

ETUDE D'UN BATI DE DEGAZAGE.

Le groupe Vide du MPS est appelé à étudier de plus en plus fréquemment le comportement sous vide des matériaux entrant dans la technologie des accélérateurs. Les mesures servent de base aux calculs des installations à vide. Elles permettent de sélectionner de nouveaux composants organiques, minéraux ou métalliques qui entreront dans les chambres à vide sous forme d'appareillage. Elles permettent de faire des mesures concernant l'amélioration des états de surface exposées au vide, l'influence de l'étuvage, des entrées d'air, des produits de nettoyage, évolution du taux de dégazage en fonction du temps de pompage, etc...

Cette étude du comportement sous vide est qualitative (analyse des gaz) et quantitative (taux de dégazage, mesure des pressions partielles). Dans cette note, nous nous intéresserons seulement à la mesure du taux de dégazage.

Rappelons en quelques lignes les lois qui régissent pratiquement le dégazage.

- Il dépend de la nature du corps à étudier.
- Il dépend du traitement subi par le corps avant la mesure (température, temps d'exposition à l'air ou à d'autres gaz, état de surface, produits de nettoyage).
- Il est proportionnel à la surface du corps exposé au vide.
- Il croît avec la température.
- Il décroît lentement dans le temps, pour tendre vers une limite.
- Le dégazage massique est indépendant de la pression pour  $P < 10^{-3} \text{ t}$ .

Cette loi n'est valable qu'en première approximation (1).

Il existe deux types de méthodes pour la mesure des dégazages :

A. Remontée de pression à volume constant  $Q = \frac{dP}{dt} V$

B. Méthode de la conductance connue.

Jusqu'à maintenant nous utilisons la première méthode qui présentait les inconvénients suivants :

a) les gaz de l'échantillon peuvent être pompés ou désorbés par la jauge, ce qui fausse la mesure.

b) il y a réadsorption des gaz de l'échantillon par les parois de l'enceinte parce que la pression est variable (2).

Pour ce bâti de dégazage, nous avons choisi la méthode de la conductance connue, qui par ailleurs est presque quasi universellement employée.

#### Principe de la mesure (figure I)

Soit une conductance connue (C) entre le dôme contenant l'échantillon à la pression P1 et le dôme directement connecté à la pompe à la pression P2. On sait que la vitesse de pompage d'une telle conductance pour un gaz de masse M est donné par :

$$S = C \left( 1 - \frac{P2}{P1} \right) \sqrt{\frac{29}{M}}$$

Le flux de dégazage fourni par l'échantillon à la pression P1 sera :

$$Q = P1 S$$

$$Q = C (P1 - P2) \sqrt{\frac{29}{M}}$$

La conductance C est calculée à partir des dimensions géométriques de celle-ci, nous avons choisi un orifice circulaire (diaphragme) dans une paroi mince.

#### Réalisation pratique (figure II)

Pompe : Il est essentiel dans ces mesures d'obtenir un vide très "propre", c'est-à-dire exempt de vapeurs d'huile et d'hydrocarbures. Deux solutions se présentaient en particulier :

- Pompe à diffusion piégée.
- Pompe Ionique.

Nous avons retenu la pompe ionique qui tend à s'imposer pour le pompage ultra-vide, ainsi nos mesures sont faites dans le vide qui correspond à l'utilisation future. Par ailleurs, la pompe ionique est plus économique, plus souple d'emploi (pas d'eau de refroidissement, pas d'azote liquide, pas de chauffage et travaille dans toutes les positions)

Nous avons choisi une pompe triode CVC de  $130 \text{ l s}^{-1}$  pour l'air et de pression limite dans la zone  $10^{-10}$  torr.

#### Brides et joints.

Pour obtenir un vide propre, il faut un système étuvable, ce qui implique des joints et des vannes métalliques. Les brides sont de deux types :

- Brides Varian "Contflat" et joint de cuivre électrolytique pour les diamètres  $1 \text{ " } \frac{1}{2}$  et  $6 \text{ " I.D.}$

- Brides A.R. et joints or pour les diamètres de 150.

#### Vannes.

Une vanne Indium  $\phi 100$  de conductance  $380 \text{ l s}^{-1}$  a été placée au dessus de la pompe pour éviter une mise à pression atmosphérique de cette dernière chaque fois qu'un échantillon doit être introduit.

