

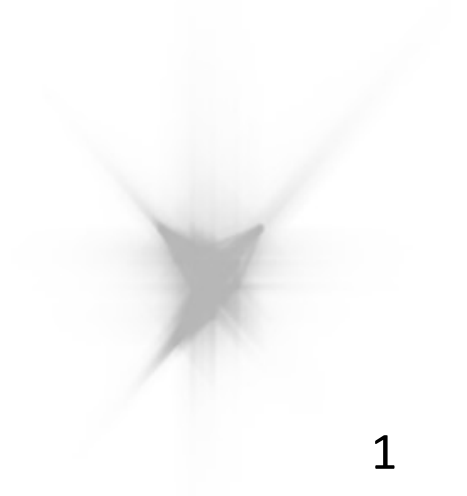


Comment chauffer sous vide

Une vue d'ensemble des méthodes

Lenart Dudy

1. Niveau industriel: Micro-ondes sous vide, Fours à vide, Recuit thermique rapide
2. Dans un laboratoire:
 1. Montage de l'échantillon
 2. Chauffage résistif
 3. Chauffage par bombardement électronique
 4. Chauffage par courant direct
 5. Chauffage par LASER





$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 0,05 \text{ mbar}$

$40^\circ\text{C} \geq T \geq 1600^\circ\text{C}$





$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 0,05 \text{ mbar}$

$40^\circ\text{C} \geq T \geq 1600^\circ\text{C}$

Utilisé pour:





$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 0,05 \text{ mbar}$

$40^\circ\text{C} \geq T \geq 1600^\circ\text{C}$

Utilisé pour:

- **Séchage des fruits**

« Il est possible de produire des fruits et légumes séchés présentant des caractéristiques similaires (croquant et croustillant) à celles produites par un processus de séchage par lyophilisation, dans des délais beaucoup plus courts, par exemple 20 minutes au lieu de 14 à 16 heures. »

R. L. Monteiro et al., Journal of Food Engineering Volume 166, 276 (2015)





$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 0,05 \text{ mbar}$

$40^\circ\text{C} \geq T \geq 1600^\circ\text{C}$

Utilisé pour:

- Séchage des fruits

« Il est possible de produire des fruits et légumes séchés présentant des caractéristiques similaires (croquant et croustillant) à celles produites par un processus de séchage par lyophilisation, dans des délais beaucoup plus courts, par exemple 20 minutes au lieu de 14 à 16 heures. »

R. L. Monteiro et al., Journal of Food Engineering Volume 166, 276 (2015)

- Séchage des céramiques





$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 0,05 \text{ mbar}$

$40^\circ\text{C} \geq T \geq 1600^\circ\text{C}$

Utilisé pour:

- Séchage des fruits

« Il est possible de produire des fruits et légumes séchés présentant des caractéristiques similaires (croquant et croustillant) à celles produites par un processus de séchage par lyophilisation, dans des délais beaucoup plus courts, par exemple 20 minutes au lieu de 14 à 16 heures. »

R. L. Monteiro et al., Journal of Food Engineering Volume 166, 276 (2015)

- Séchage des céramiques

- **Liquid Silicon Infiltration**

pour recouvrir un composant poreux, même sur les surfaces internes

- Exemple: Fabrication de fibres céramiques incorporées dans une matrice également céramique.
- Exemple: Production de disques de frein en carbone céramique



$0,05 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$

$800^\circ\text{C} \geq T \geq 3500^\circ\text{C}$



From: MRF Vacuum Furnaces
<https://mrf-furnaces.com/>



From: TAV Vacuum Furnaces
<https://thermalprocessing.com/vacuum-heat-treatment-for-additive-manufacturing/> 3



$0,05 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$

$800^\circ\text{C} \geq T \geq 3500^\circ\text{C}$

Il y a un élément chauffant qui est chauffé électriquement. La chaleur est ensuite transmise à l'intérieur par rayonnement.



From: TAV Vacuum Furnaces

<https://thermalprocessing.com/vacuum-heat-treatment-for-additive-manufacturing/> 3



$0,05 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $800^\circ\text{C} \geq T \geq 3500^\circ\text{C}$

Il y a un élément chauffant qui est chauffé électriquement. La chaleur est ensuite transmise à l'intérieur par rayonnement.

Utilisés pour:

- Recuit
- Brasage
- Frittage
- Traitement thermique



From: MRF Vacuum Furnaces
<https://mrf-furnaces.com/>



From: TAV Vacuum Furnaces
<https://thermalprocessing.com/vacuum-heat-treatment-for-additive-manufacturing/> 3



$0,05 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $800^\circ\text{C} \geq T \geq 3500^\circ\text{C}$

Il y a un élément chauffant qui est chauffé électriquement. La chaleur est ensuite transmise à l'intérieur par rayonnement.

Utilisés pour:

- Recuit
- Brasage
- Frittage
- Traitement thermique

Exemple: La relâchement des tensions des pièces métalliques imprimées en 3D.

Exemple: « Firering » des chambres de vide.



From: TAV Vacuum Furnaces

<https://thermalprocessing.com/vacuum-heat-treatment-for-additive-manufacturing/> 3

Une lampe infra rouge est utilisée pour chauffer. Une montée rapide en température est possible, typiquement jusqu'à 200°C/sec.

$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-5} \text{ mbar}$
 $200^\circ\text{C} \geq T \geq 1300^\circ\text{C}$



<https://nanovactech.com/>



Une lampe infra rouge est utilisée pour chauffer. Une montée rapide en température est possible, typiquement jusqu'à 200°C/sec.

En général, le RTP est souvent utilisé dans la production de semi-conducteurs pour des processus tels que le nettoyage de surface, l'activation de surface et la passivation de surface.

$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-5} \text{ mbar}$
 $200^\circ\text{C} \geq T \geq 1300^\circ\text{C}$



<https://nanovactech.com/>



Une lampe infra rouge est utilisée pour chauffer. Une montée rapide en température est possible, typiquement jusqu'à 200°C/sec.

En général, le RTP est souvent utilisé dans la production de semi-conducteurs pour des processus tels que le nettoyage de surface, l'activation de surface et la passivation de surface.

Il existe des cas d'activation dopante où le vide est utilisé pour éviter les contaminations.

$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-5} \text{ mbar}$
 $200^\circ\text{C} \geq T \geq 1300^\circ\text{C}$



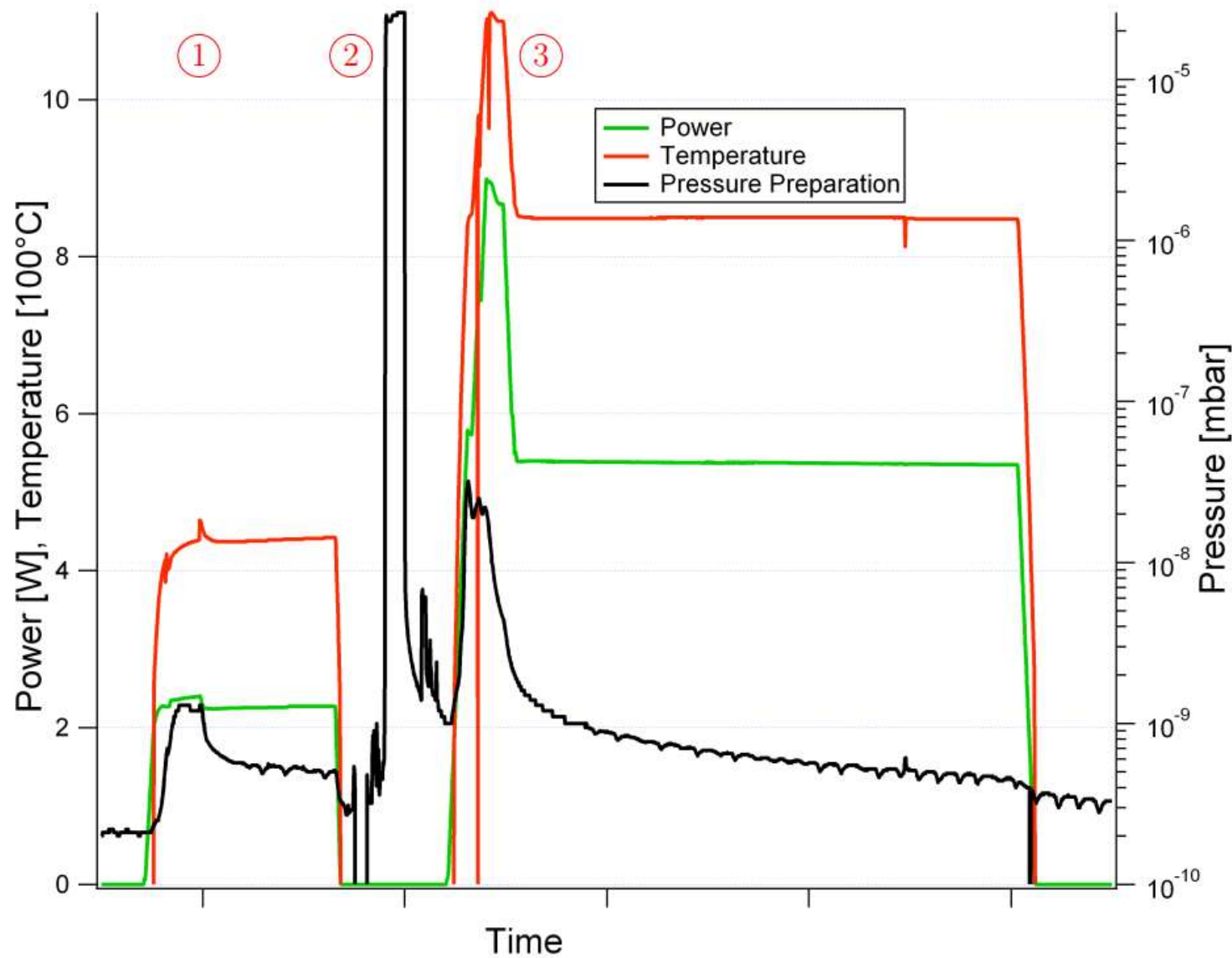
<https://nanovactech.com/>



1. Niveau industriel: Micro-ondes sous vide, Fours à vide, Recuit thermique rapide
2. Dans un laboratoire:
 1. Montage de l'échantillon
 2. Chauffage résistif
 3. Chauffage par bombardement électronique
 4. Chauffage par courant direct
 5. Chauffage par LASER



