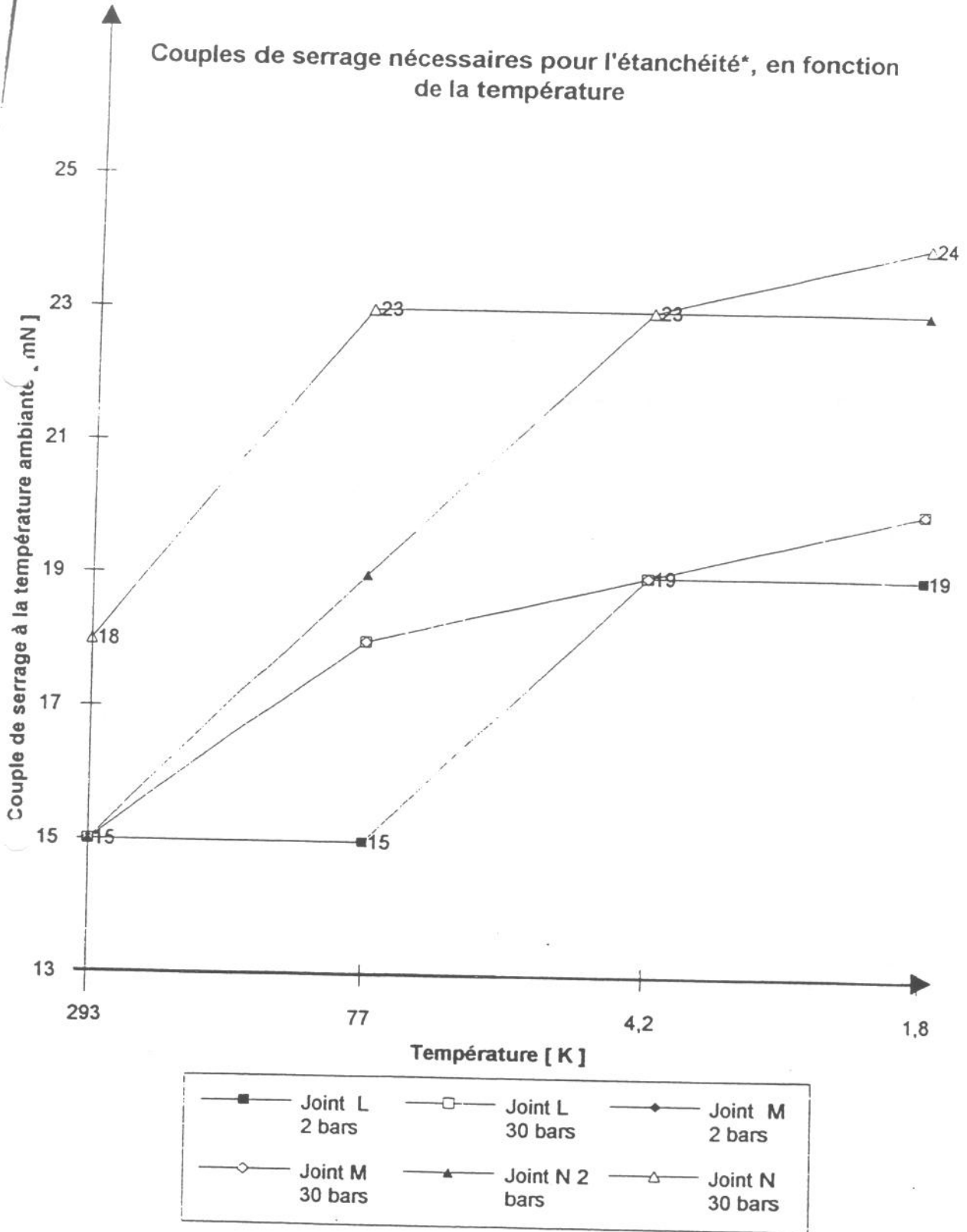
couples de serrage  
pour l'étanchéité

		joint L	joint M	joint N
T° ambiante à 293 K	2 bars	15 mN	15 mN	15 mN
	30 bars	15 mN	15 mN	18 mN
T° azote liquide à 77 K	2 bars	15 mN	15 mN	19 mN
	30 bars	18 mN	18 mN	23 mN
T° hélium liquide à 4,2 K	2 bars	19 mN	19 mN	23 mN
	25 bars	19 mN	19 mN	23 mN
T° hélium liquide à 1,8 K	2 bars	19 mN	19 mN	23 mN
	25 bars	20 mN	20 mN	24 mN

