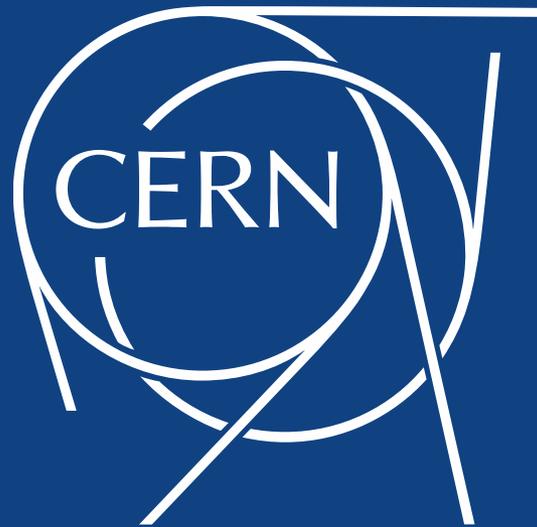


L'étuvage et le traitement thermique



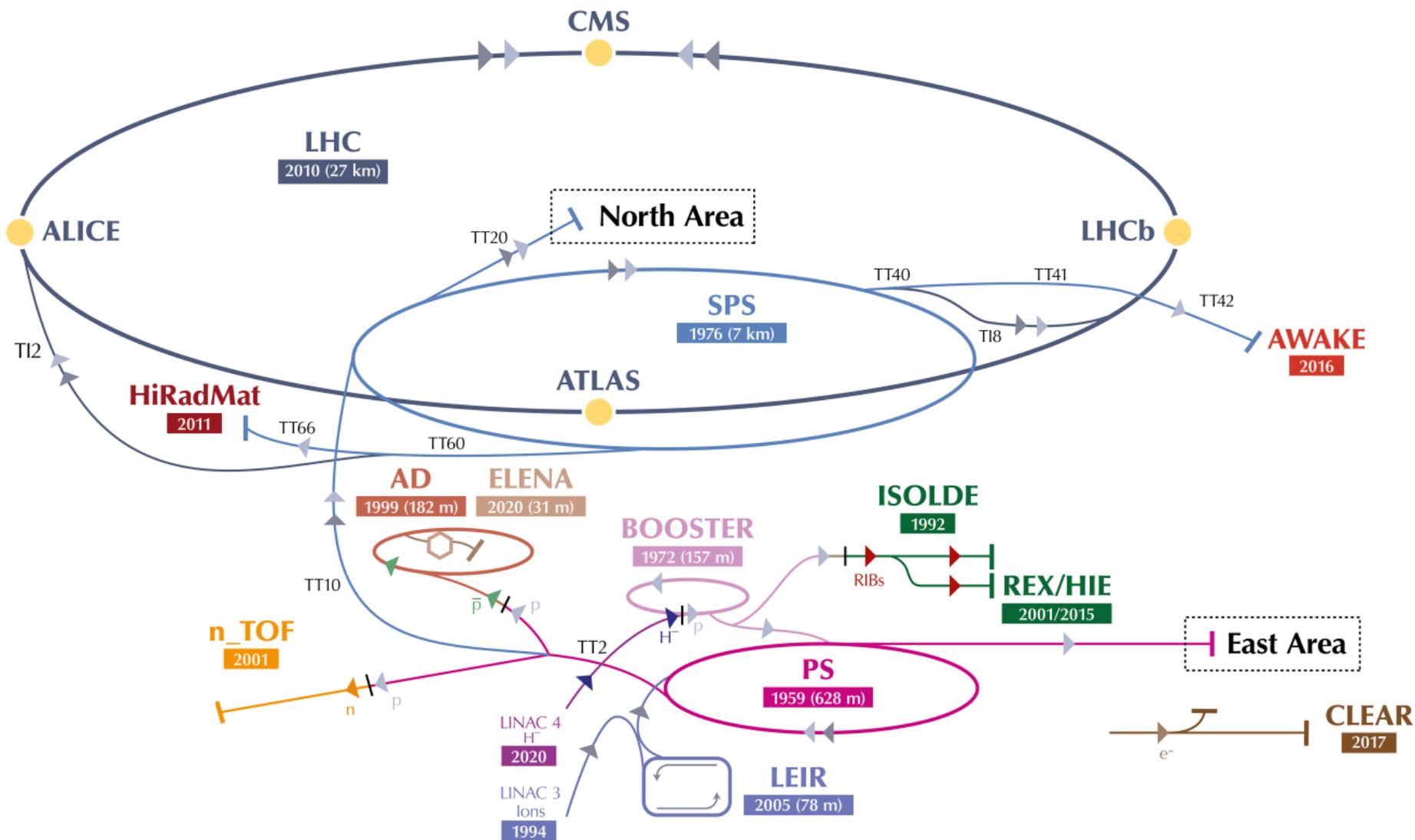
Jérôme Chauré

Technology Department
Vacuum Surfaces and Coatings group

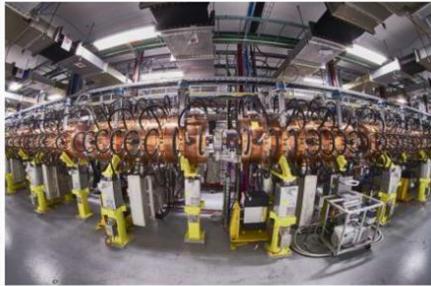
Sommaire

1. L'ultra vide au CERN
2. Le traitement thermique
3. L'étuvage
4. Exemple de résultat obtenue en fonctions des moyens utilisés

Complexe des accélérateurs du CERN



Pressions d'opération dans différents accélérateurs au CERN



Linac 4 $<2 \cdot 10^{-6}$ mbar*



PSB $<5 \cdot 10^{-8}$ mbar*



PS $<2 \cdot 10^{-8}$ mbar*



ELENA ring $<4 \cdot 10^{-12}$ mbar



SPS LSS $<10^{-7}$ mbar*



LHC arcs $<10^{-8}$ mbar



LHC LSS $<10^{-10}$ mbar

UNBAKED SYSTEMS (SEPTA..):

- TMP, ION PUMPS;
- SUBLIMATORS;

CRYO SYSTEMS:

- CRYOPUMPING;

BAKED SYSTEMS:

- ION PUMPS;
- Non Evaporable Getter (TiZrV) coating

> Sections droites du LHC ~ 7km de systèmes étuvés

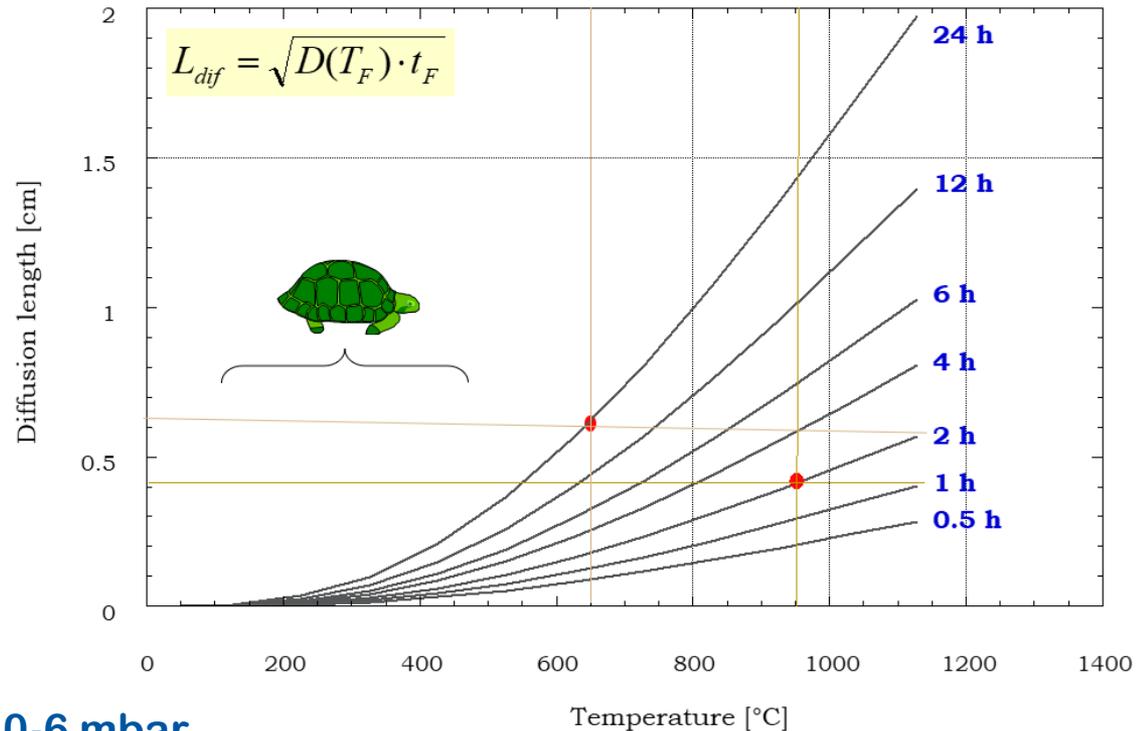
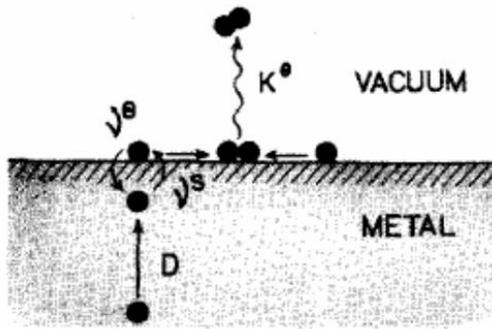
Le traitement thermique sous vide pour les aciers inoxydables.