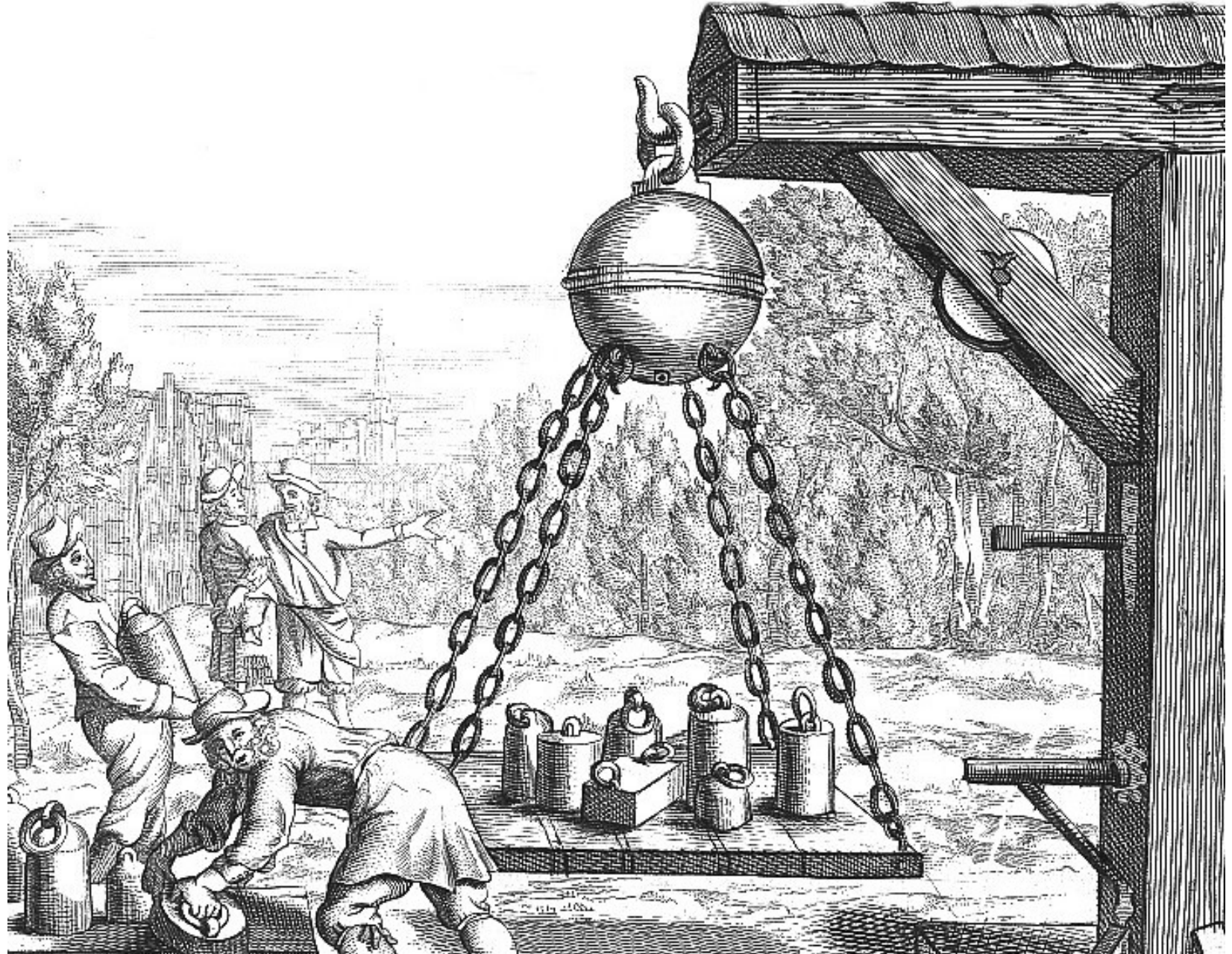
Maintenant, je vais parler de la manière dont on chauffe dans un laboratoire de sciences des surfaces.



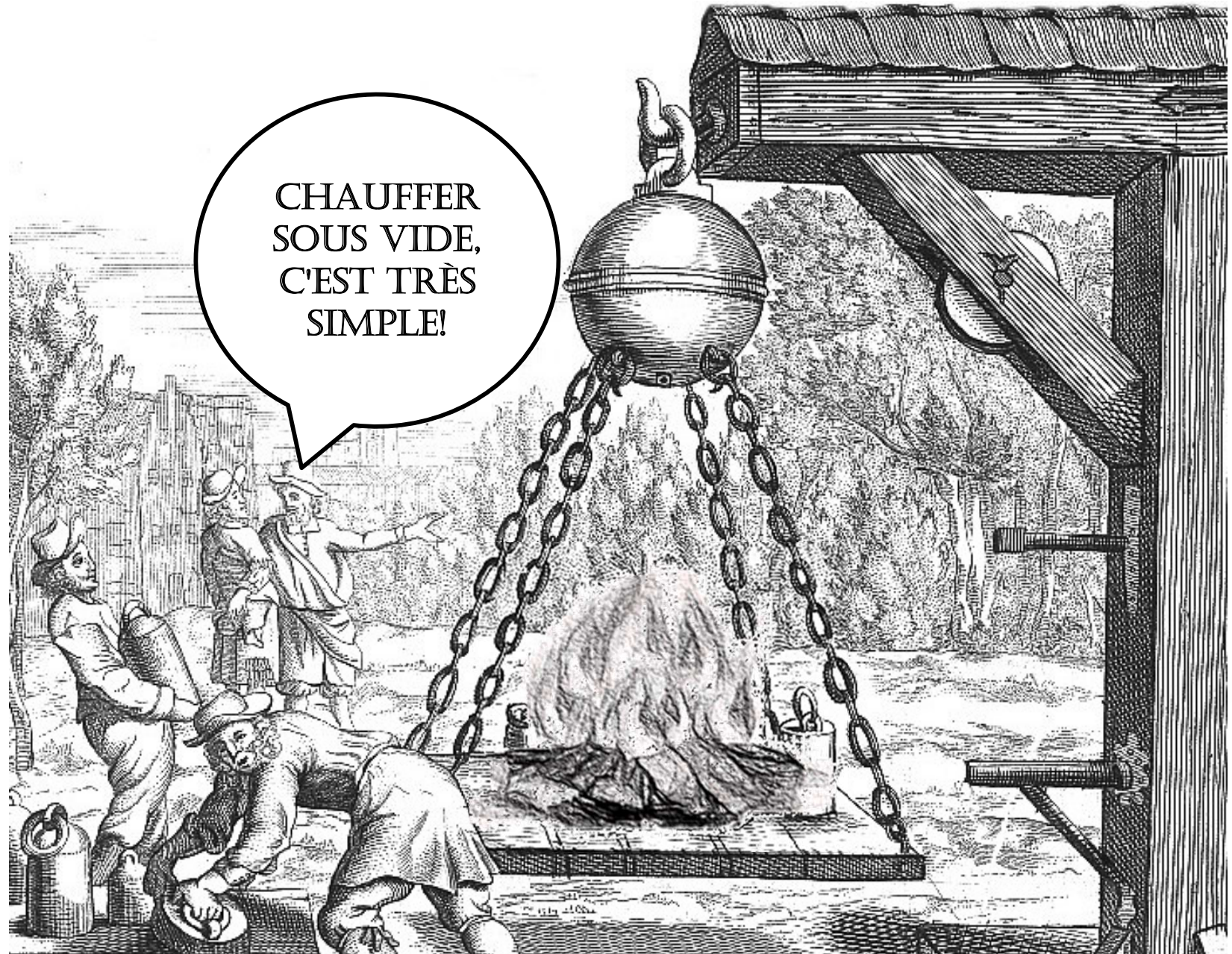
Maintenant, je vais parler de la manière dont on chauffe dans un laboratoire de sciences des surfaces.

On peut penser que c'est facile....

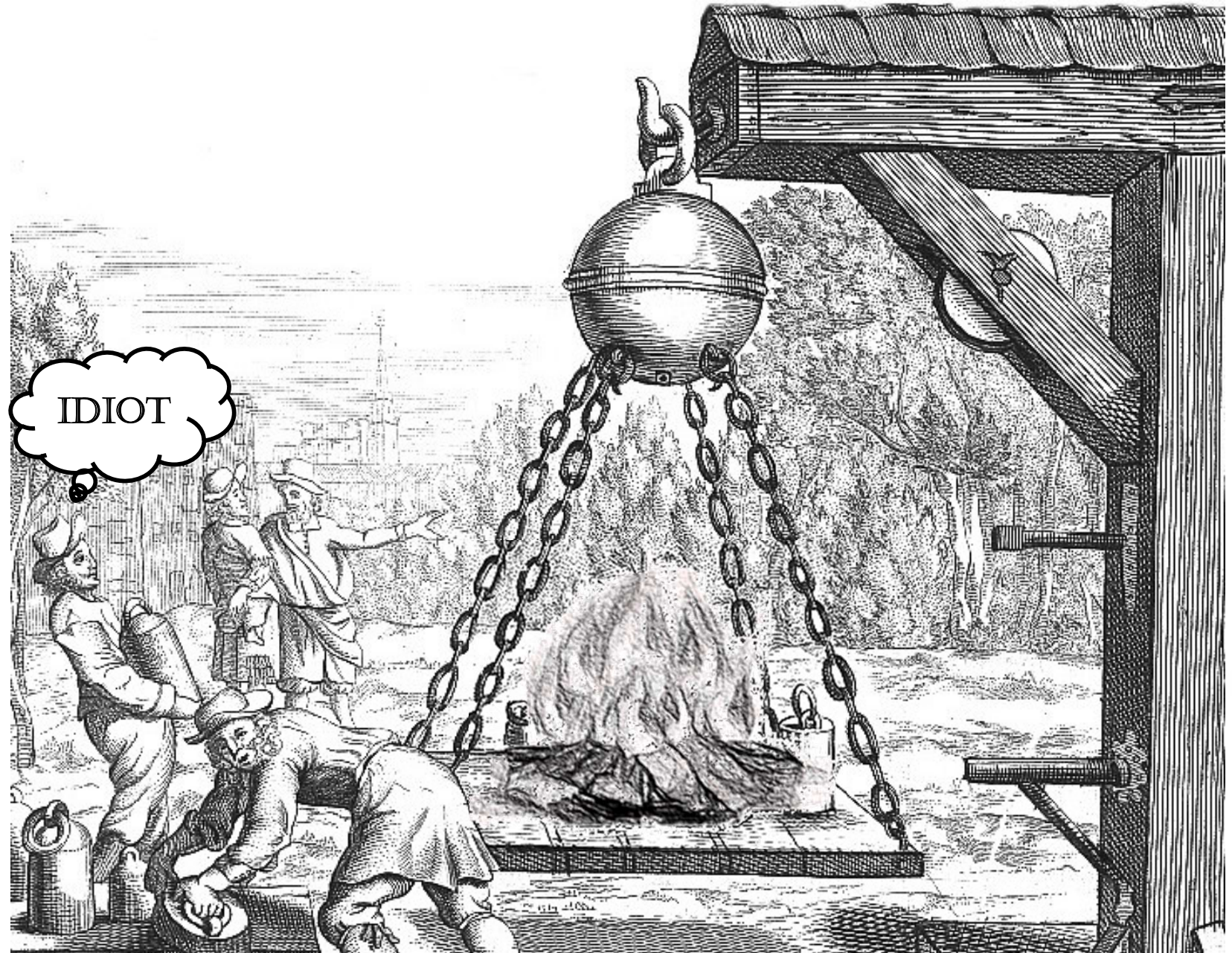




Hémisphères de Magdebourg (1663)
(wikipedia.com)



Hémisphères de Magdebourg (1663)
(wikipedia.com)



Hémisphères de Magdebourg (1663)
(wikipedia.com)

Maintenant, je vais parler de la manière dont on chauffe dans un laboratoire de sciences des surfaces.