Les trois autres vannes ( 2 vannes de transfert et une vanne de prévidage) sont entièrement métalliques de diamètre  $1 \text{ " } \frac{1}{2}$ .

#### Jauges.

Pour supprimer les erreurs de non-linéarité et celles dues aux différences d'étalonnage des jauges, nous n'utilisons qu'une seule jauge ( $J^M$ ) qui, par le jeu des vannes de transfert ( $V_B$  et  $V_H$ ) permettra de mesurer. P1 (Pression amont) P2 (Pression aval) et M la masse moléculaire moyenne des gaz lorsque  $J^M$  sera une jauge de pressions partielles. Un autre avantage de cette combinaison est de pouvoir maintenir sous vide la cellule d'analyse de la jauge  $J^M$  (en fermant les deux vannes de transfert) lors d'une mise à pression atmosphérique du système.

Deux jauges Bayard Alpert ont été montées en amont et en aval du diaphragme (JH et JB) pour disposer éventuellement d'un autre moyen de mesure de P1 et P2.

Ces deux jauges sont comparées l'une par rapport à l'autre, nous définissons un facteur de correction de sensibilité tel que :

$$K = \frac{\text{lecture de JH}}{\text{lecture de JB}} \text{ à pressions égales (P1 = P2)}$$

Mesure de K !

En fermant la vanne indium, nous sommes en remontée de pression, en ouvrant les deux vannes de transfert P1 = P2, à l'aide d'un enregistreur X.Y. que nous alimentons en abcisse par les lectures J<sub>B</sub> et en ordonnée par les lectures de J<sub>H</sub> nous avons obtenu la courbe III.

- Si les deux jauges avaient le même coefficient de sensibilité, la courbe serait une droite à 45°.

- Si les deux jauges étaient de plus calibrées, cette droite passerait par l'origine.

Nous constatons que la pente est égale à : 0,870, ce qui veut dire que la jauge J<sub>H</sub> a un coefficient de sensibilité plus faible que J<sub>B</sub> tel que J<sub>H</sub> = 0,870 J<sub>B</sub>, ou que J<sub>B</sub> a un coefficient de sensibilité plus élevé que J<sub>H</sub> tel que J<sub>B</sub> = 1,15 J<sub>H</sub>.

Grâce à la jauge J<sub>M</sub> nous avons, par comparaison, constaté que, seul J<sub>B</sub> a un coefficient de sensibilité correct.

Pour nos mesures de P1 et P2, nous retiendrons :

$$P1 = 1,15 \text{ lecture de J}_H$$

$$P2 = \text{lecture de J}_B$$

#### Diaphragme.

Il est amovible. On peut, lors de l'introduction de l'échantillon, choisir la conductance la plus appropriée à sa surface et à son taux de dégazage présumé. Cinq diaphragmes différents ont été réalisés : 9,2 l s<sup>-1</sup>, 7,4 l s<sup>-1</sup>, 5,8 l s<sup>-1</sup>, 3,3 l s<sup>-1</sup>, et 1,46 l s<sup>-1</sup>.

### Prévidage

Il doit, si possible, concilier trois conditions.

- Atteindre une pression la plus basse possible pour l'amorçage de la pompe ionique (plus basse est la pression d'amorçage, plus longue est la durée de vie de la pompe.)

- Prévider, si possible, les gaz les moins bien pompés par la pompe triode : Hélium, Néon et Argon.

- Extraire facilement les gaz produits pendant l'étuvage : H<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, CO-N<sub>2</sub>-CO<sub>2</sub>, provenant des parois d'acier inoxydable; Hélium, Argon, Néon et H<sub>2</sub>O provenant de la pompe ionique (les gaz nobles n'étant pas liés chimiquement au titane sont désorbés facilement à l'étuvage).

Nous avons procédé à des essais comparatifs entre les pompes à Sorption et les pompes rotatives piégées à l'azote liquide : vitesse de pompage, pressions limites et analyse des gaz résiduels après pompage.

- Les vitesses de pompage sont d'un rapport trois fois plus court avec les pompes rotatives.

- Les pressions limites sont de l'ordre de  $10^{-2}$  torr avec les pompes à sorption et de l'ordre de  $5 \times 10^{-4}$  torr avec les pompes rotatives deux étages piégées.