N.B.: D'autres matériaux peuvent être traités:

- Le cuivre : 600°C – 2h (recuit).
- Le Niobium : 650°C – 24h (dégazage et traitement de surface).
- Le graphite : à 950°C-2h à 72h (dégazage et recuit de détente).
- Les polymères, Viton: 200°C-2h (dégazage des contaminants).
- ...

Dégazer l'hydrogène provenant de la diffusion au travers du métal:

- 90% du gaz résiduel d'un système étuvé.

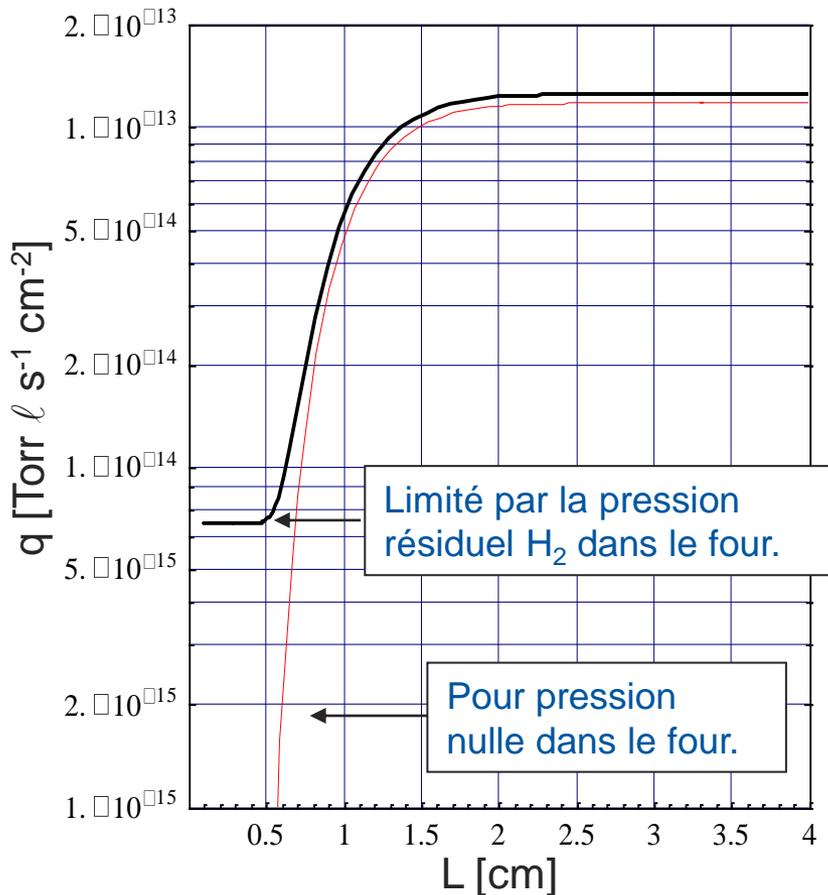


Traitement UHV à 950°C / 2hr @ 10-6 mbar.

Taux de dégazage Après étuvage	Sans traitement thermique	Avec Traitement Thermique
Chambre Inox (<5mm)	2e-12 (mbar.l)/(s.cm ²)	8e-15 (mbar.l)/(s.cm ²)
Bride Inox (>15mm)	2e-12 (mbar.l)/(s.cm ²)	2e-13 (mbar.l)/(s.cm ²)

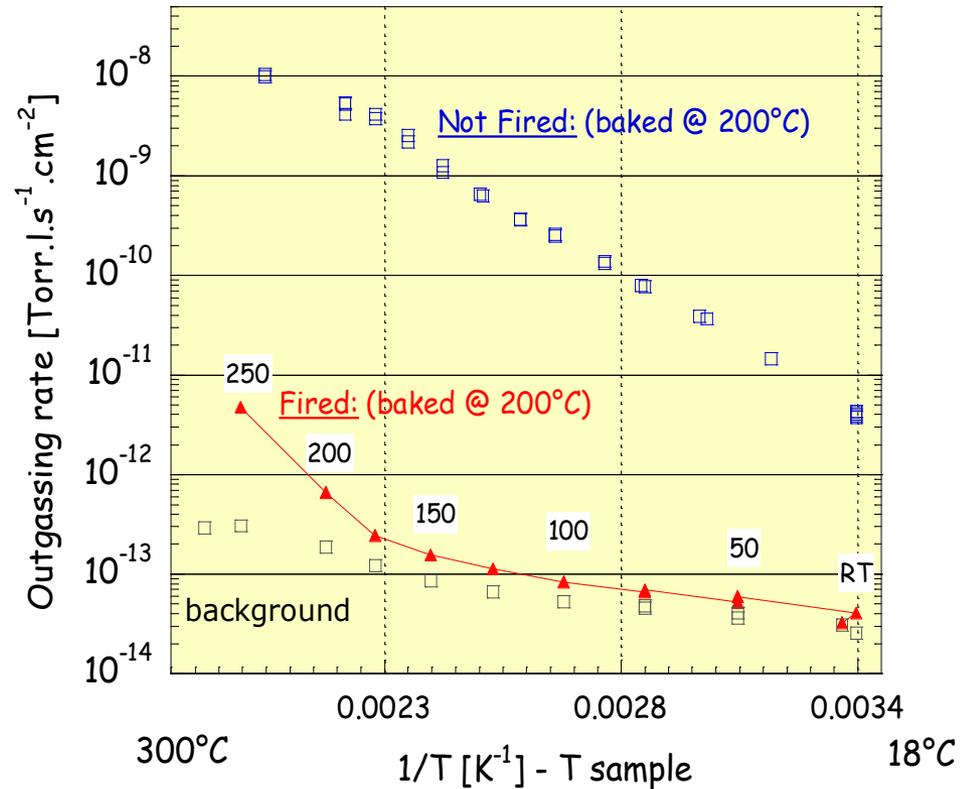
Le taux de dégazage H₂.

En fonction de l'épaisseur d'inox



Permission P. Chiggiato, TE-VSC

Pour un échantillon 316LN
0.2mm d'épaisseur
Traitement 950°C / 2hr



Permission Dr JM Jimenez, CERN

Conséquences sur les propriétés mécaniques et métallurgiques.

Dureté HB (ISO 6506)			
	Etat de réception	Vacuum firing à 950°C	Perte de Dureté HB
Inox 304L	150	128	15%
Inox 316L	130	121	7%
Inox 316 LN	155	151	2.5%



Inox 304L:

- Perte de dureté > affaissement du couteau sur bride Conflat après plusieurs serrages.
- Augmentation de la taille des grains > dégradation sur la micro structure.

Inox 316L & 316LN:

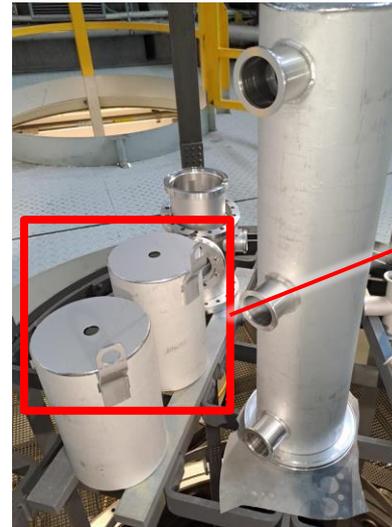
- Propriété mécanique > Pas d'effet significatif: perte inférieure à 5% de la résistance et de l'allongement à la rupture.
- Propriété métallurgique > Possible formation d'une couche de nitrure de bore hexagonale (h-BN):
 - Néfaste pour l'adhérence des couches minces: TiZrV (NEG), Ti, Cu, etc...
 - 2 solutions en cas de dépôt de couche mince:
 - Dissolution par voie électrolytique après traitement.
 - Limiter le traitement thermique à 650°C / 24hr.