On peut penser que c'est facile....

Quelques impératifs doivent être satisfaits:



Maintenant, je vais parler de la manière dont on chauffe dans un laboratoire de sciences des surfaces.

On peut penser que c'est facile....

Quelques impératifs doivent être satisfaits:

- Montage de l'échantillon.



Maintenant, je vais parler de la manière dont on chauffe dans un laboratoire de sciences des surfaces.

On peut penser que c'est facile....

Quelques impératifs doivent être satisfaits:

- Montage de l'échantillon.
- Mesurer la (vraie) température (voir présentation de demain).



Maintenant, je vais parler de la manière dont on chauffe dans un laboratoire de sciences des surfaces.

On peut penser que c'est facile....

Quelques impératifs doivent être satisfaits:

- Montage de l'échantillon.
- Mesurer la (vraie) température (voir présentation de demain).
- Courbes/Rampes de chauffage contrôlées.



Maintenant, je vais parler de la manière dont on chauffe dans un laboratoire de sciences des surfaces.

On peut penser que c'est facile....

Quelques impératifs doivent être satisfaits:

- Montage de l'échantillon.
- Mesurer la (vraie) température (voir présentation de demain).
- Courbes/Rampes de chauffage contrôlées.
- Chauffage homogène.



Maintenant, je vais parler de la manière dont on chauffe dans un laboratoire de sciences des surfaces.

On peut penser que c'est facile....

Quelques impératifs doivent être satisfaits:

- Montage de l'échantillon.
- Mesurer la (vraie) température (voir présentation de demain).
- Courbes/Rampes de chauffage contrôlées.
- Chauffage homogène.
- Limiter la pollution.

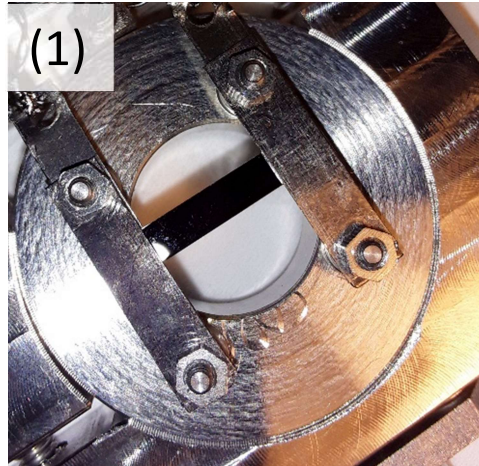


Montage de l'échantillon

On souhaite une fixation stable en température, qui soit en même temps flexible et qui puisse par exemple absorber la dilatation thermique.



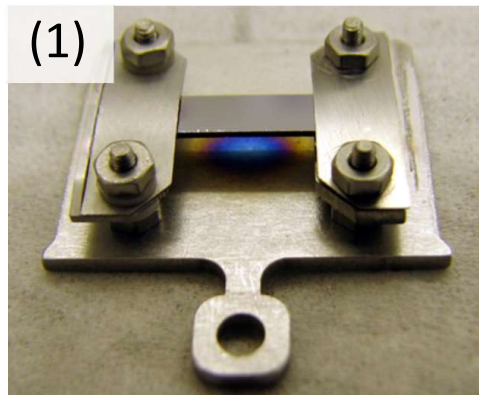
Montage de l'échantillon

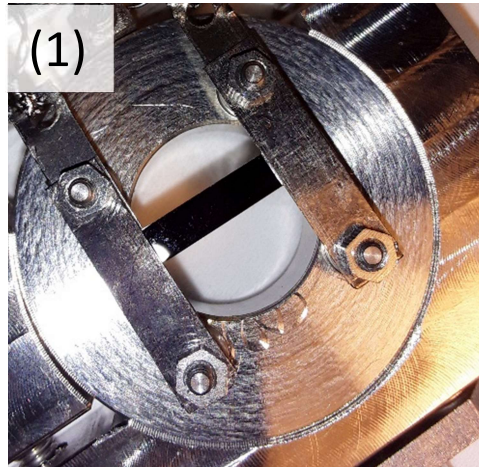


On souhaite une fixation stable en température, qui soit en même temps flexible et qui puisse par exemple absorber la dilatation thermique.

Trois possibilités:

- (1) Vissage à l'aide de plaques flexibles en tantale (ou molybdène) $\leq 3000^{\circ}\text{C}$

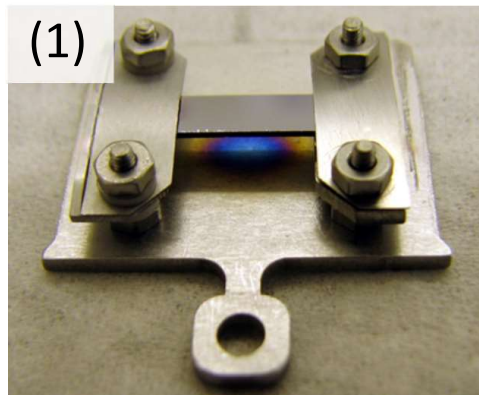




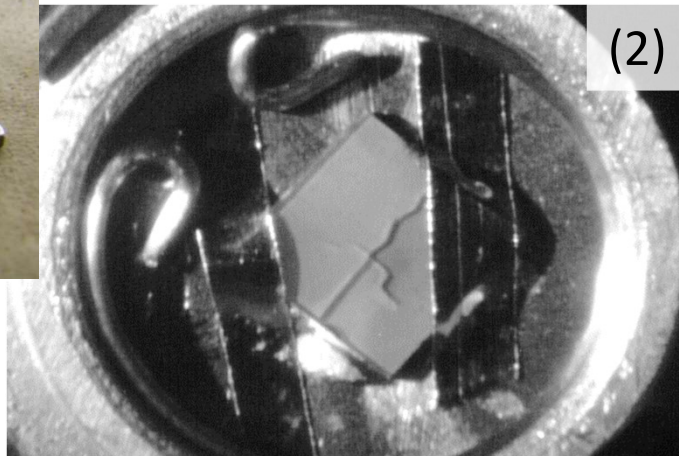
On souhaite une fixation stable en température, qui soit en même temps flexible et qui puisse par exemple absorber la dilatation thermique.

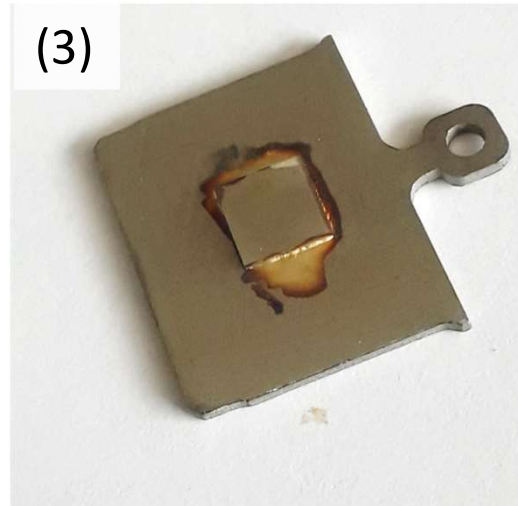
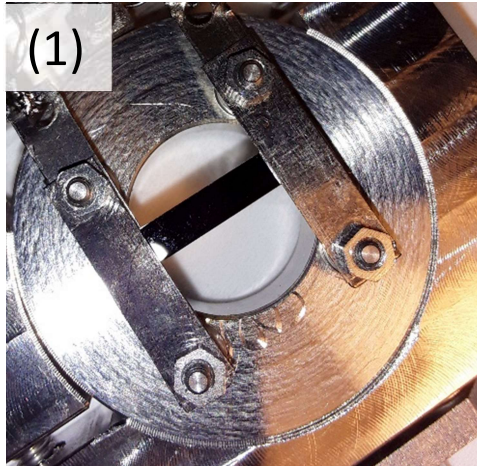
Trois possibilités:

(1) Vissage à l'aide de plaques flexibles en tantale (ou molybdène) $\leq 3000^{\circ}\text{C}$



(2) Fixation à l'aide d'une feuille (ou fil) de tantale soudée $\leq 3000^{\circ}\text{C}$

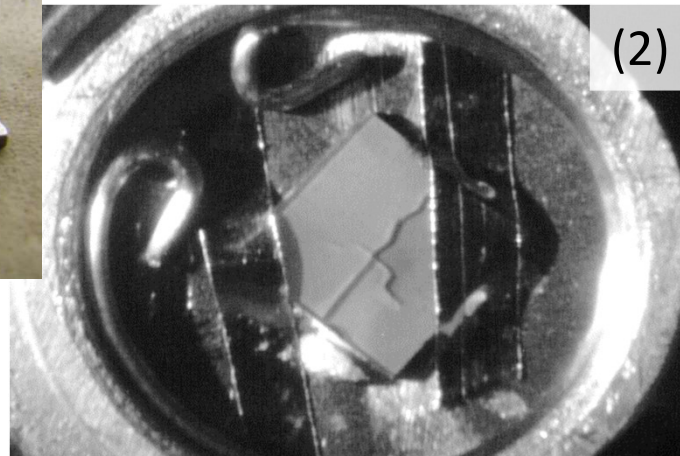
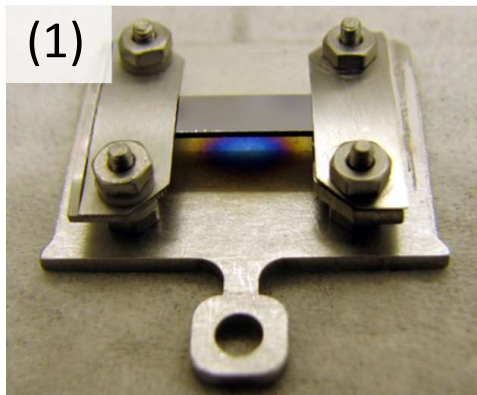




On souhaite une fixation stable en température, qui soit en même temps flexible et qui puisse par exemple absorber la dilatation thermique.