- L'analyse de gaz d'une enceinte pompée par la pompe à sorption (Zéolithe A5) se compose de :

35 % He

32 % N<sub>2</sub>

13 % O<sub>2</sub>

12 % Ne

7 % H<sub>2</sub>

Celle d'une pompe rotative piégée se compose de :

62,3 % N<sub>2</sub>

30 % H<sub>2</sub>

3,75 % O<sub>2</sub>

1,7 % Ar

1,7 % H<sub>2</sub>O

Il est évident que la pompe rotative piégée répond mieux aux conditions.

Étuvage.

Un four en amiante recouvert de feuille d'aluminium d'un volume de 0,2 m<sup>3</sup> sera chauffé par trois résistances Quartz de 1000 W chacune placées en sorte qu'un gradient de température s'établisse dans le four. Le point chaud étant le dôme de l'échantillon (400° C), le point froid la vanne Indium (300° C), la température sera mesurée par thermocouple Fer Constantan en trois points : Dôme échantillon - Diaphragme et vanne Indium.

Résultats obtenus sans étuvage.

Premier pompage - pression d'amorçage  $5 \times 10^{-4}$  t. après 96 heures de pompages.

P pompe  $1 \times 10^{-8}$  t.

P1  $2,1 \times 10^{-8}$  t.

P2  $2 \times 10^{-8}$  t.

Entrée d'air de 15 ' pour placer la jauge (JM).

Jauge de pression totale provisoirement pour les essais Bayard Alpert. Varian UHU. Après 5 heures de pompage, les pressions limites sont à nouveau atteintes.

Mesure du taux de dégazage de l'enceinte acier inoxydable poli électrolytiquement, non étuvé

<u>Temps de pompage</u>	Taux en $t \ l^{-1} \ s^{-1} \ cm^{-2}$		
	Par jauge JM	Par jauges JH et JB 1ère série	2e série
21 h.	$3,2 \times 10^{-11}$	$4,35 \times 10^{-11}$	$6,4 \times 10^{-11}$
65 h.	$2,3 \times 10^{-11}$	$2,7 \times 10^{-11}$	$2,3 \times 10^{-11}$
120 h.	$1,3 \times 10^{-11}$	$2,1 \times 10^{-11}$	$1,9 \times 10^{-11}$

Nous tenons à remercier Monsieur P. Riboni pour les conseils et suggestions qu'il a apportés à la réalisation de ce bâti.

M. Brouet.

Références.

(1) G. MONGODIN - F. PREVOT.

L'influence du dégazage

"Le Vide" No 61.

(2) MPS/Int. ML/V 67-2

Distribution :

Personnel scientifique et technique des Groupes Mécanique et Cibles.