Objectif secondaire du traitement thermique:

Elimination de la couche intermétallique oxydée, remplacer par une passivation de la couche superficielle.



Avant traitement thermique

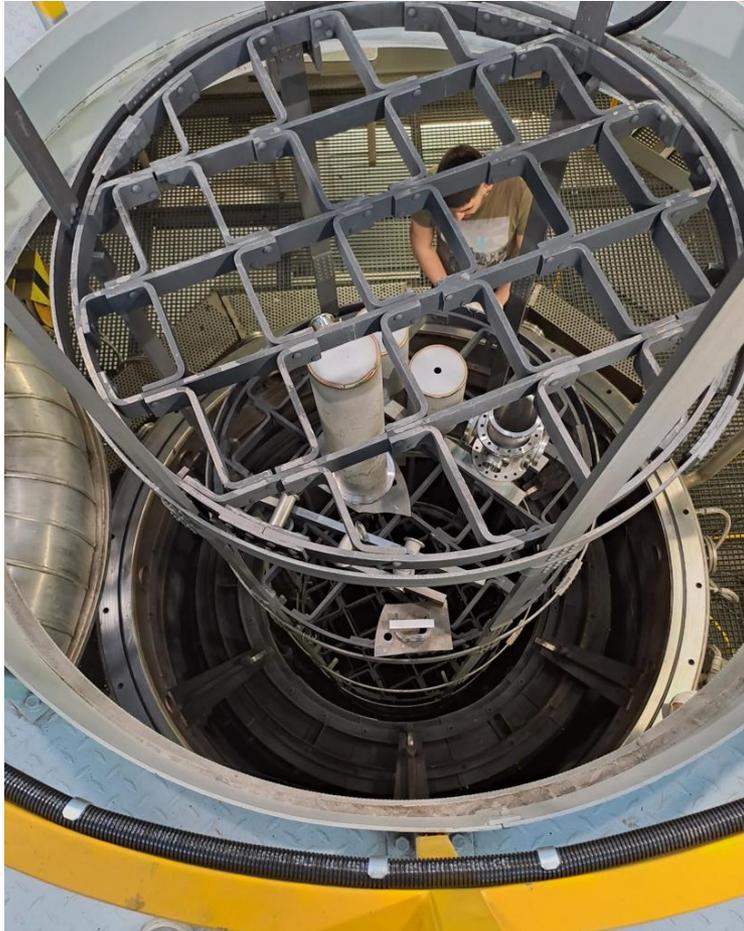


Après traitement thermique



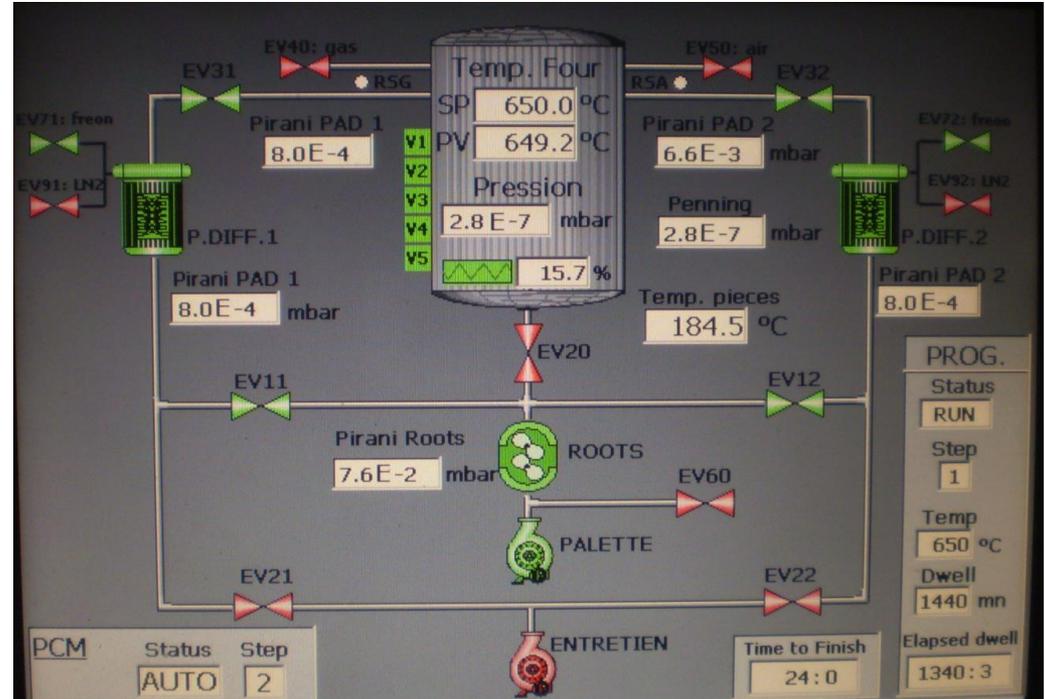
N.B.: Cette opération peut être obtenue aussi par un traitement en bain d'acide, mélange « fluo nitrique », Netinox .

Le four de traitement thermique du CERN



Les dimensions utiles:

- 6 m de profondeur.
- 1m de diamètre.
- Charge maximale: 1 Tonne.



Panneau de contrôle.

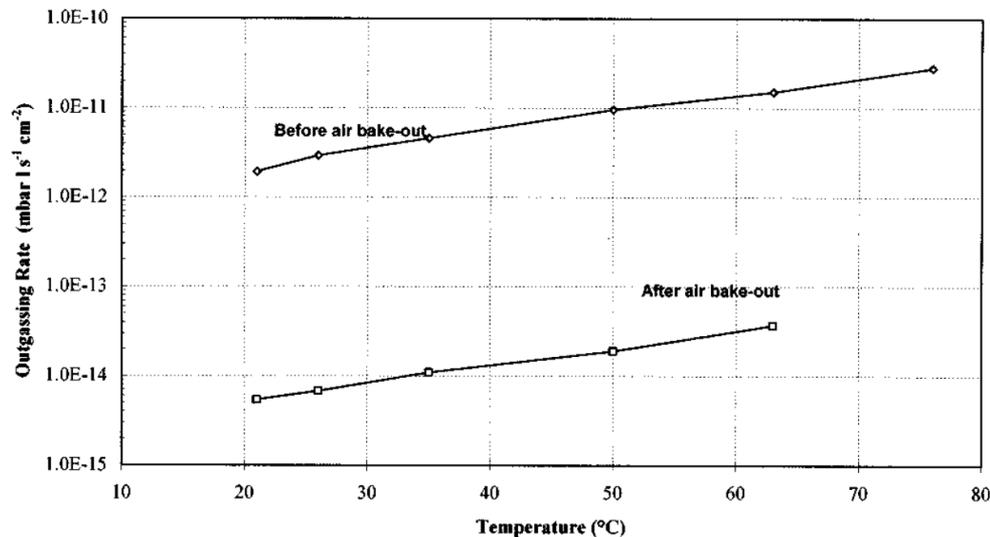
Four pompé par 2 pompes à diffusion de 50 000 l/s chacune

N.B.: Tout matériau à traiter doit subir un dégraissage de toutes ses surfaces avant l'insertion dans le four.

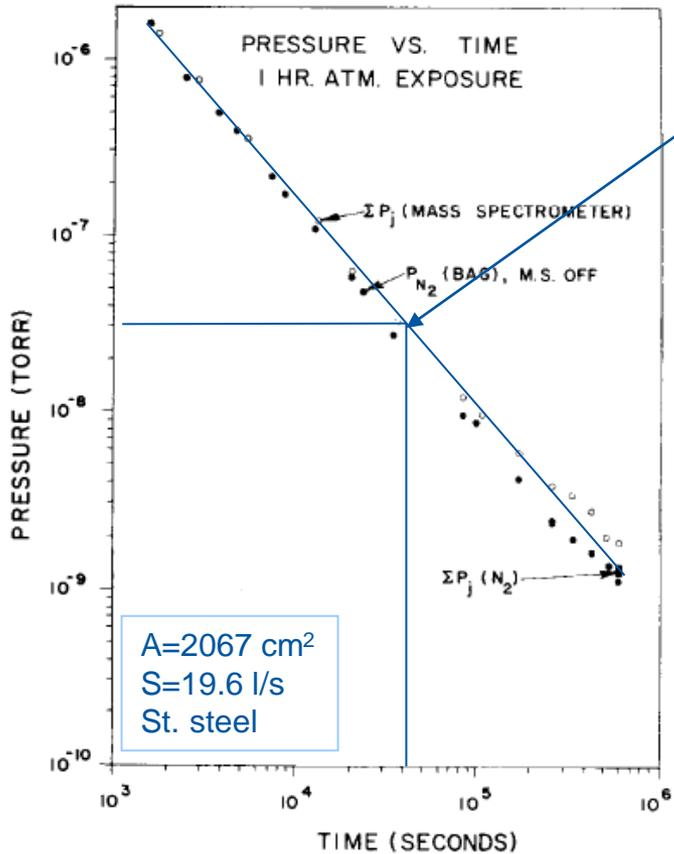
Autre moyen de traitement thermique:

L'étuvage à l'air pour réduire le dégazage de l'hydrogène de l'acier inoxydable:

- Cette méthode consiste à former une fine couche d'oxyde en chauffant l'acier à l'air.
 - Etuvage à l'air à 400°C / 450°C pendant plusieurs dizaines d'heures.
 - Epaisseur d'oxyde est multipliée par 10.
 - Etuvage sous vide à 150°C pendant 7 jours:
 - Taux de dégazage $\approx 10^{-15}$ mbar.l/s/cm²
- Attention la T° d'étuvage sous vide est limité à 200°C.