Trois possibilités:

(1) Vissage à l'aide de plaques flexibles en tantale (ou molybdène) $\leq 3000^\circ\text{C}$

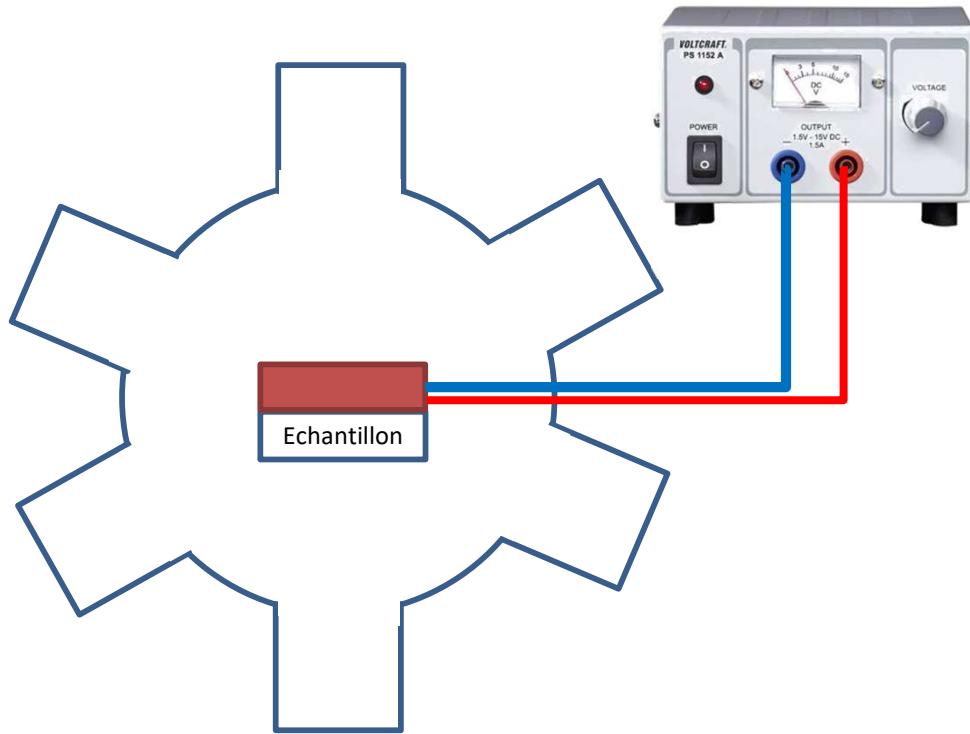


(2) Fixation à l'aide d'une feuille (ou fil) de tantale soudée $\leq 3000^\circ\text{C}$

(3) Collage:

- Epoxy: $\leq 300^\circ\text{C}$
- laque à l'argent: $\leq 800^\circ\text{C}$
- laque au platine $\leq 1000^\circ\text{C}$
- colle céramique $\leq 1800^\circ\text{C}$
- colle graphite $\leq 3000^\circ\text{C}$



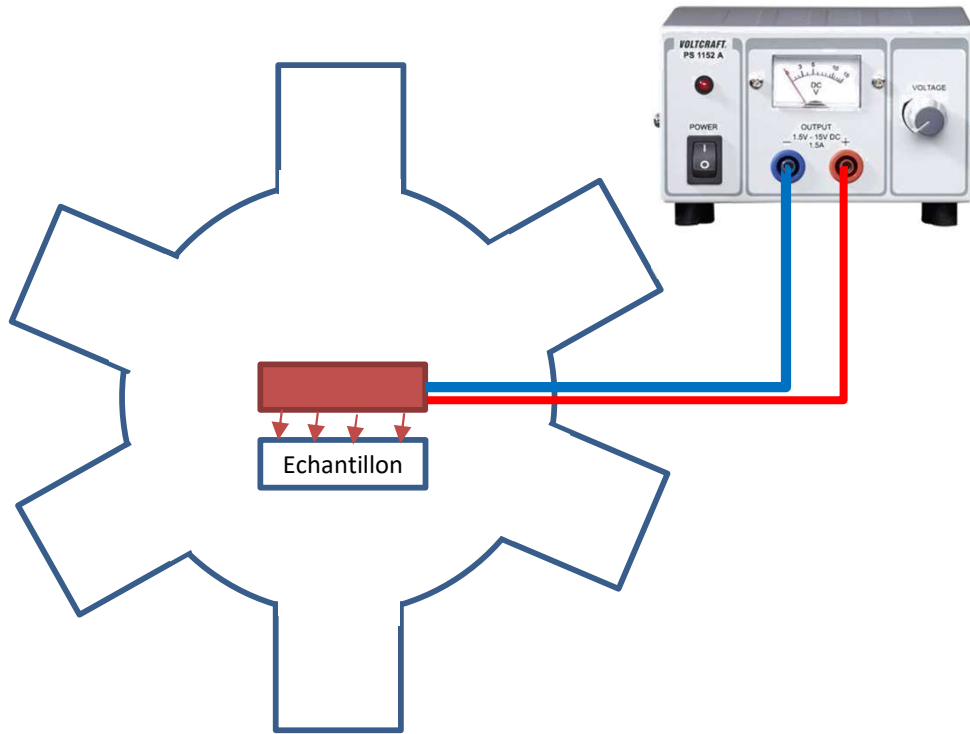


$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $20^\circ\text{C} \geq T \geq 1600^\circ\text{C}$

- Chaleur générée par un courant électrique



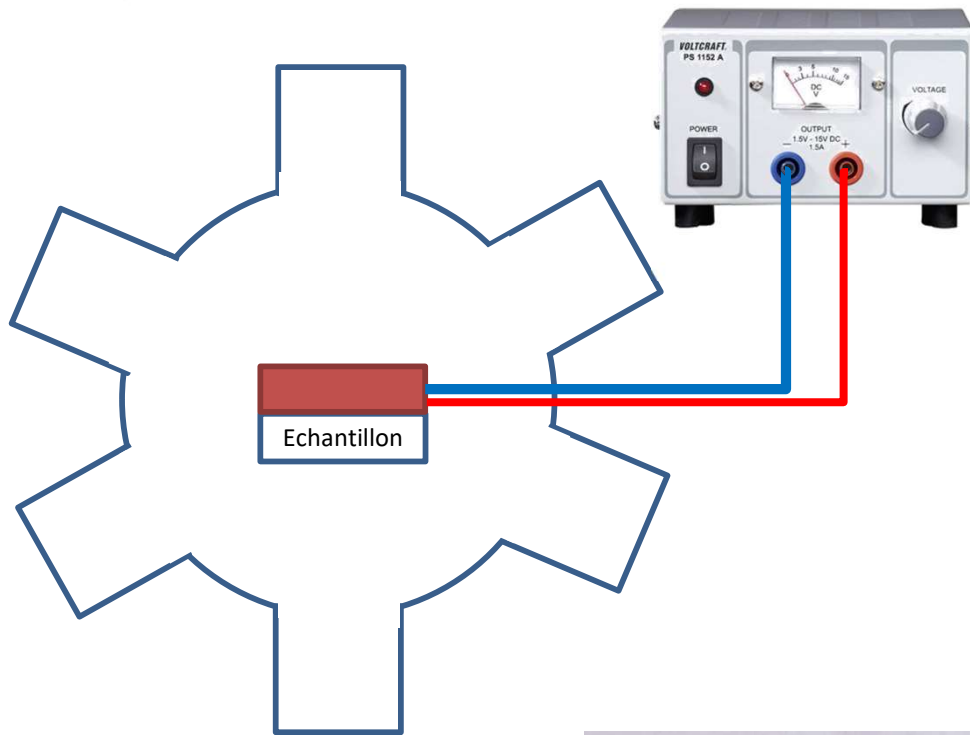
Chauffage résistif



$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $20^\circ\text{C} \geq T \geq 1600^\circ\text{C}$

- Chaleur générée par un courant électrique
- transmise à l'échantillon par conduction thermique et/ou rayonnement.





$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $20^\circ\text{C} \geq T \geq 1600^\circ\text{C}$

- Chaleur générée par un courant électrique
- transmise à l'échantillon par conduction thermique et/ou rayonnement.
- Existe en version encapsulée et non encapsulée.



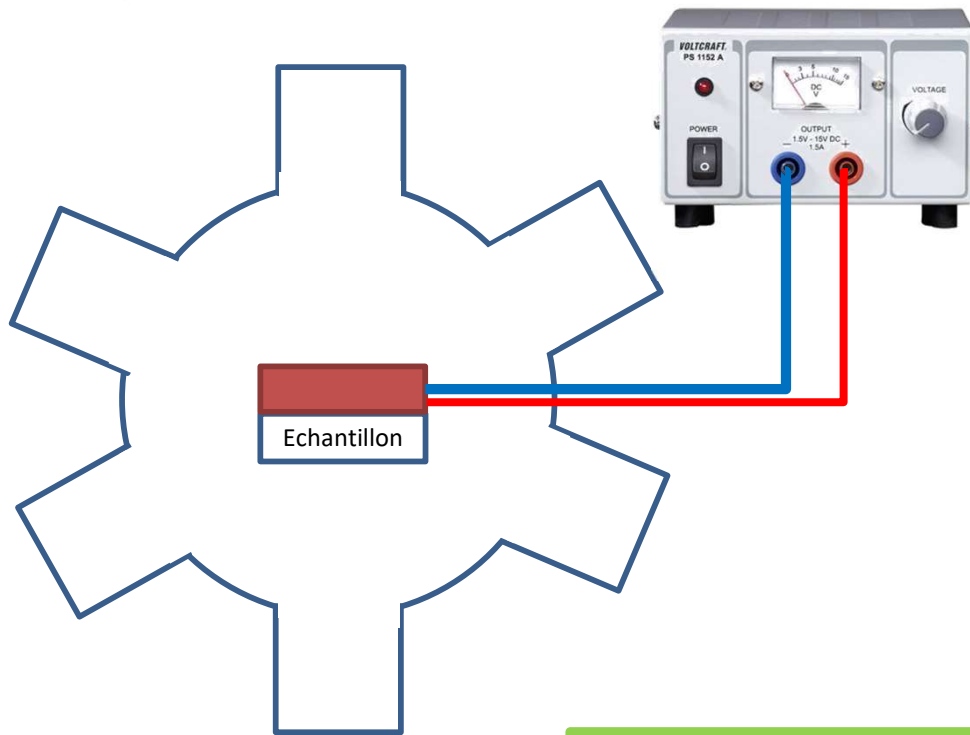
<https://www.uhvdesign.com/>



<https://www.cathode.com/>



<http://www.flamarweb.com/>



$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $20^\circ\text{C} \geq T \geq 1600^\circ\text{C}$

- Chaleur générée par un courant électrique
- transmise à l'échantillon par conduction thermique et/ou rayonnement.
- Existe en version encapsulée et non encapsulée.
- Les systèmes encapsulés (par exemple SiC) peuvent supporter de fortes pressions partielles de gaz même corrosifs.