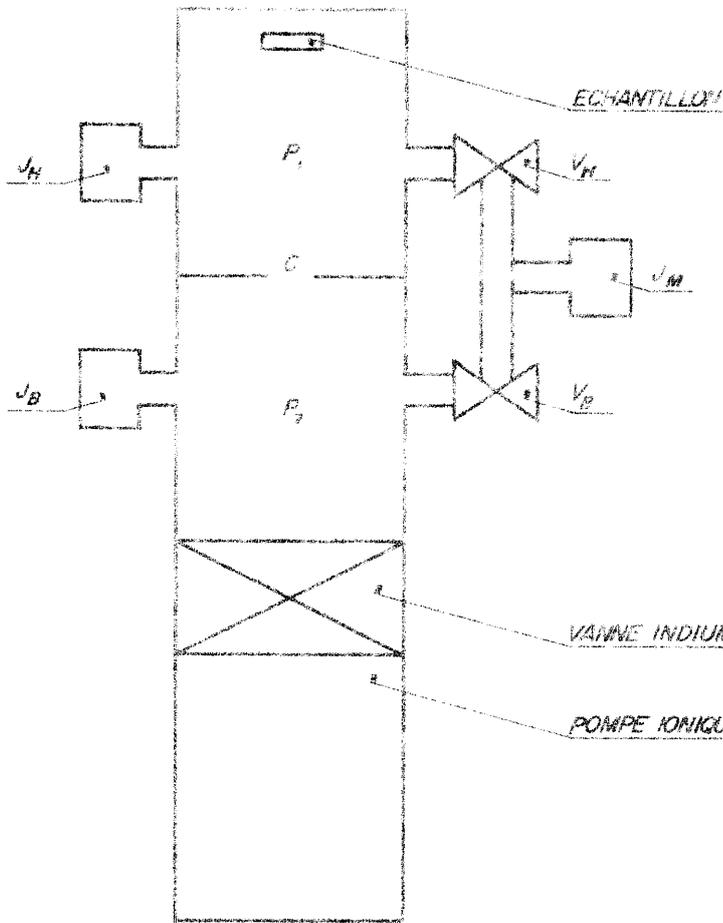
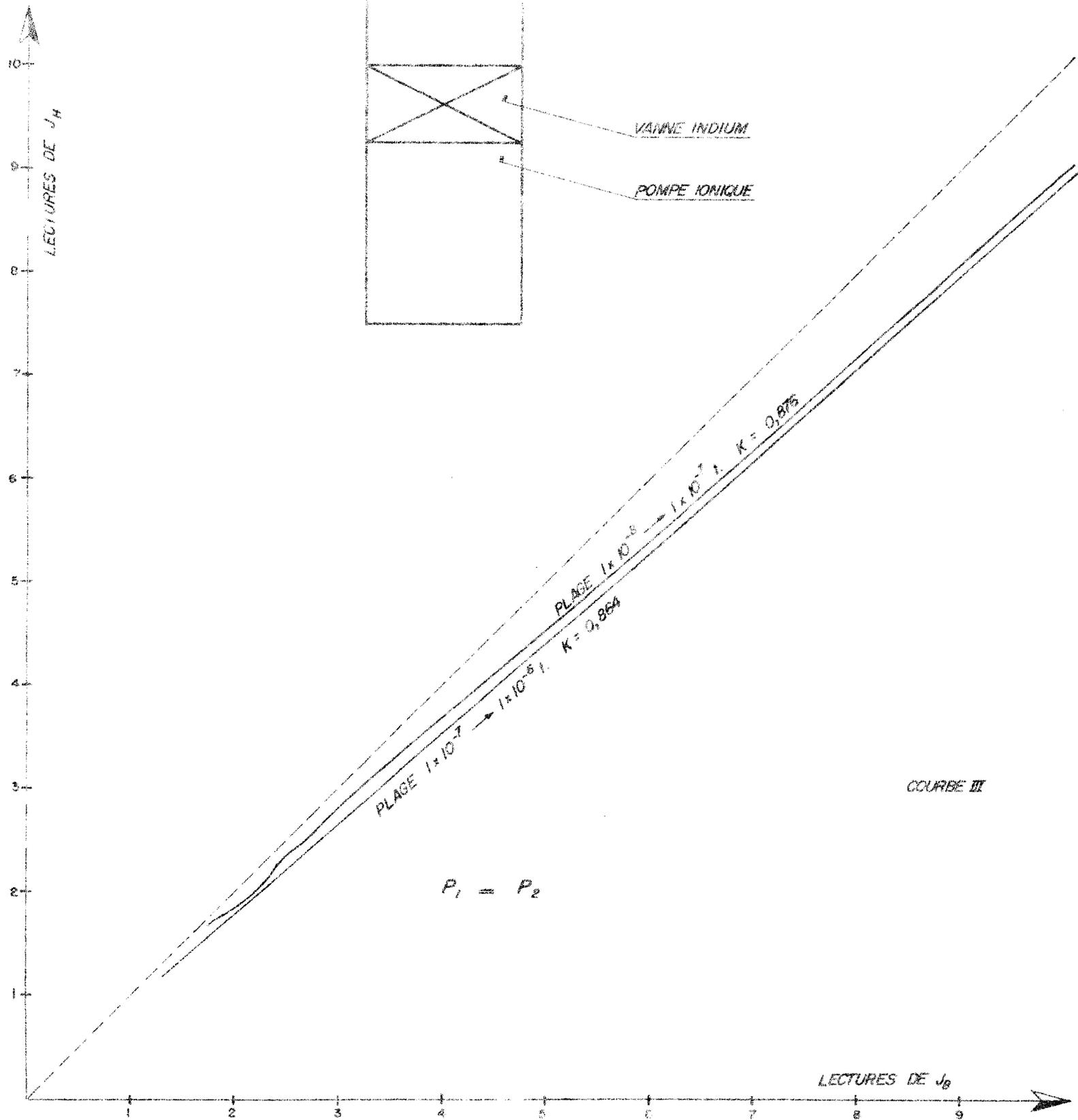