Le dégazage des métaux non étuvés.



Taux de dégazage H₂O après 10hr de pompage:

$$q(10h) = 2 \times 10^{-10} \text{ Torr l s}^{-1} \text{ cm}^{-2}$$

$$q_{H_2O} \approx \frac{3 \times 10^{-9} \left[\frac{\text{mbar l}}{\text{s cm}^2} \right]}{t[h]}$$

Equation d'Edwards

Valeur expérimentale pour tous les métaux utilisés dans la fabrication de chambre à vide.

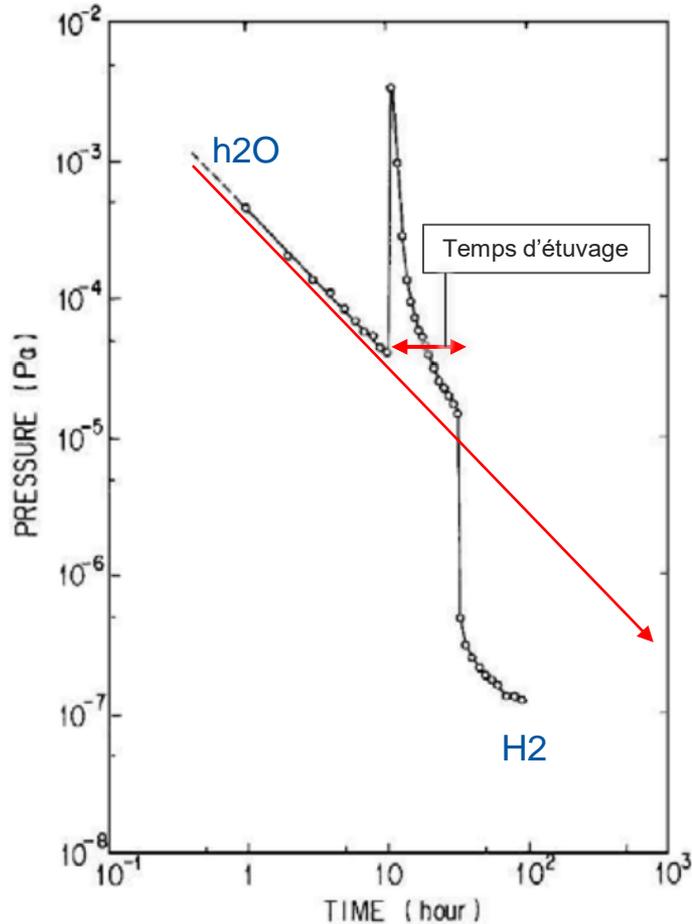
- Le taux de dégazage d'un matériel non étuvé est fonction de son temps de pompage.

D. Edwards Jr. Journal of Vacuum Science and Tech., 14(1977)606 and 14(1977)1030

N.B.: Les surfaces des métaux ont été, au préalable, traitées chimiquement (compatibilité UHV) afin d'éliminer les couches d'hydrocarbure et réduire l'épaisseur de l'oxyde.

Pourquoi étuver?

1. Accélérer le dégazage de la vapeur d'eau résiduelle.



Profil de pression pendant un étuvage.

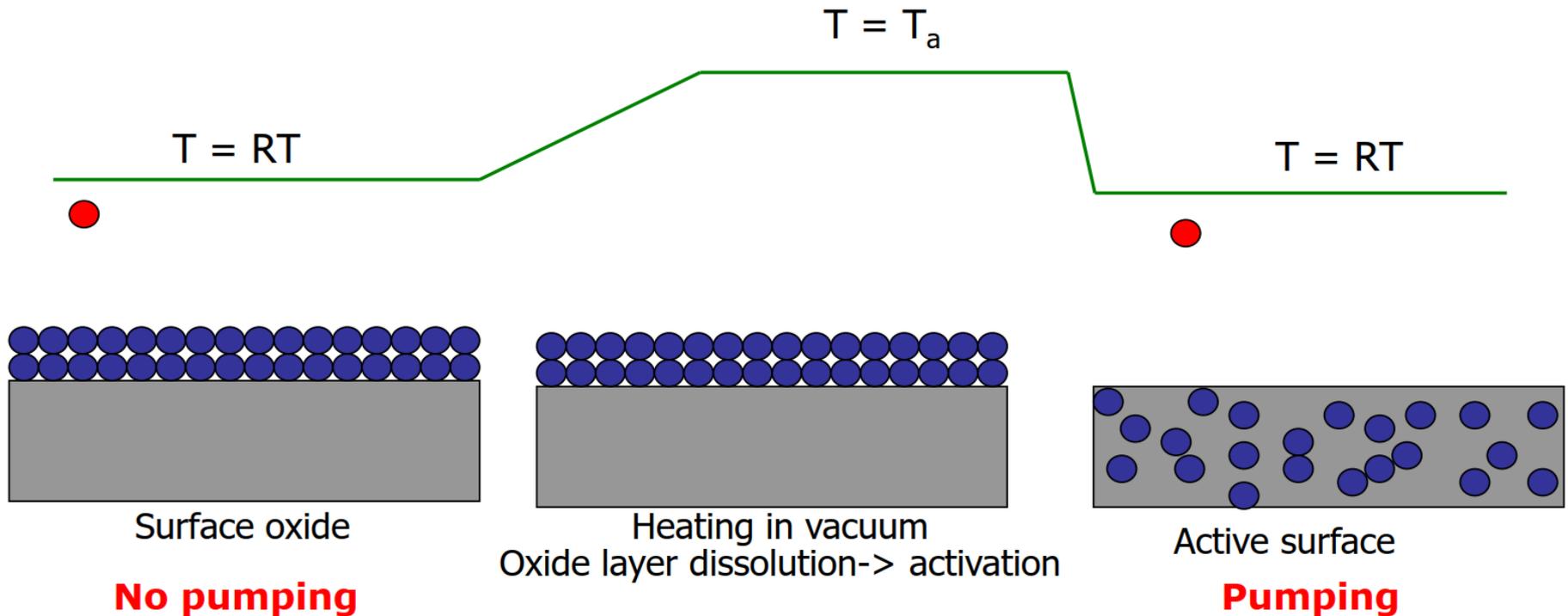
K. Kanazawa, J. Vac. Sci. Technol. A 7 (6), 1989

- En étuvant l'intégralité du système Les molécules d'eau sont éliminées et sont pompées plus rapidement pendant le temps de chauffage.
- Une pression beaucoup plus faible est obtenue lorsque le système est à nouveau refroidi à température ambiante.
- L'étuvage est très efficace pour les métaux s'il est effectué pendant au moins 12h à des températures supérieures à 120°C.

Pourquoi étuver?