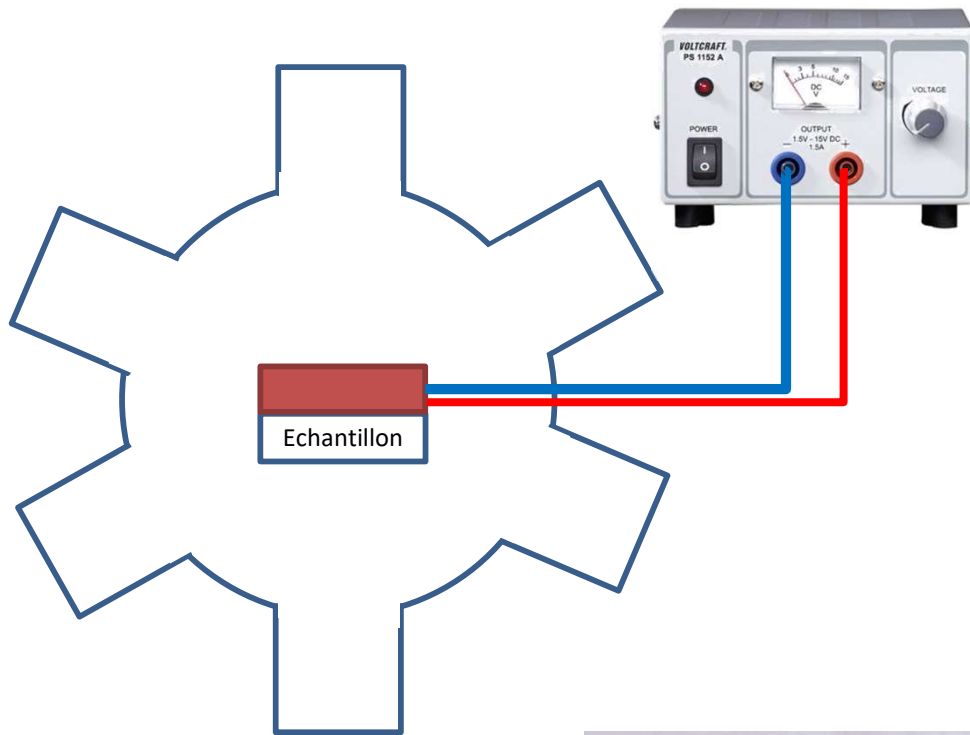
<https://www.uhvdesign.com/>



<https://www.cathode.com/>



<http://www.flamarweb.com/>



$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $20^\circ\text{C} \geq T \geq 1600^\circ\text{C}$

- Chaleur générée par un courant électrique
- transmise à l'échantillon par conduction thermique et/ou rayonnement.
- Existe en version encapsulée et non encapsulée.
- Les systèmes encapsulés (par exemple SiC) peuvent supporter de fortes pressions partielles de gaz même corrosifs.
- Ces systèmes sont assez lents et ne conviennent pas pour les rampes rapides.



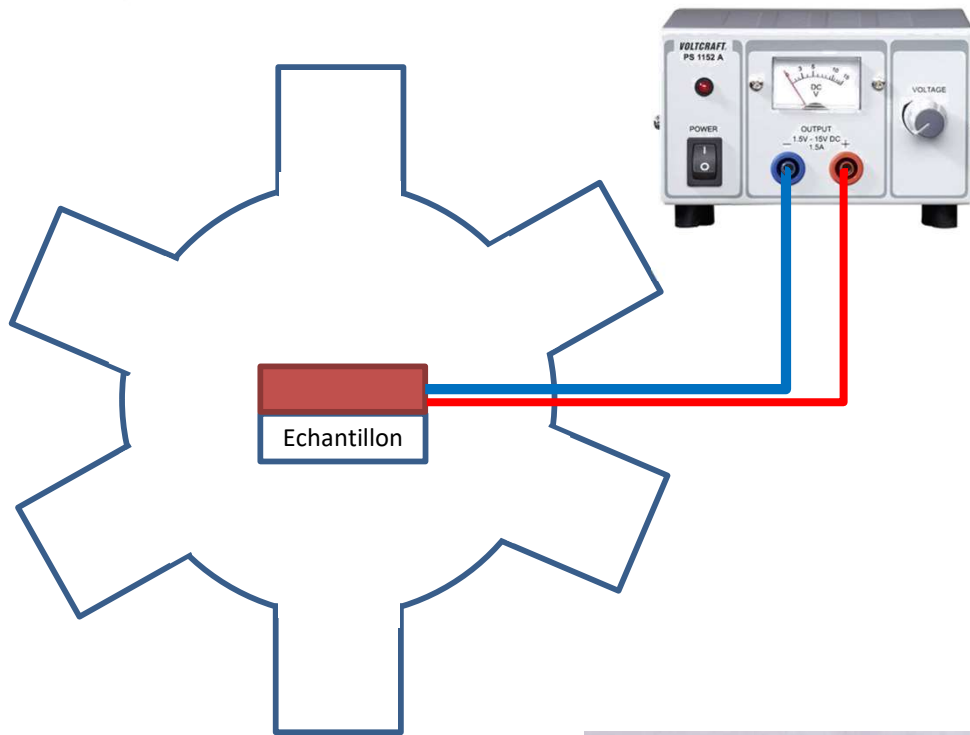
<https://www.cathode.com/>



<https://www.uhvdesign.com/>



<http://www.flamarweb.com/>



$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $20^\circ\text{C} \geq T \geq 1600^\circ\text{C}$

- Chaleur générée par un courant électrique
- transmise à l'échantillon par conduction thermique et/ou rayonnement.
- Existe en version encapsulée et non encapsulée.
- Les systèmes encapsulés (par exemple SiC) peuvent supporter de fortes pressions partielles de gaz même corrosifs.
- Ces systèmes sont assez lents et ne conviennent pas pour les rampes rapides.
- beaucoup de pollution. Il est préférable de refroidir l'environnement.



<https://www.cathode.com/>

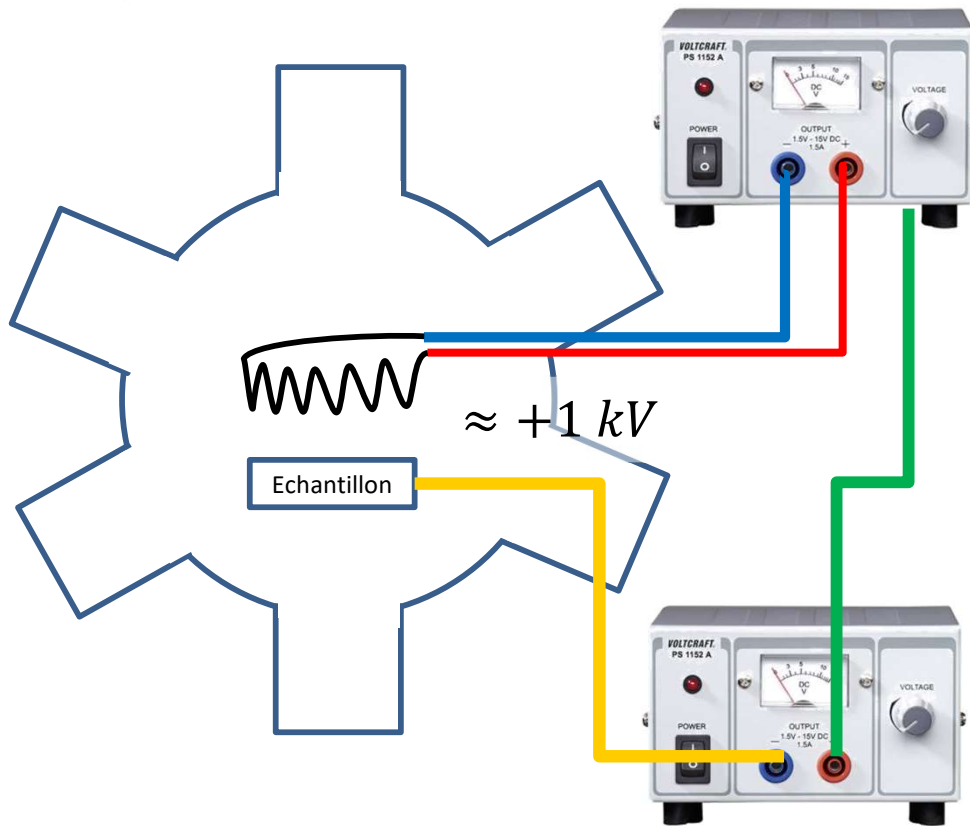


<https://www.uhvdesign.com/>



<http://www.flamarweb.com/>

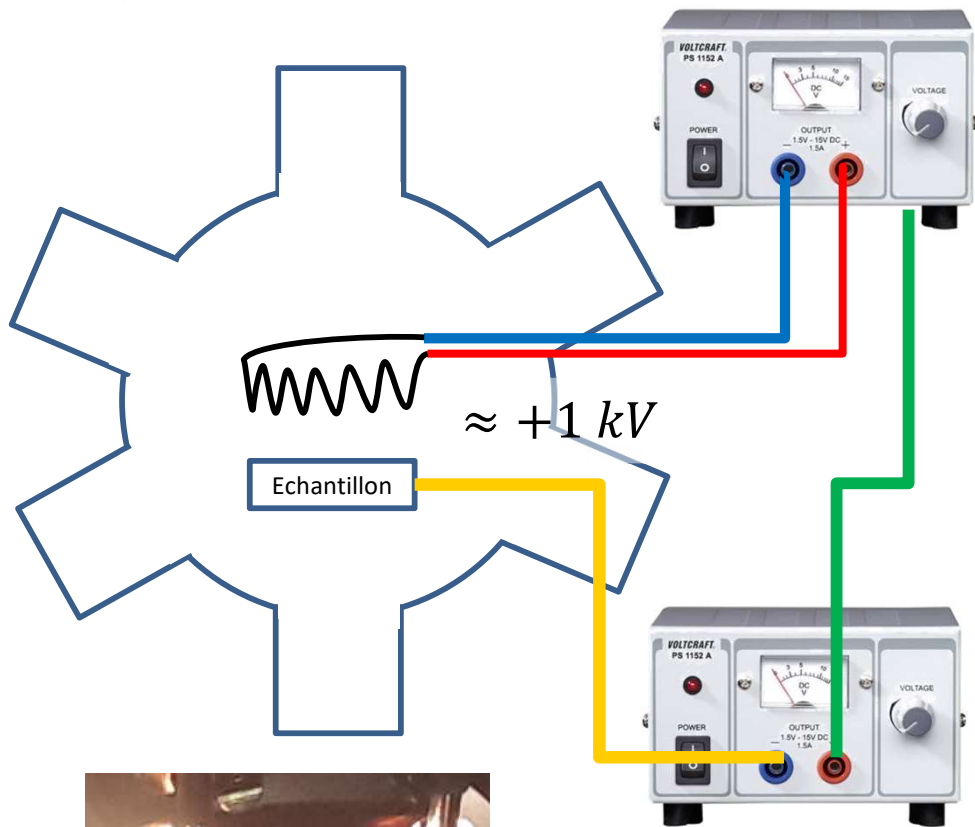
Chauffage par bombardement électronique



$1 \times 10^{-3} \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $500^\circ\text{C} \geq T \geq 3000^\circ\text{C}$

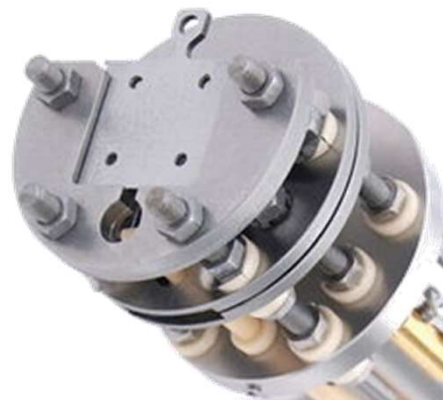
- Les électrons sont générés par un filament et accélérés par une haute tension vers l'arrière de l'échantillon.