FIG. I



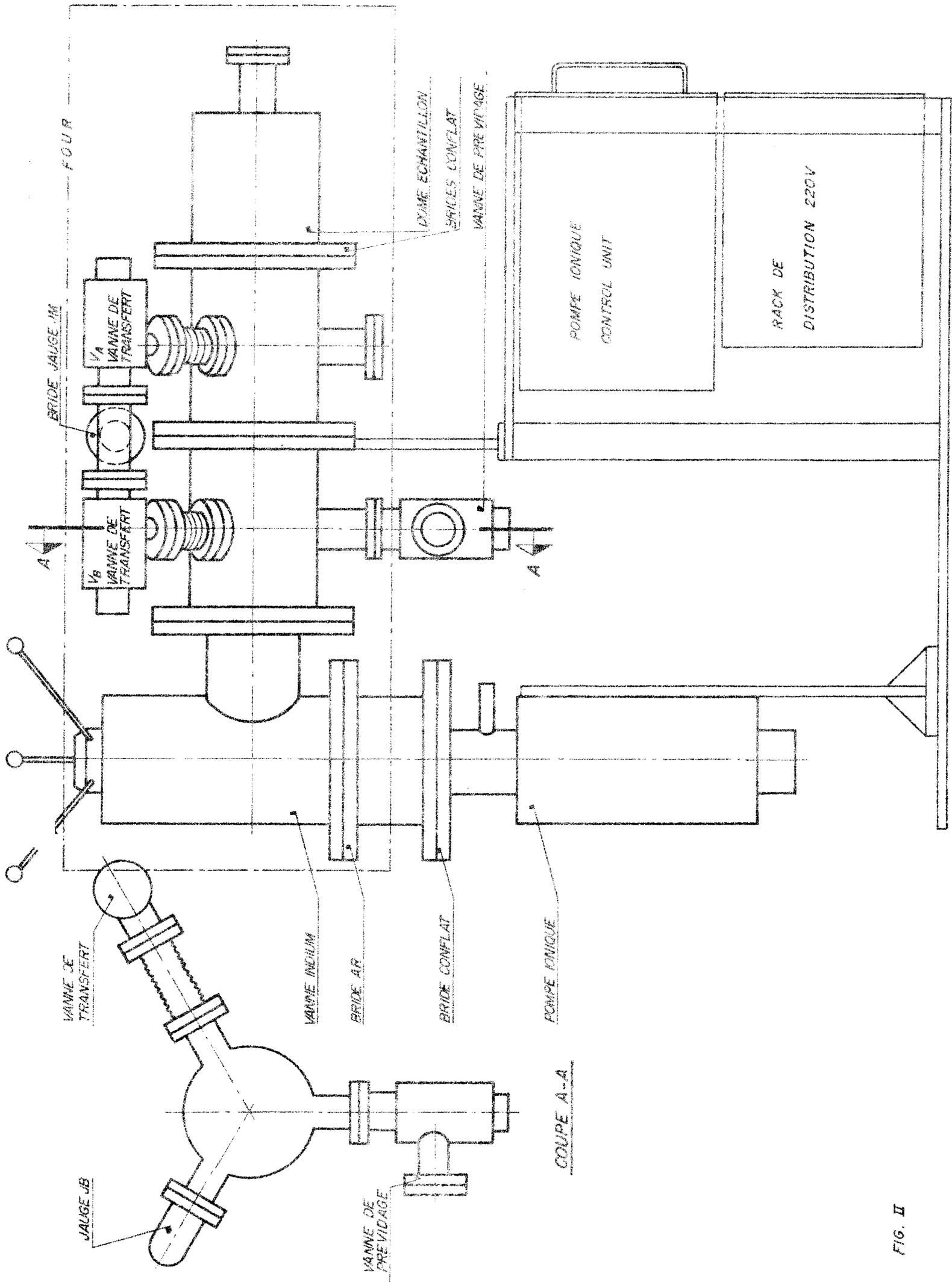


FIG. II