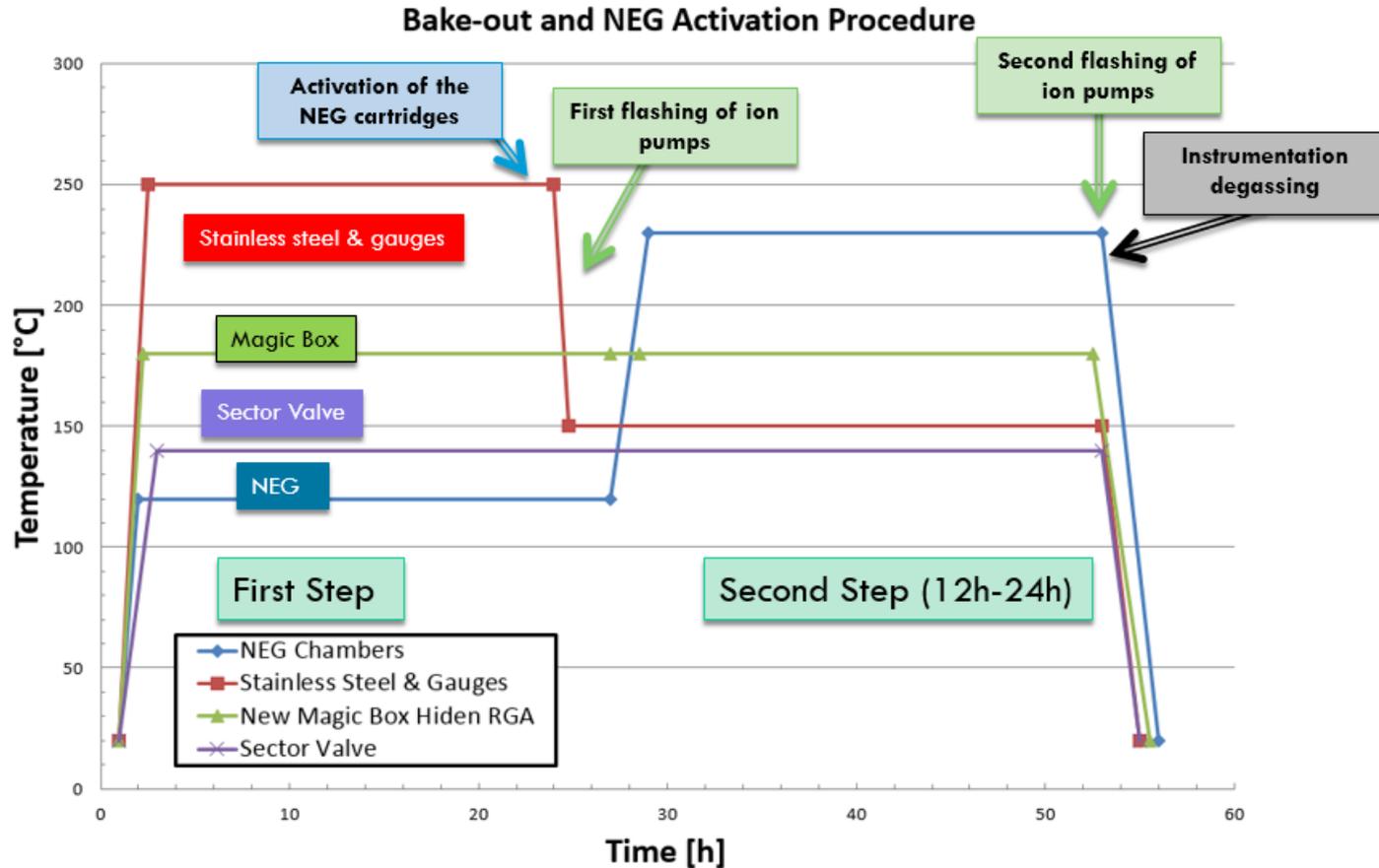
2. Activer la couche NEG (Non-Evaporable Getter, TiZrV).

Une grande partie des systèmes à vide utilisés au CERN (LHC, LEIR, ELENA), ont des chambres à vide revêtues avec un dépôt «NEG».



Pourquoi étuver?

2. Activer la couche NEG (Non-Evaporable Getter, TiZrV).



Cycle d'activation type d'un secteur du LHC.

Les conséquences:



L'étuvage a une incidence importante dans les coûts d'un système à vide:

- Conception prenant en compte le choix des matériaux pouvant être étuvés.
- Prévoir des compensateurs de dilatation thermique.
- Prévoir des supports appropriés.
- Prévoir le système de chauffage et son contrôle.
- Coûts opérationnels.

Le moyen de régulation de température utilisé au CERN:



Face avant d'une baie de régulation en température.



Face arrière d'une baie de régulation en température.

124 baies de régulation sont utilisées pour réaliser l'ensemble des étuvages sur les différents systèmes à vide du CERN.

Baie de régulation en température

La baie de régulation en température est une conception interne au CERN

Equipée avec:

- Un contrôleur programmable logique Siemens ® (PLC, S7-300 series).
- Des modules Entrées / Sorties.
- Des interfaces Profibus et Ethernet.

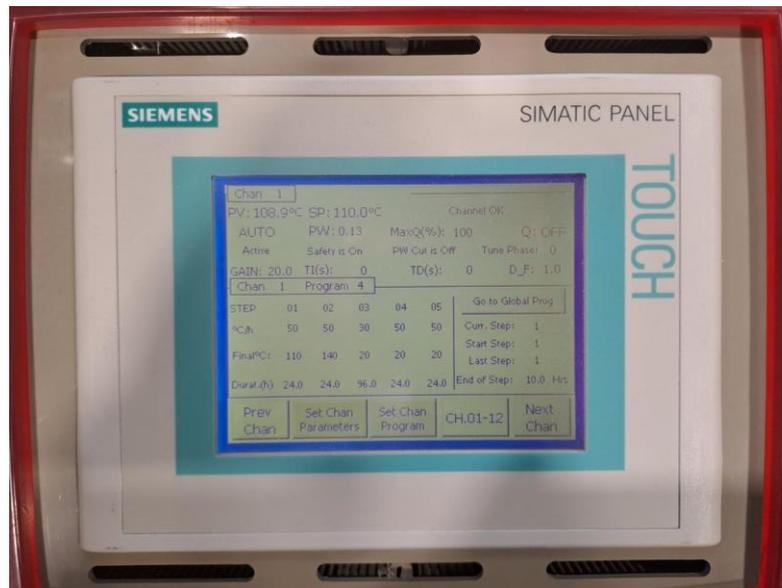
Caractéristiques:

- Mobile.
- 24 canaux.
- Plusieurs éléments chauffants peuvent être connectés sur le même canal, limitation à 4kW.
- Une mesure de température par canal.
- 44KW de puissance total maxi par baie.
- 8 Canaux de contrôle thermocouple utilisé comme interlock.
- La baie est paramétrable à l'aide d'un «Touch Panel».
- Elle peut être contrôler à distance, via une interface.

Contrôleur de la baie de régulation

Le «Touch Panel» permet de :

- Tester individuellement chaque canal.
- Définir les programmes (jusqu'à 12 programmes configurables).
- Configurer les canaux qui doivent suivre un programme défini.
- Configurer les interlocks.
- Démarrer / arrêter la montée ou descente en T° en manuel ou en automatique.
- Réaliser le suivi des températures en temps réel.

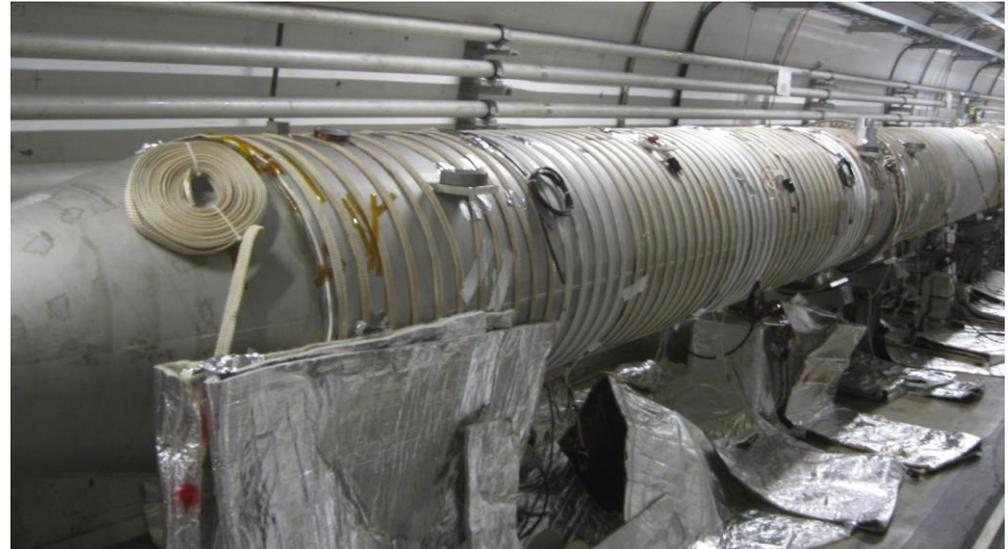


«Touch Panel»

Les bandes chauffantes:



Cordon et fil chauffant



Exemple d'installation dans le LHC

Longueur bande chauffante	Puissance @230Vac (Watt) +/-10%
0.5m	130
1m	220
2m	425
3m	590
4m	870
5m	980
9m	1900