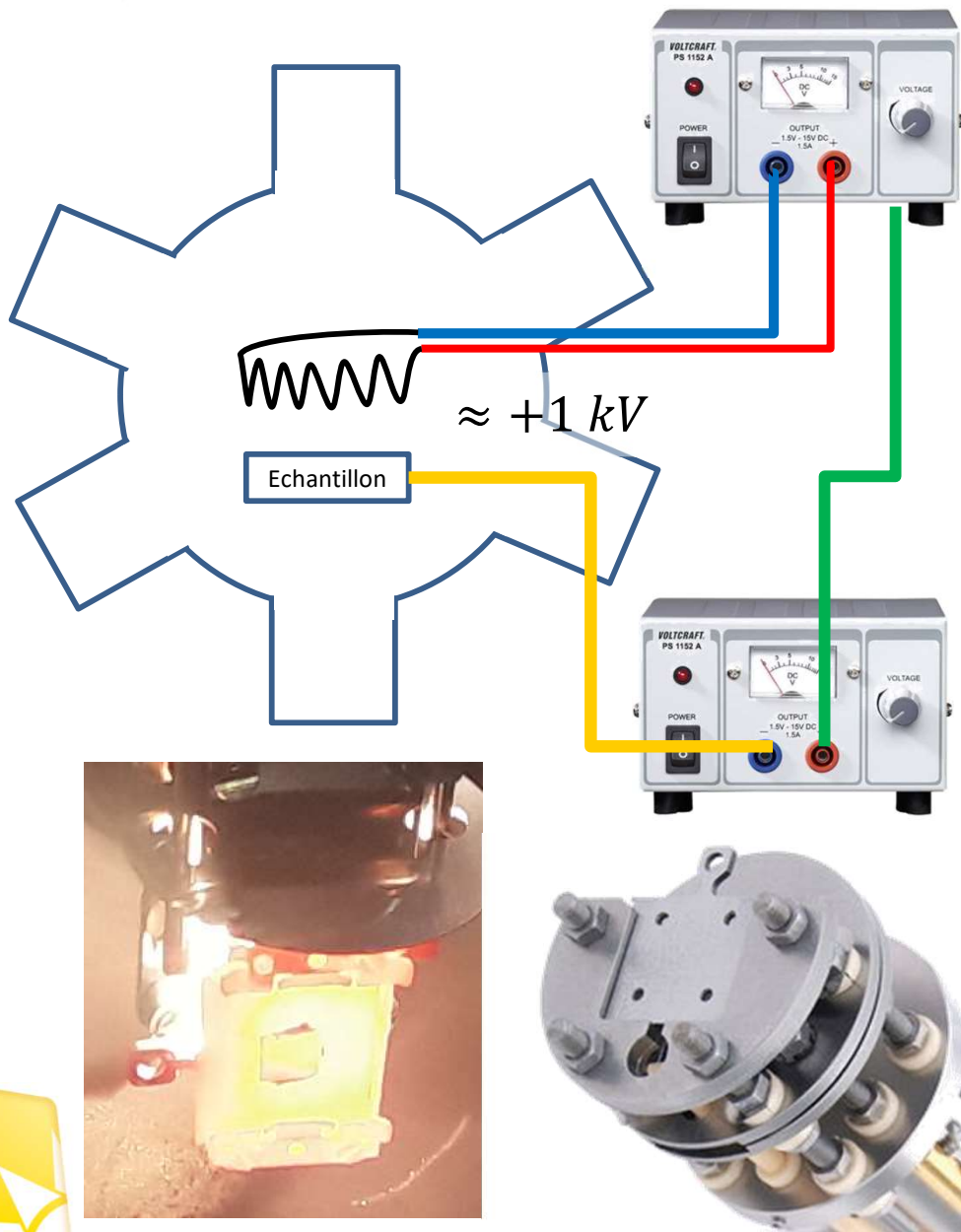


$1 \times 10^{-3} \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $500^\circ\text{C} \geq T \geq 3000^\circ\text{C}$

- Les électrons sont générés par un filament et accélérés par une haute tension vers l'arrière de l'échantillon.
- Cela permet des températures très élevées.