Taux de fuites à 25 ( ou 30 ) [ bars ] :Taux de Fuites  
[ mb.l/s ]

	joint L	joint M	joint N
T° ambiante, 293 K	$< 1.10^{-10}$	$< 1.10^{-10}$	$< 1.10^{-10}$
T° azote liquide, 77 K	$< 1.10^{-10}$	$< 1.10^{-10}$	$< 1.10^{-10}$
T° hélium liquide:4,2K	$< 3.10^{-9}$	$< 3.10^{-9}$	$< 3.10^{-9}$
T° hélium liquide:1,8K	$< 6.10^{-10}$	$< 6.10^{-10}$	$< 6.10^{-10}$
T° hélium liquide:1,8K tests par accumulation	$< 7,3.10^{-11}$		

mière série de test, sur les joints double-diamant massif, en alliage d'aluminium AlCu 2219



\* signal de fuite < à 5E-10 [ mb.l/s ]

RESULTATS OBTENUS POUR LA DEUXIEME SERIE DE TESTS :

Joint double-diamant massif, en alliage d'aluminium AlCu 2219

couples de serrage  
pour l'étanchéité

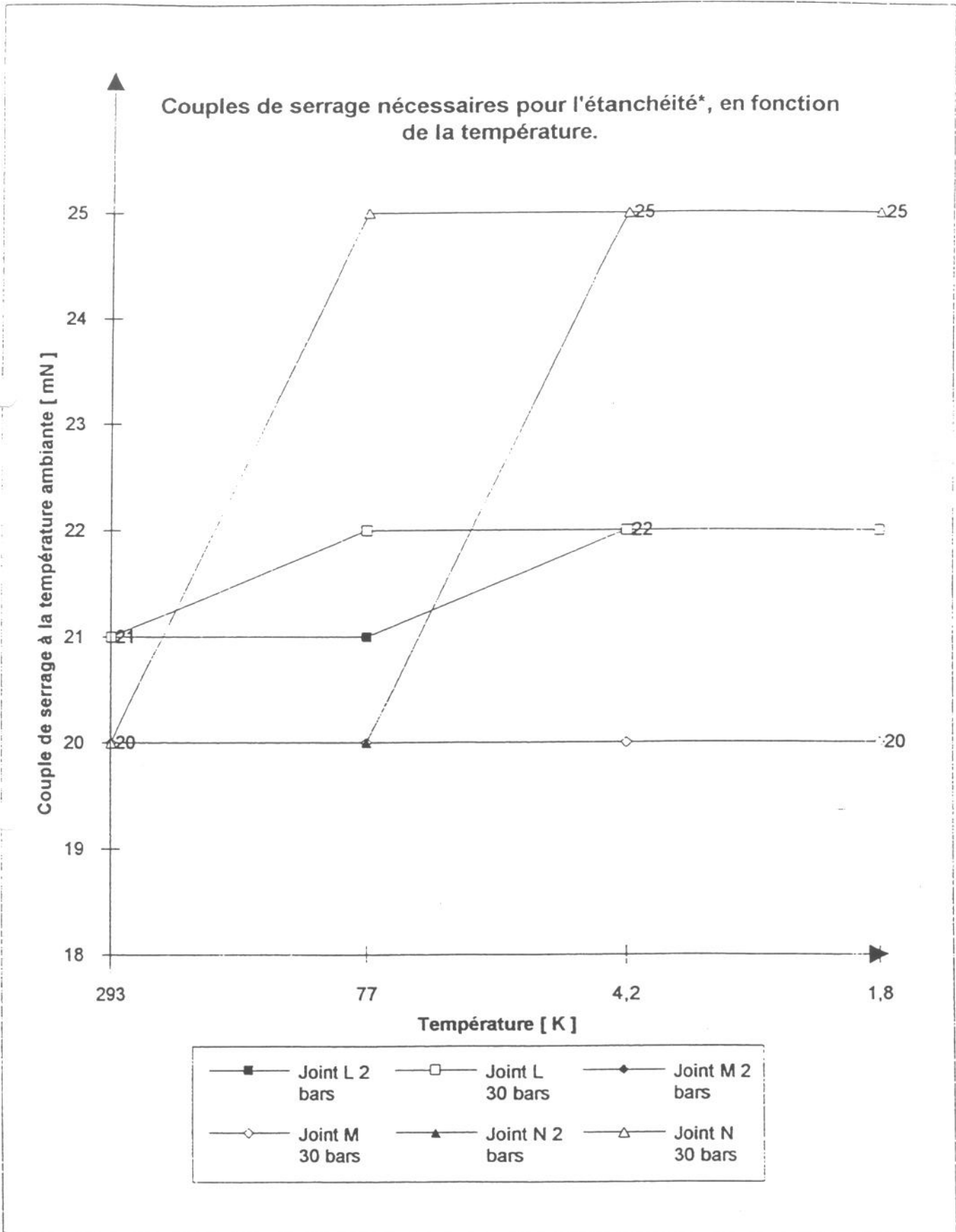
		joint L	joint M	joint N
T° ambiante à 293 K	2 bars	21 mN	20 mN	20 mN
	30 bars	21 mN	20 mN	20 mN
T° azote liquide à 77 K	2 bars	21 mN	20 mN	20 mN
	30 bars	22 mN	20 mN	25 mN
T° hélium liquide à 4,2 K	2 bars	22 mN	20 mN	25 mN
	25 bars	22 mN	20 mN	25 mN
T° hélium liquide à 1,8 K	2 bars	22 mN	20 mN	25 mN
	25 bars	22 mN	20 mN	25 mN