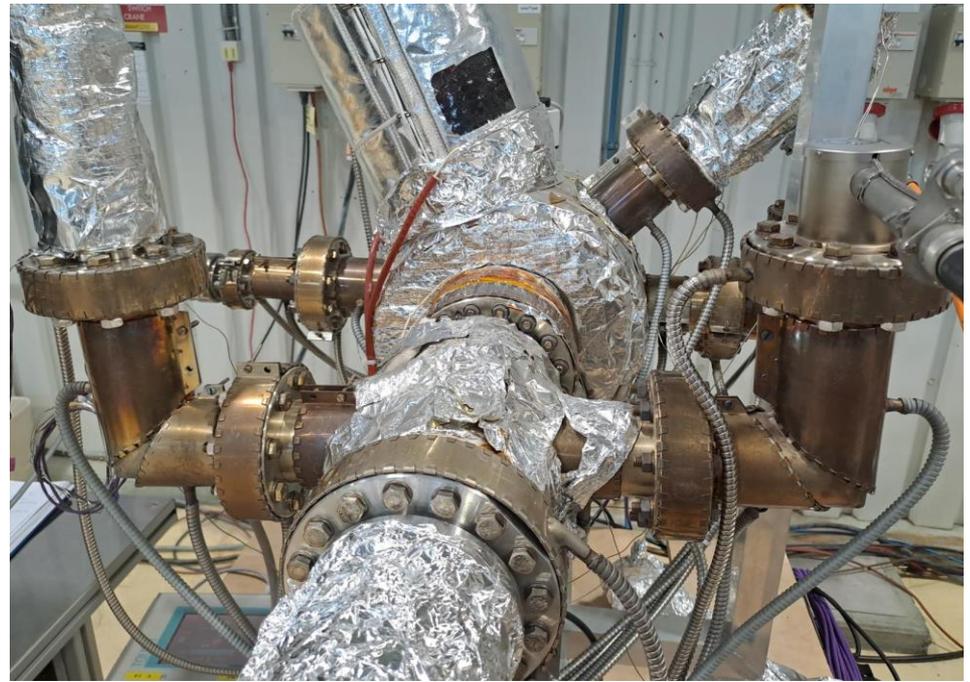
- La puissance au mètre linéaire est constante (à +/-10%).
 - Possibilité de brancher plusieurs bandes de différentes longueurs sur un même canal si ces paramètres sont conservés:
 - Le pas du bobinage.
 - L'épaisseur à étuver.
 - Le type et l'épaisseur d'isolation.
 - L'échange thermique avec le milieu extérieur est uniforme.

Les colliers chauffants:



+ de 20 références différentes

Type de bride	Diamètre intérieur (mm)	Largeur (mm)	Puissance @230Vac (Watt)
CF35	70	23	80
CF63	113	33	200
CF100	152	37	200
CF150	200	40	200
CF200	253	49	370
CF213	306	52	460
CF250	362	60	550



➤ Installation autour des brides et instruments de mesure.

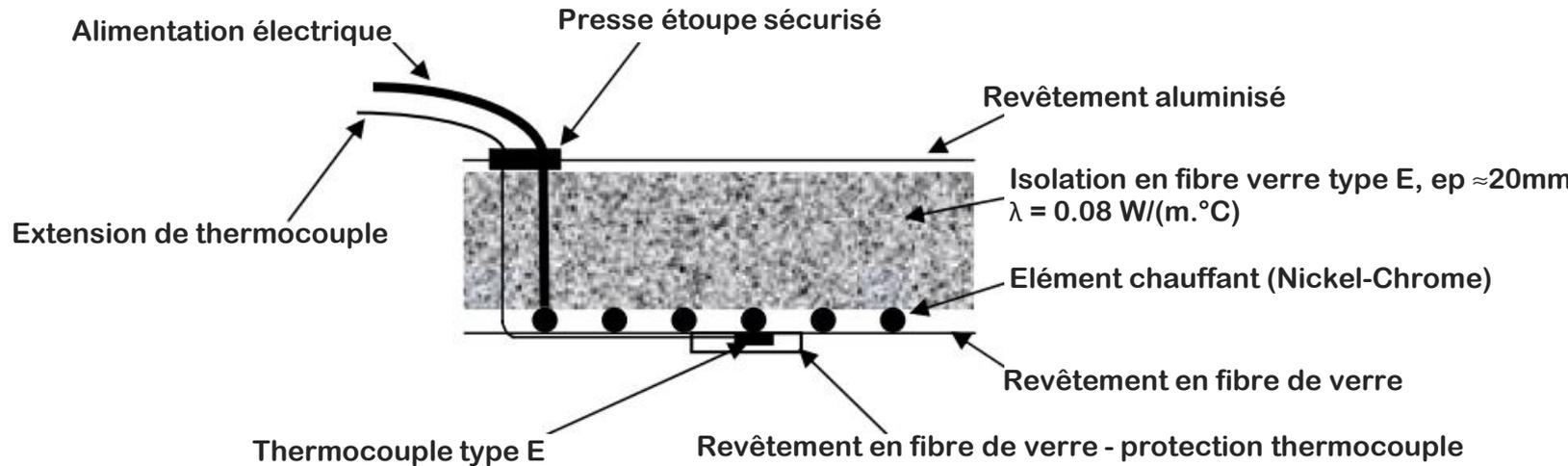
➤ Possibilité de brancher plusieurs colliers sur un même canal si les brides ou tubes sont géométriquement identiques.

Les jaquettes d'étuvage:



Exemple de jaquettes d'étuvage autour d'un kiker du LHC

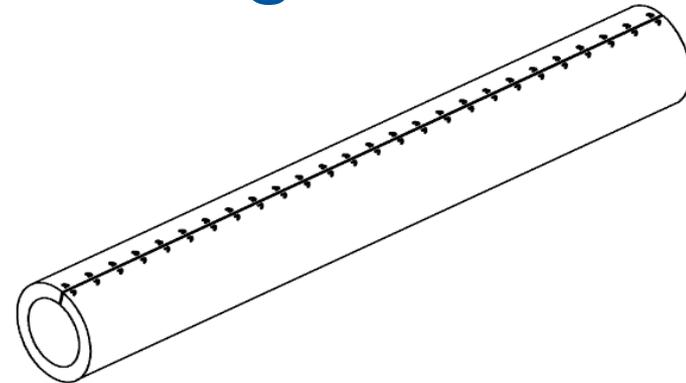
+ de 200 références.



Les jaquettes d'étuvage:

➤ Exemples de puissances:

Equipment à étuver	L de la jaquette (mm)	Puissance @230Vac (Watt)
Chambre cuivre ØInt 80 ØExt 84	1980	900
	1000	460
	500	230
	300	140
	200	92
	100	46
Chambre cuivre ØInt 100 ØExt 106	1980	1125
	1000	575
	500	290
	300	115
	200	200
Pompe ionique 30 L/s		240 + 100



➤ Ce type de jaquette est étudiée pour avoir une puissance au m² constante (1740W/ m² à +/-10% dans cet exemple).

➤ Possibilité de brancher plusieurs jaquettes de différentes longueurs sur un même canal.

➤ T° d'étuvage @ 250°C

➤ Jaquette à brancher à un système de régulation en T°.

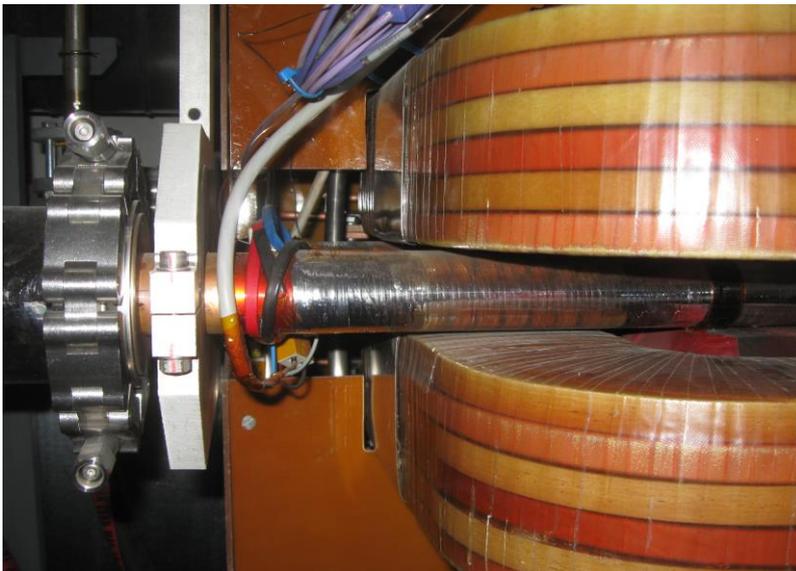
➤ T° d'étuvage @ 300°C

➤ Jaquettes pouvant être alimentées directement @ 230Vac.