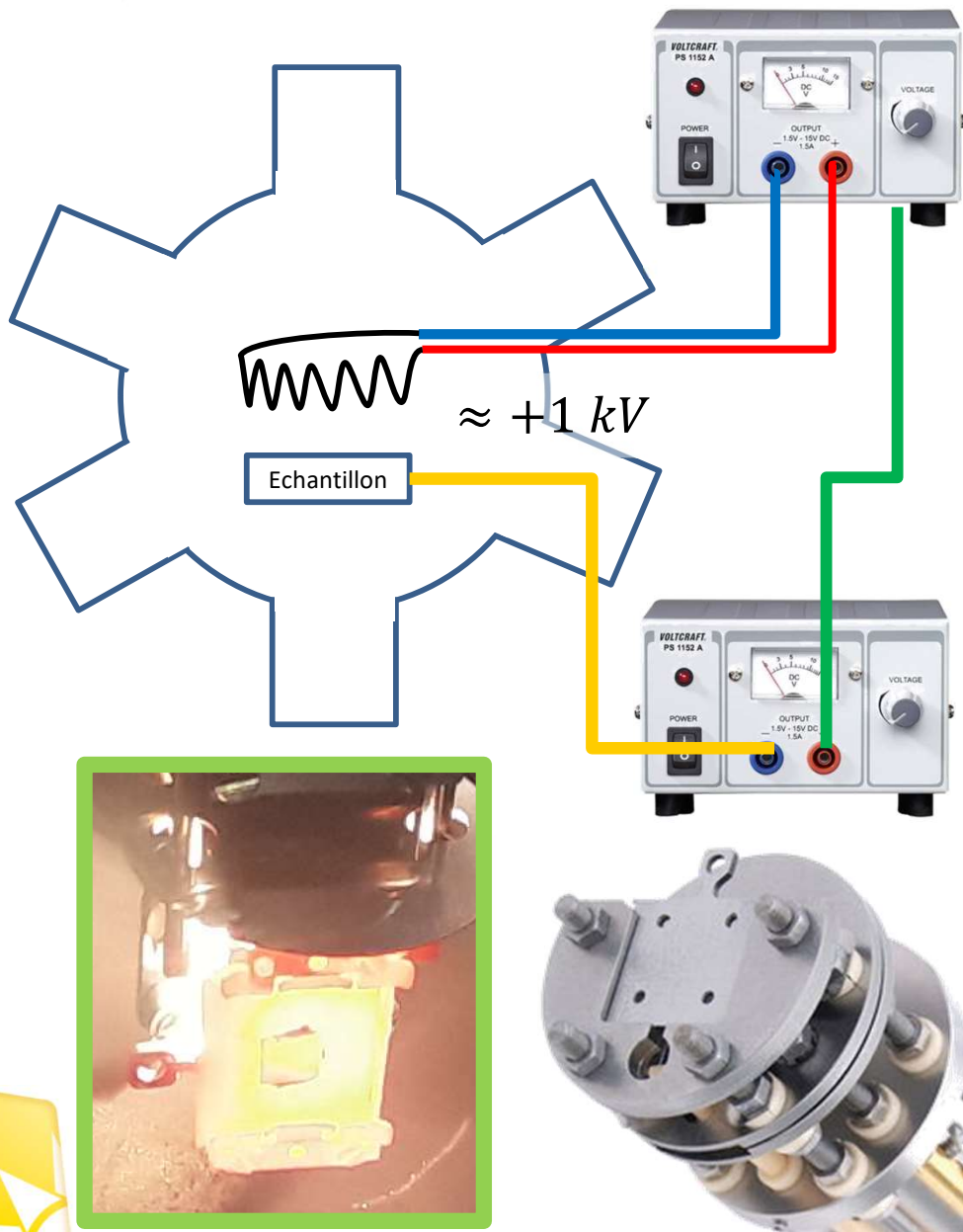


<https://www.kentax.de>



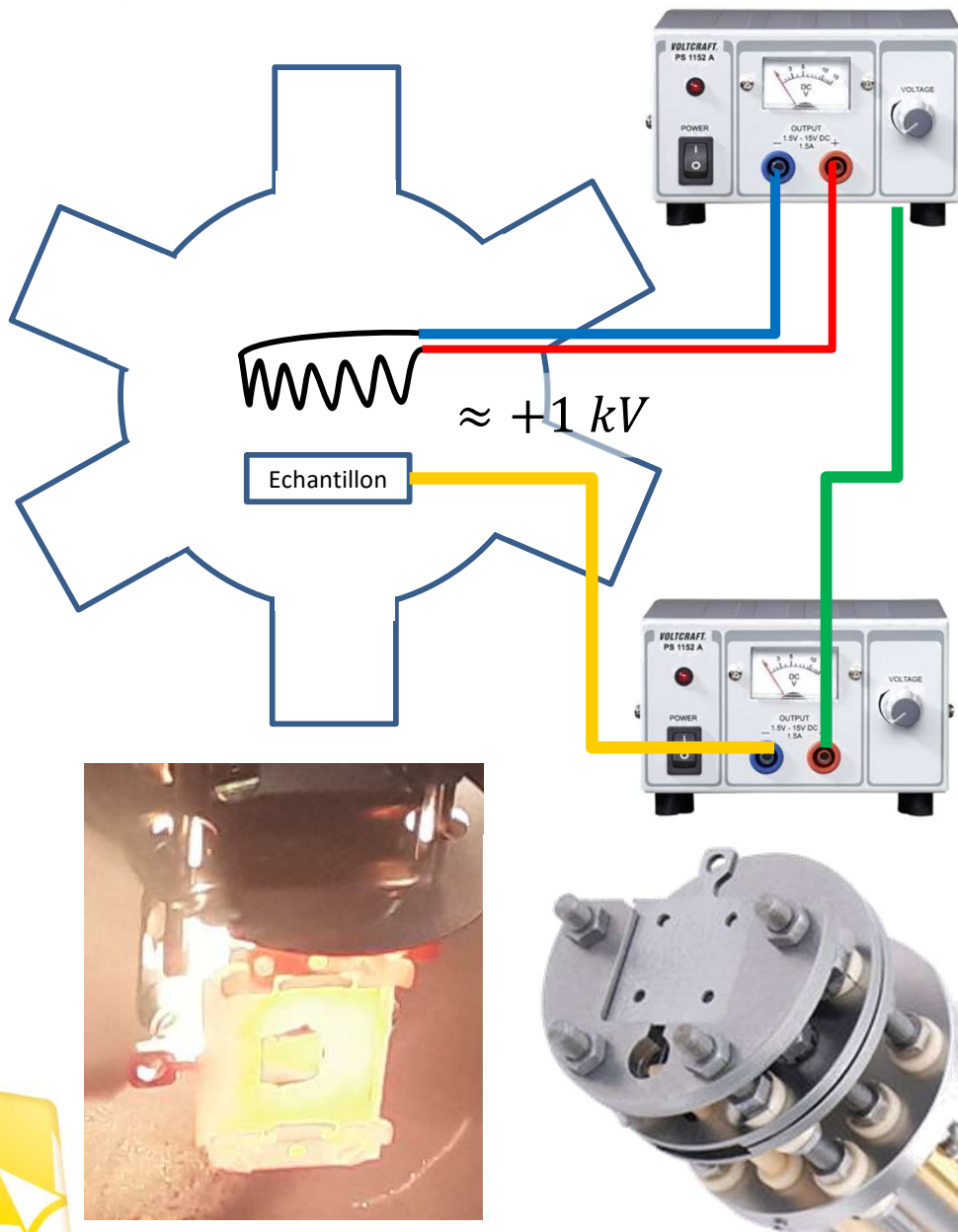
$1 \times 10^{-3} \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $500^\circ\text{C} \geq T \geq 3000^\circ\text{C}$

- Les électrons sont générés par un filament et accélérés par une haute tension vers l'arrière de l'échantillon.
- Cela permet des températures très élevées.
- Chauffage relativement rapide possible.



$1 \times 10^{-3} \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $500^\circ\text{C} \geq T \geq 3000^\circ\text{C}$

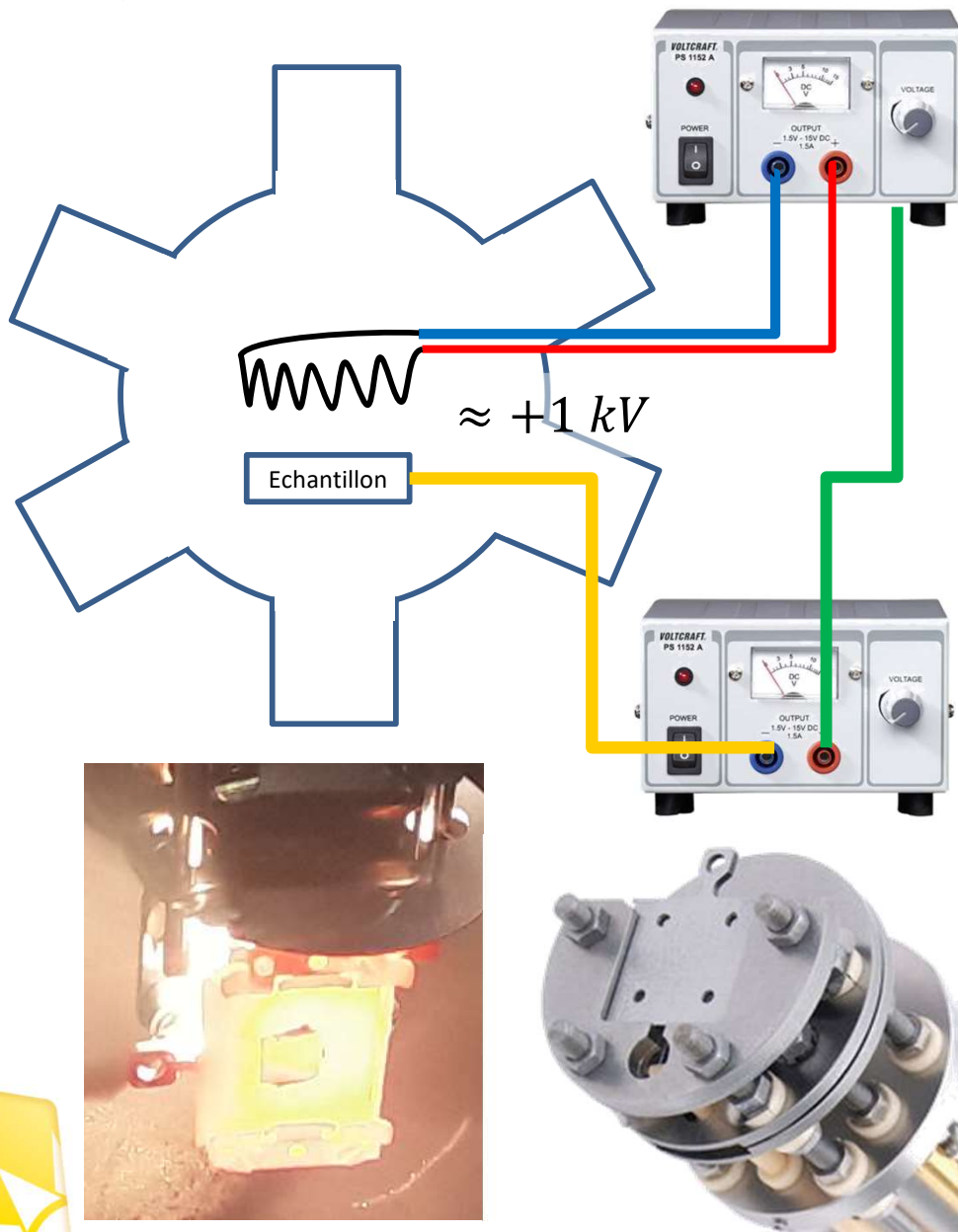
- Les électrons sont générés par un filament et accélérés par une haute tension vers l'arrière de l'échantillon.
- Cela permet des températures très élevées.
- Chauffage relativement rapide possible.
- Répartition de la température généralement très homogène



$$1 \times 10^{-3} \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$$

$$500^\circ\text{C} \geq T \geq 3000^\circ\text{C}$$

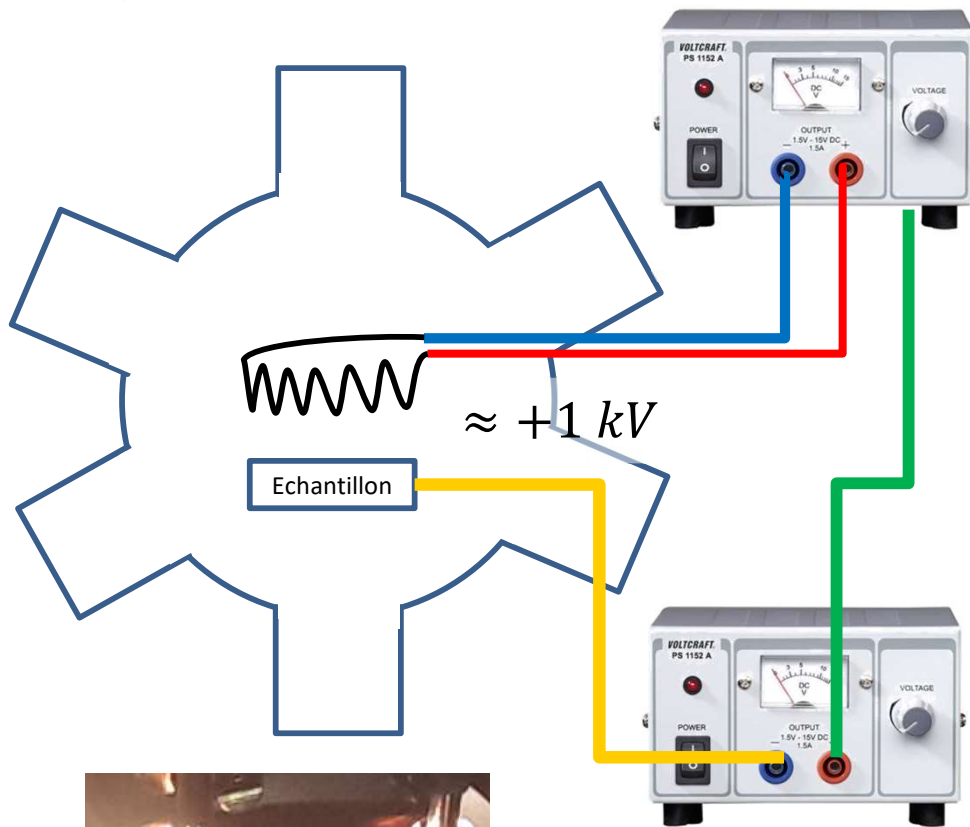
- Les électrons sont générés par un filament et accélérés par une haute tension vers l'arrière de l'échantillon.
- Cela permet des températures très élevées.
- Chauffage relativement rapide possible.
- Répartition de la température généralement très homogène
- Les températures et les rampes ne sont pas toujours faciles à contrôler (en particulier $T < 1000^\circ\text{C}$).



$$1 \times 10^{-3} \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$$

$$500^\circ\text{C} \geq T \geq 3000^\circ\text{C}$$

- Les électrons sont générés par un filament et accélérés par une haute tension vers l'arrière de l'échantillon.
- Cela permet des températures très élevées.
- Chauffage relativement rapide possible.
- Répartition de la température généralement très homogène
- Les températures et les rampes ne sont pas toujours faciles à contrôler (en particulier $T < 1000^\circ\text{C}$).
- beaucoup de pollution. Il est préférable de refroidir l'environnement.