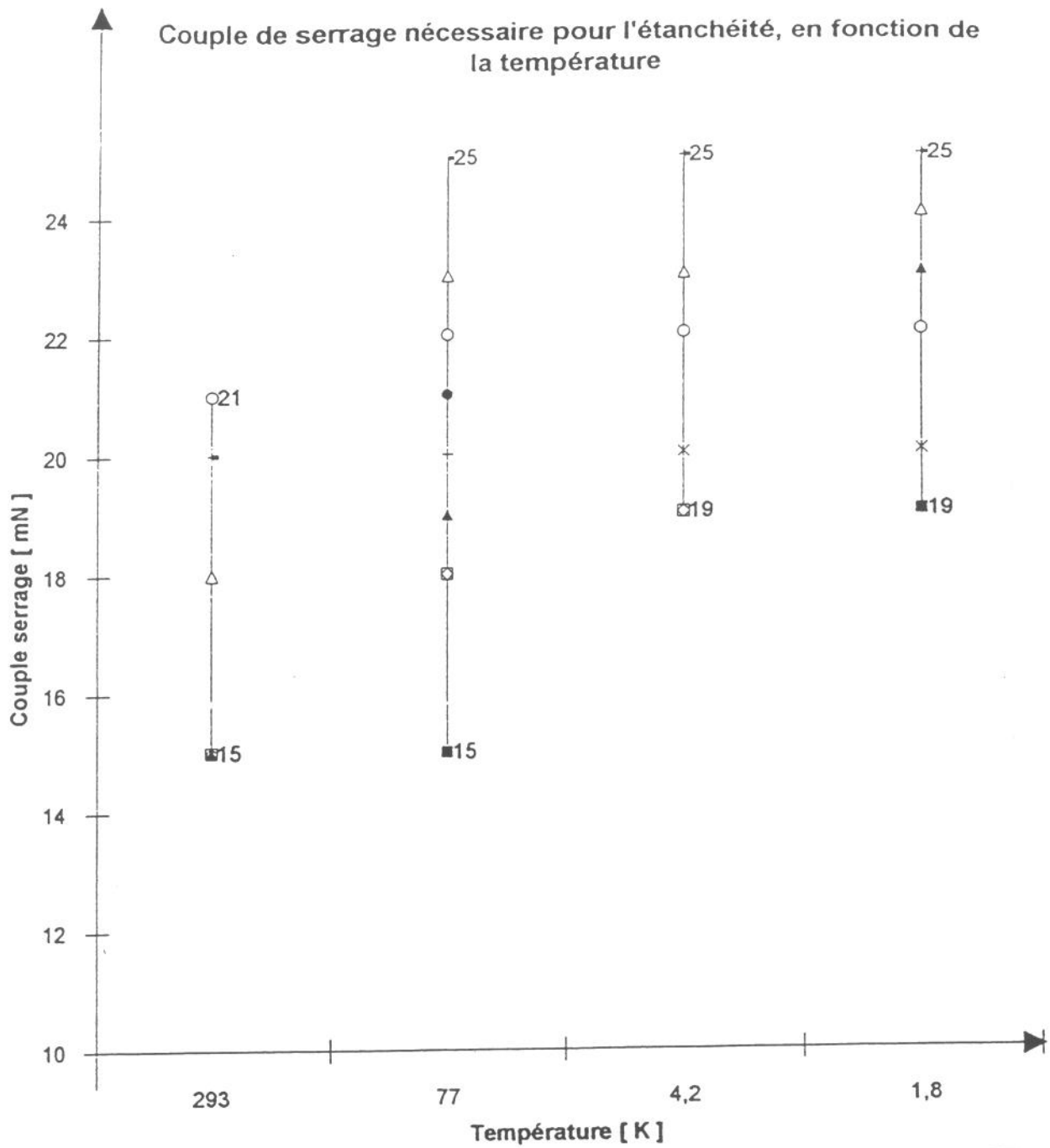
Taux de fuite à 25 ( ou 30 ) [ bars ] :Taux de Fuites  
[ mb.l/s ]