Bobinage Inox / polyimide en couche fine:

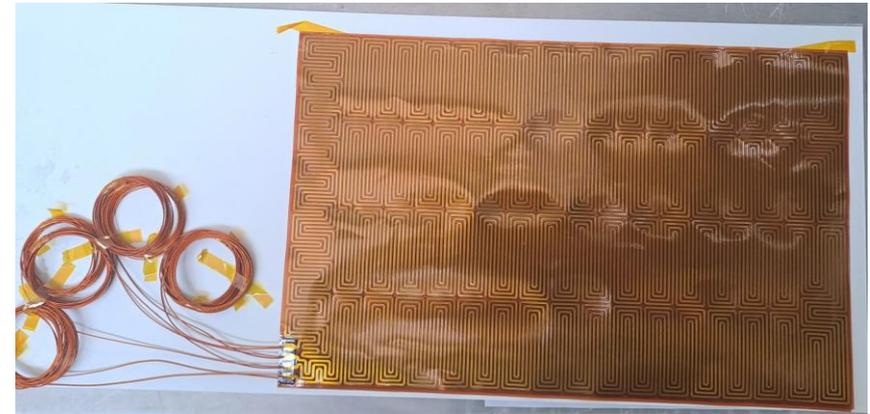
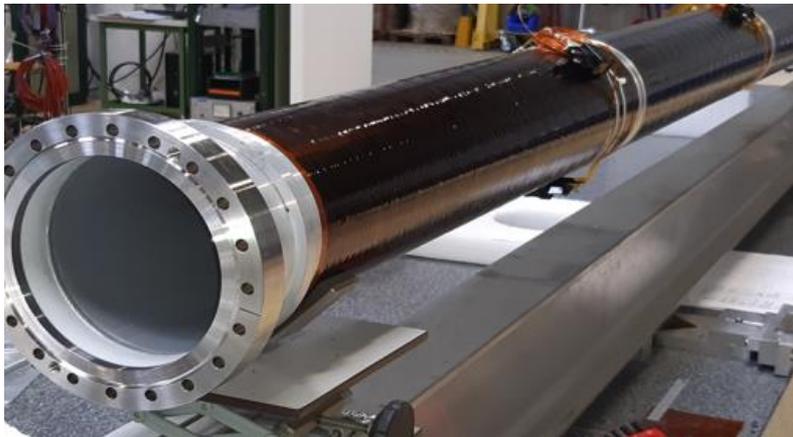


Chambre hippodrome prête à être installée dans un aimant.

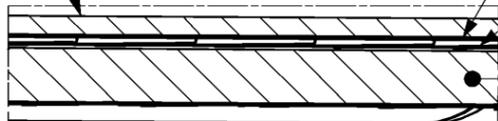


Chambre hippodrome installée entre 2 bobines.

Elément chauffant Inconel / Polyimide



Chambre à vide (Alu / Béryllium / Inox)



Elément chauffant (ep: 0.2mm)

Bande kapton (ep: 0.06mm)

isolation thermique aerogel (ep: 5mm)
 λ aerogel= 0.014 W/(m.°C)

Bande kapton (ep: =0.06mm)

Feuille aluminium (ep: =0.06mm)

➤ Les avantages:

- Faible encombrement (< à 5.5mm).
- Faible interaction avec les particules.
- Résistant au radiation (> à 10 Mgy).

➤ Inconvénient: Le Coût.



Le moyen de mesure de température utilisé au CERN:

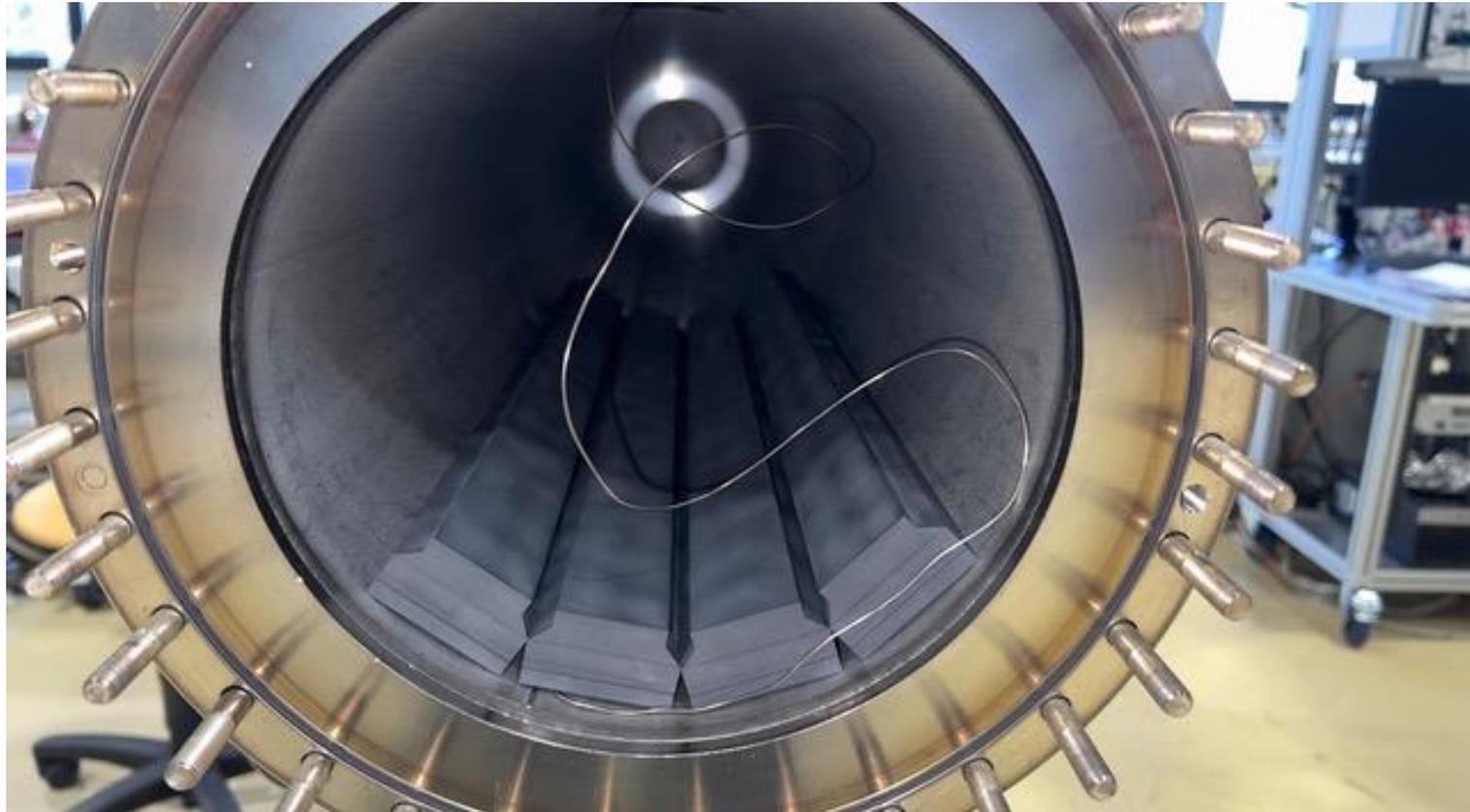
- Thermocouple type E (Chromel-Constantan, -40°C à $+800^{\circ}$)
Tolérance: 0.5 % de la température mesurée.