	joint L	joint M	joint N
T° ambiante, 293 K	$< 1.10^{-10}$	$< 1.10^{-10}$	$< 1.10^{-10}$
T° azote liquide, 77 K	$< 1.10^{-10}$	$< 1.10^{-10}$	$< 1.10^{-10}$
T° hélium liquide, 4,2K	$< 1.10^{-10}$	$< 1.10^{-10}$	$< 1.10^{-10}$
T° hélium liquide, 1,8K	$< 6.10^{-10}$	$< 6.10^{-10}$	$< 6.10^{-10}$
T° hélium liquide, 1,8K tests par accumulation	$< 2,5.10^{-10}$		



Deuxième série de test, sur les joints double-diamant massif, en alliage d'aluminium AlCu 2219





- |                  |                   |                  |                   |
|------------------|-------------------|------------------|-------------------|
| ■ Joint L 2 bars | □ Joint L 30 bars | ◆ Joint M 2 bars | ◇ Joint M 30 bars |
| ▲ Joint N 2 bars | △ Joint N 30 bars | ● Joint L 2 bars | ○ Joint L 30 bars |
| × Joint M 2 bars | * Joint M 30 bars | + Joint N 2 bars | - Joint N 30 bars |

CARACTÉRISTIQUES		COMPOSITION CHIMIQUE %	SUSCEPTIBILITE MAGNETIQUE à 293 k	SUSCEPTIBILITE MAGNETIQUE à 18 K	RM à 293 K	RP 0,2 à 293 K	AL % à 293 K	RM à 77 K	RP à 77 K	AL % à 77 K	RM à 1,8 K	RP à 1,8 K	AL % à 1,8 K
CARRA C T E R I S A T I O N D E 4 A C I E R S	316 LN BöHLER Ecroui 11%	Cr = 16.6	2.3 . 10 <sup>-3</sup>	9.5 . 10 <sup>-3</sup>	740 MPa	605 MPa	25	1440 MPa	1030 MPa	53	1732 MPa	1320 MPa	16.5
		Ni = 13.1											
		C = 0.02											
	X20MDW AUBERT et DUVAL	N <sub>2</sub> = 0.15	2.2 . 10 <sup>-3</sup>	3.3 . 10 <sup>-3</sup>	907 MPa	570 MPa	46	1728 MPa	1260 MPa	40	1990 MPa	1643 MPa	8.0
		C = 0.027											
		Si = 0.37											
	BöHLER P 501	Mn = 4.00	1.9 . 10 <sup>-3</sup>	11.5 . 10 <sup>-3</sup>	864 MPa	494 MPa	42	1631 MPa	1037 MPa	15.5	1848 MPa	1428 MPa	10.5
		S = <0.002											
		P = 0.021											
	304 LN AVESTA	Ni = 9.09	4.8 . 10 <sup>-3</sup>		665 MPa	300 MPa	67	1684 MPa	570 MPa	44	1926 MPa	726 MPa	14.8
		Cr = 20.10											
		Mo = 2.10											
	N <sub>2</sub> = 0.429	C = 0.03											
	C = 0.03												
	Mn = 4.5												
	Cr = 20.5												
	Mo = 3.5												
	Ni = 16.5												
	N <sub>2</sub> = 0.32												
	C = 0.03												
	Cr = 18.5												
	Ni = 9.5												
	N <sub>2</sub> = 0.2												

	X20MD 6 cooling down till 1.8K	X20MD new	Bulten 316L 1 cooling down till 1.8K	Bulten 316L new
Rupture load [N]	36000	36500	38000	39500

Table 1:  
Results of room temperature tensile tests on the two tested materials (MT/SM):

Dimension of screws: M8 X 80

Type de joints	Valeur de fuite mini [mbar.l.s <sup>-1</sup> ]	Valeur de fuite maxi [mbar.l.s <sup>-1</sup> ]	Remarques
Helicoflex double tore Aluminium 1ere campagne	5.5 . 10 <sup>-9</sup>	5.5 . 10 <sup>-9</sup>	Mise au point banc de test
Helicoflex double tore Aluminium 2e campagne	Fuite	Fuite	Brides non nettoyées après le 1er test
Helicoflex double tore Aluminium 3e campagne	3.2 . 10 <sup>-9</sup>	5.3 . 10 <sup>-9</sup>	Fuite moyenne = 4 . 10 <sup>-9</sup> [mbar.l.s <sup>-1</sup> ]
Helicoflex double tore Aluminium 4e campagne	1.6 . 10 <sup>-9</sup>	8.9 . 10 <sup>-9</sup>	Petites fuites lors des montées en pression
Double Diamant Al Mg 0,5 Massif 1ere campagne	2.28 . 10 <sup>-9</sup>	2.83 . 10 <sup>-9</sup>	
Double Diamant Al Mg 0,5 Massif 2e campagne	0.94 . 10 <sup>-9</sup>	1.44 . 10 <sup>-9</sup>	
Double Diamant Al Mg 0,5 Massif 3e campagne	Fuite	Fuite	Brides usées, réusinage
Double Diamant Al Mg 0,5 Massif 4e campagne	1.52 . 10 <sup>-9</sup>	1.59 . 10 <sup>-9</sup>	
Double Diamant Al Mg 0,5 Massif 5e campagne	3.18 . 10 <sup>-9</sup>	3.28 . 10 <sup>-9</sup>	
Double Diamant Al Cu 2219 Massif 1ere campagne	0.6 . 10 <sup>-9</sup>	0.6 . 10 <sup>-9</sup>	
Double Diamant Al Cu 2219 Massif 2e campagne	0.6 . 10 <sup>-9</sup>	0.6 . 10 <sup>-9</sup>	

Montage d'un joint a vide de type HELICOFLEX CEFILAC a double tore.

**Outillages necessaires:**

- Chiffons non peluchants
- Gants en nylon
- Cle dynamometrique
- Aluminium mou (menager)
- Jauges d'epaisseur
- Cotons tige
- Chlorothene ou Alcool ethylique
- Acide chlorydrique
- Graisse Molykote BR2 (SCEM 57.75.10.250)

**Materiel necessaire:**

- Joint neuf emballe
- Visserie M8 neuve (Vis, Ecrous, Rondelles) de type: **Blanc Aero X20MD**

**Montage d'un joint sur bride**

**1. Controles et nettoyages preliminaires des brides**

- Controler visuellement les surfaces de contact des brides afin de deceler d'eventuelles rayures ou salissures.
- Si les brides ont deja ete utilisees, decaper les traces d'aluminium restant de l'ancien joint a l'acide chlorydrique a l'aide d'un coton tige puis rincer au chlorothene (ou a l'alcool).
- Avec des brides neuves, degraisser au chlorothene (ou a l'alcool).
- Secher a l'aide d'un chiffon non peluchant.
- Protoger provisoirement les surfaces par une feuille d'aluminium mou (menager).

*En aucun cas, il ne faut toucher le plan de contact bride/joint avec les doigts.*

**2. Preparation et mise en place du joint**

- Enfiler des gants avant de sortir le joint de son emballage.
- Verifier que le joint n'est pas voile, raye ou deja aplati en certains endroits.
- Degraisser le joint au chlorotene a l'aide d'un chiffon non peluchant.
- Disposer le joint dans son logement en s'aidant des plots de centrage sur la bride.

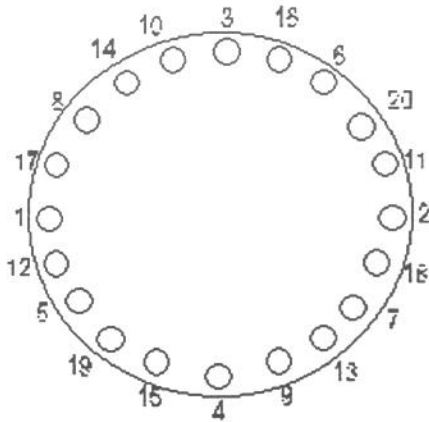
**3. Preparation de la visserie**

- Degraisser les vis, rondelles et ecrous au chlorothene.
- Enduire la partie filetee des 20 vis de graisse Molykote.