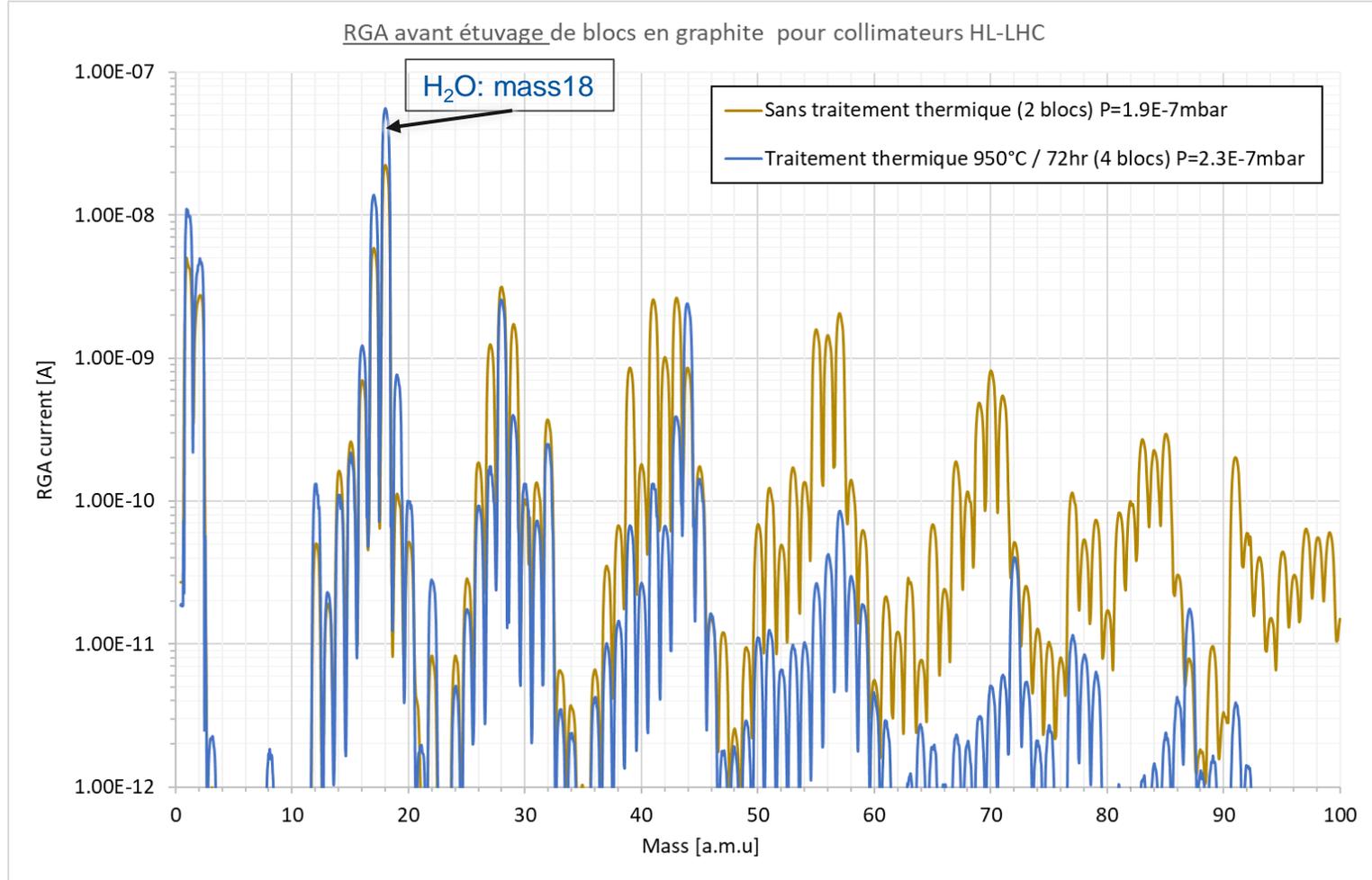
- Le positionnement : Toujours au niveau du point le plus chaud.

Résultats de traitement thermique et d'étuvage:

Test UHV dans une enceinte à vide de 4 blocs en graphite:

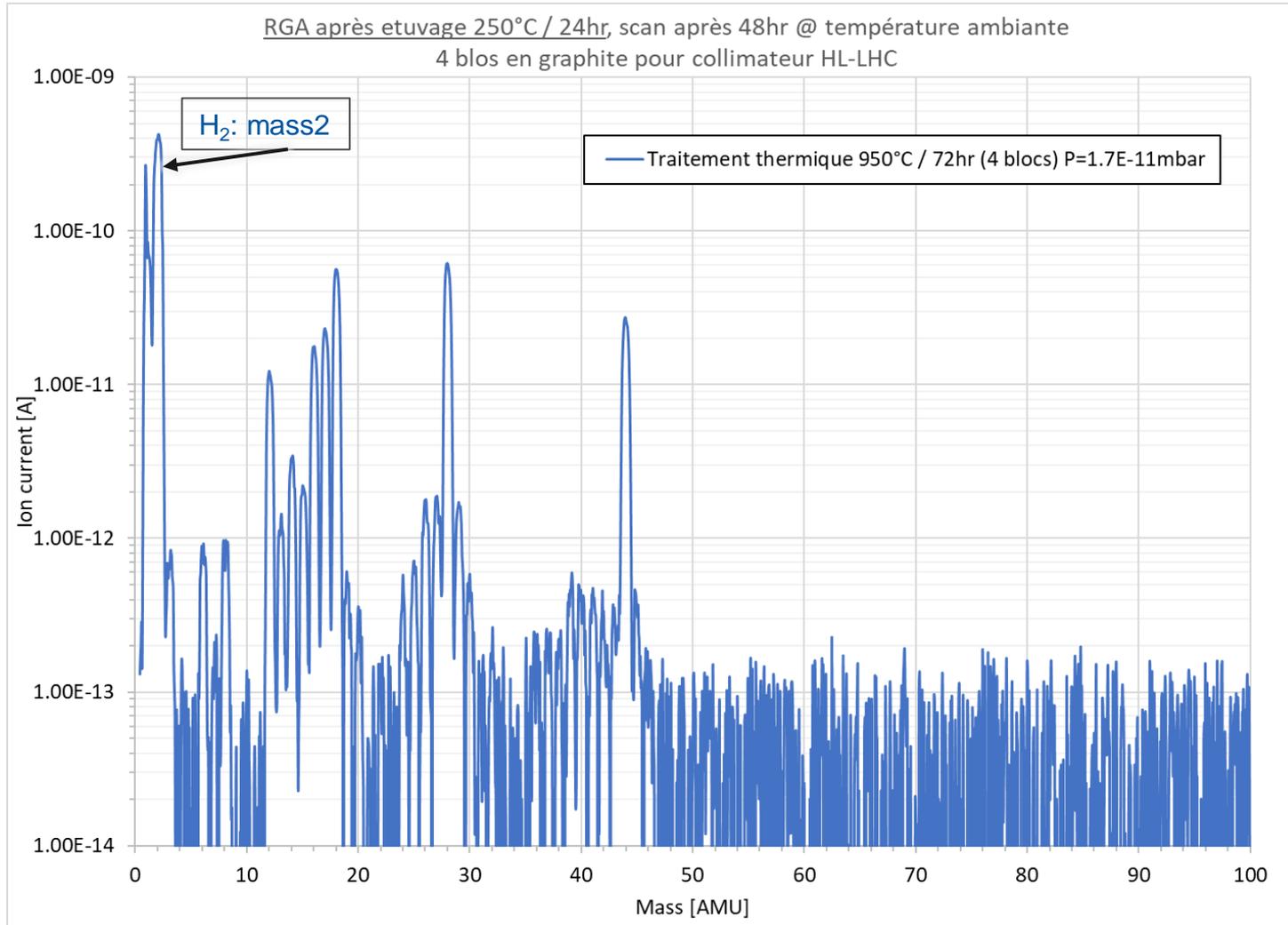


Influence du traitement thermique @ 950°C:



RGA après 24hr de pompage

Influence de l'étuvage:

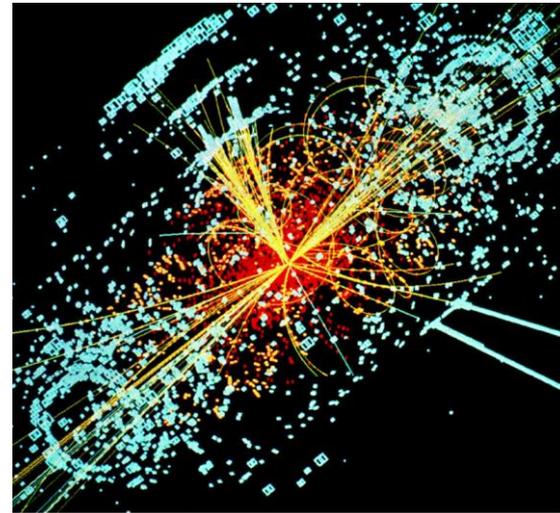


RGA après étuvage @ 250°C et 48hr à T° ambiante

Pour résumé:

- Pour atteindre des pressions au niveau UHV / XHV, le choix des matériaux et une parfaite préparation des surfaces sont nécessaires.
- Le traitement thermique permet de réduire de 2 ordres de grandeur de dégazage de l'hydrogène sur des pièces métalliques étuvées.
- Un étuvage permet de gagner du temps de pompage, d'être dominé par l'hydrogène et d'activer le dépôt NEG (si présent).

Pression XHV optimum = moins d'interaction avec les particules



Merci pour votre attention