**4. Procedure de serrage**

- Verifier qu'aucune nouvelle trace ou rayure n'apparait apres la mise en place du joint, auquel cas, il faut a nouveau nettoyer le joint ou la bride.

- Mettre les deux brides en contact avec le joint et les maintenir a la main pendant que l'on place les vis.
- On prendra soin de mettre une rondelle de chaque côté (tête de vis et écrou).
- Serrer les ecrous a la main afin d'immobiliser le montage.
- Serrer d'un premier tour avec un couple de serrage de 15mN en serrant dans l'ordre suivant:



- Serrer un deuxieme tour au couple de 22mN, en verifiant que l'ecart entre les deux brides est le meme sur toute la peripherie.
- Continuer autant de fois que necessaire afin de mettre les deux brides en contact (la plus petite des cales d'epaisseur (0.05mm) ne doit pas pouvoir rentrer entre les deux brides).
- Faire un dernier tour au couple de serrage maxi de 27 mN.

Montage d'un joint a vide de type aluminium massif diamant

Outillages necessaires:

- Chiffons non peluchants
- Gants en nylon
- Cle dynamometrique
- Aluminium mou (menager)
- Jauges d'epaisseur
- Cotons tige
- Chlorothene ou Alcool ethylique
- Acide chlorydrique
- Graisse Molykote BR2 (SCEM 57.75.10.250)

Materiel necessaire:

- Joint neuf emballe
- Visserie M8 neuve (Vis, Ecrous, Rondelles) de type: **Blanc Aero X20MD**

## Montage d'un joint sur bride

### 1. Controles et nettoyages preliminaires des brides

- Controler visuellement les surfaces de contact des brides afin de deceler d'eventuelles rayures ou salissures.
- Si les brides ont deja ete utilisees, decaper les traces d'aluminium restant de l'ancien joint a l'acide chlorydrique a l'aide d'un coton tige puis rincer au chlorothene (ou a l'alcool).
- Avec des brides neuves, degraisser au chlorothene (ou a l'alcool).
- Secher a l'aide d'un chiffon non peluchant.
- Proteger provisoirement les surfaces par une feuille d'aluminium mou (menager).

*En aucun cas, il ne faut toucher le plan de contact bride/joint avec les doigts.*

### 2. Preparation et mise en place du joint

- Enfiler des gants avant de sortir le joint de son emballage.
- Verifier que le joint n'est pas voile, raye ou deja aplati en certains endroits.
- Degraisser le joint au chlorotene a l'aide d'un chiffon non peluchant.
- Disposer le joint dans son logement en s'aidant des plots de centrage sur la bride.

### 3. Preparation de la visserie

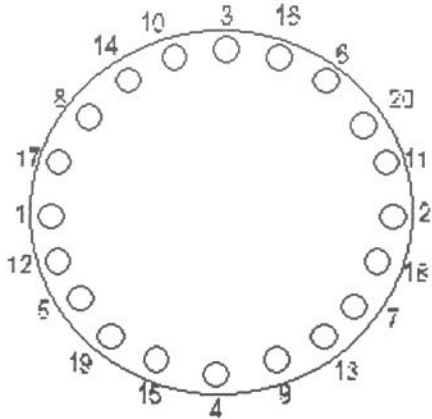
- Degraisser les vis, rondelles et ecrous au chlorothene.
- Enduire la partie filetee des 20 vis de graisse Molykote.

### 4. Procedure de serrage

- Verifier qu'aucune nouvelle trace ou rayure n'apparait apres la mise en place du joint, auquel cas, il faut a nouveau nettoyer le joint ou la bride.



- Mettre les deux brides en contact avec le joint et les maintenir a la main pendant que l'on place les vis.
- On prendra soin de mettre une rondelle de chaque côté (tête de vis et écrou).
- Serrer les ecrous a la main afin d'immobiliser le montage.
- Serrer d'un premier tour avec un couple de serrage de 10mN en serrant dans l'ordre suivant:



- Serrer un deuxieme tour au couple de 20mN, en verifiant que l'ecart entre les deux brides est le meme sur toute la peripherie.
- Continuer autant de fois que necessaire afin de mettre les deux brides en contact (la plus petite des cales d'epaisseur (0.05mm) ne doit pas pouvoir rentrer entre les deux brides).
- Faire un dernier tour au couple de serrage maxi de 22 mN.