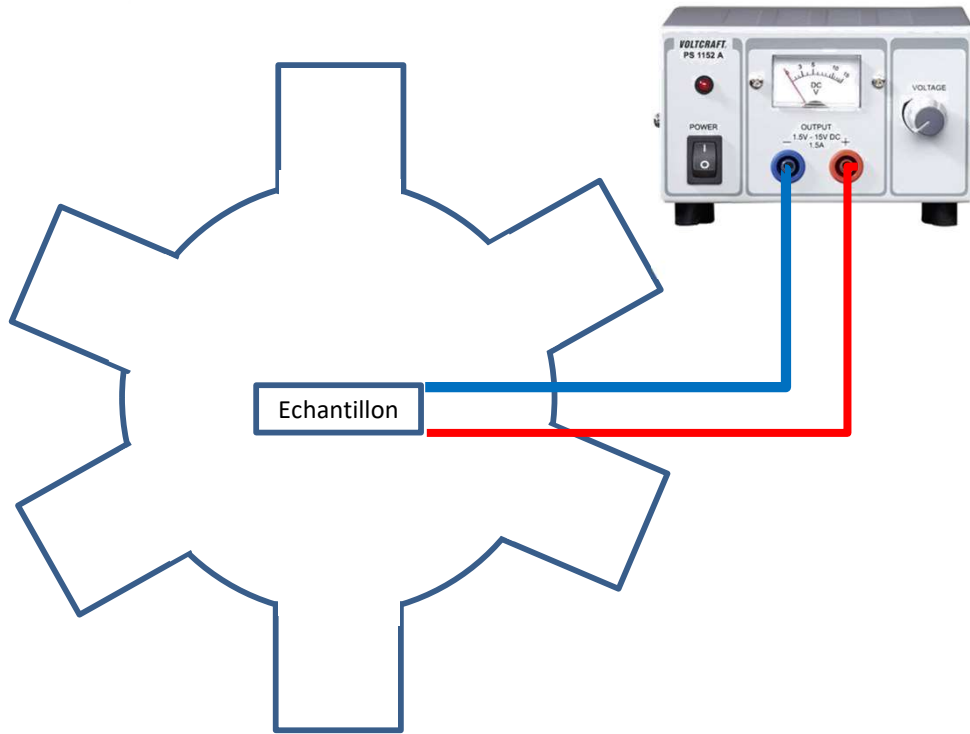


$1 \times 10^{-3} \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $500^\circ\text{C} \geq T \geq 3000^\circ\text{C}$

- Les électrons sont générés par un filament et accélérés par une haute tension vers l'arrière de l'échantillon.
- Cela permet des températures très élevées.
- Chauffage relativement rapide possible.
- Répartition de la température généralement très homogène
- Les températures et les rampes ne sont pas toujours faciles à contrôler (en particulier $T < 1000^\circ\text{C}$).
- beaucoup de pollution. Il est préférable de refroidir l'environnement.
- Avec un filament de rhodium, il est possible de chauffer sous 10^{-4} mbar oxygène.

<https://www.kentax.de>

Chauffage par courant direct

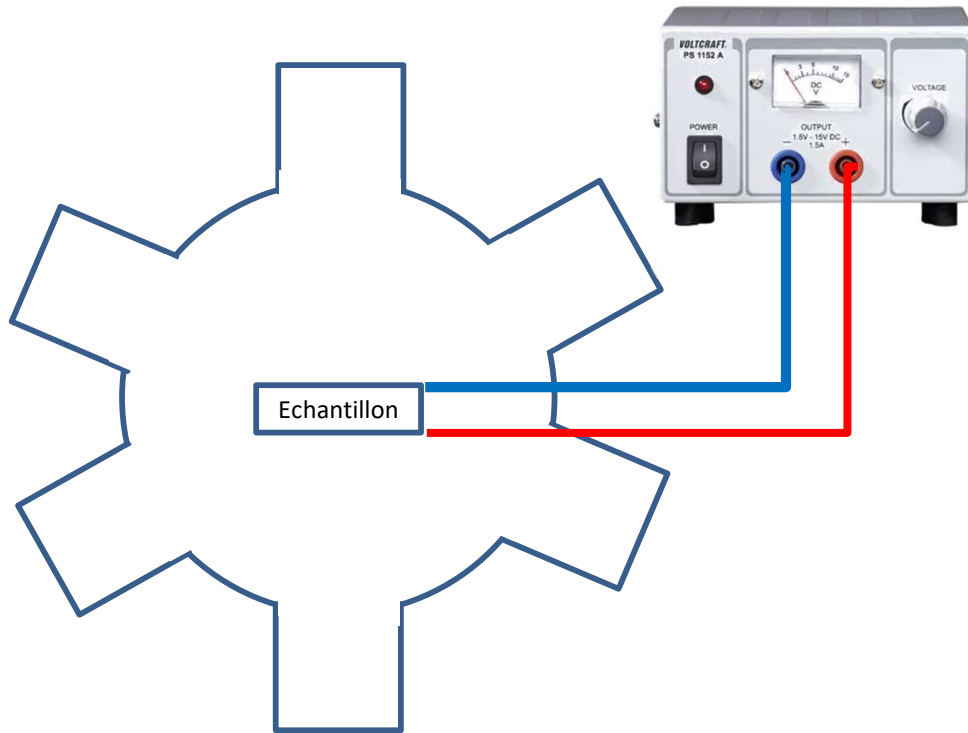


$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $20^\circ\text{C} \geq T \geq 3000^\circ\text{C}$

- L'échantillon doit être conducteur. Il est chauffé directement par sa résistance électrique.



Chauffage par courant direct

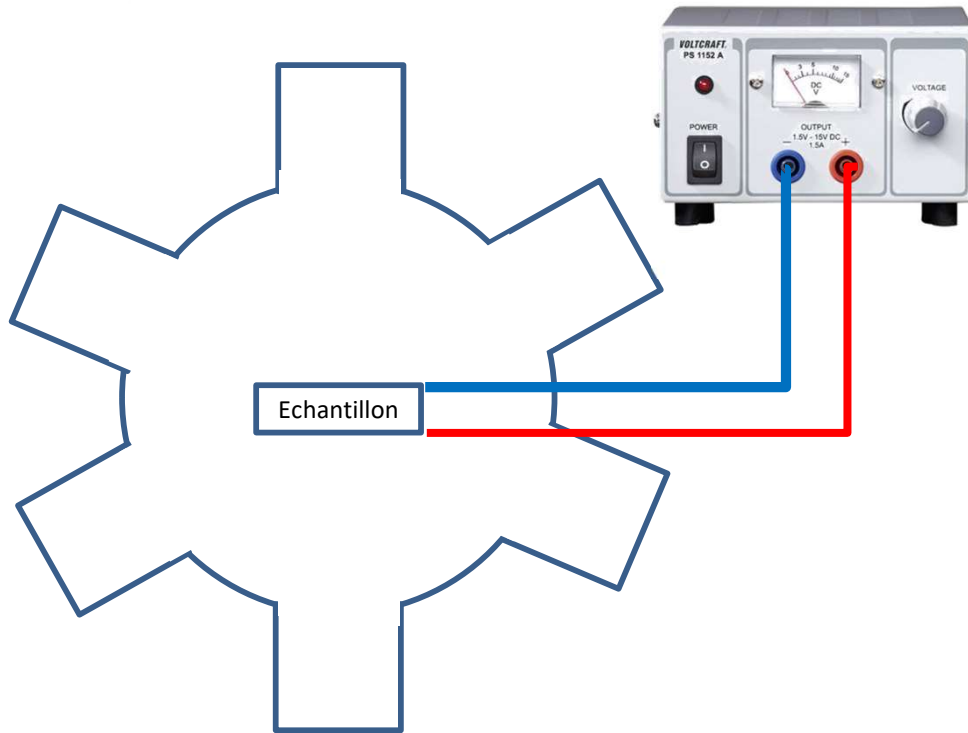


$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $20^\circ\text{C} \geq T \geq 3000^\circ\text{C}$

- L'échantillon doit être conducteur. Il est chauffé directement par sa résistance électrique.
- Le montage doit être très bien contrôlé. Par exemple: Si la résistance de contact entre l'échantillon et le porte-échantillon est trop grande, de nombreux problèmes peuvent survenir.



Chauffage par courant direct

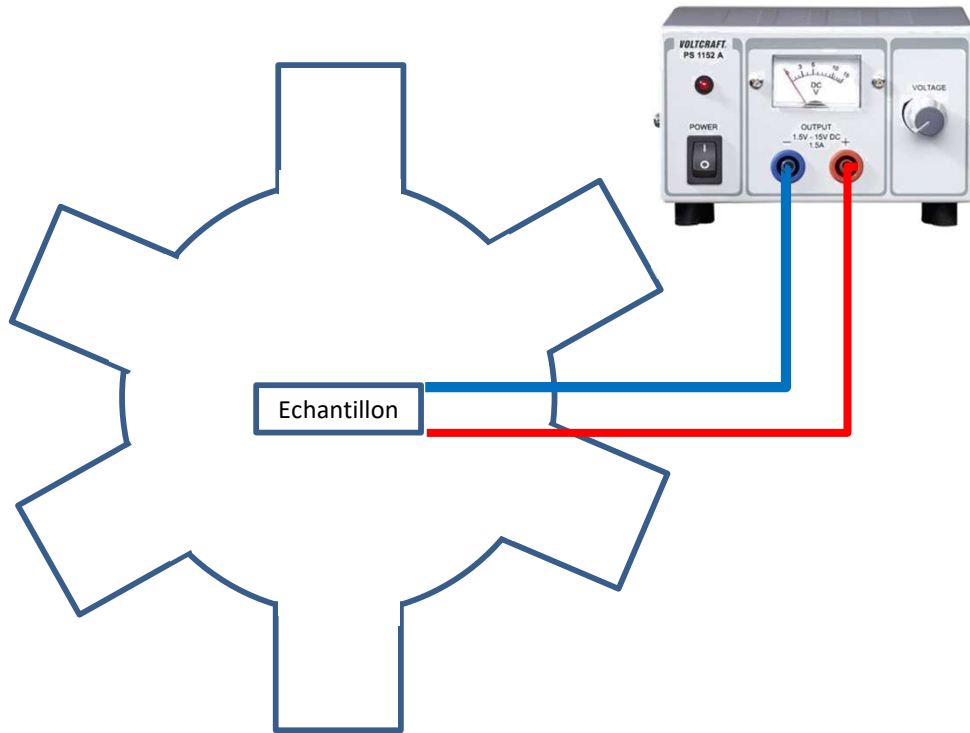


$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $20^\circ\text{C} \geq T \geq 3000^\circ\text{C}$

- L'échantillon doit être conducteur. Il est chauffé directement par sa résistance électrique.
- Le montage doit être très bien contrôlé. Par exemple: Si la résistance de contact entre l'échantillon et le porte-échantillon est trop grande, de nombreux problèmes peuvent survenir.
- Le chauffage est très précis à contrôler et assez reproductible.

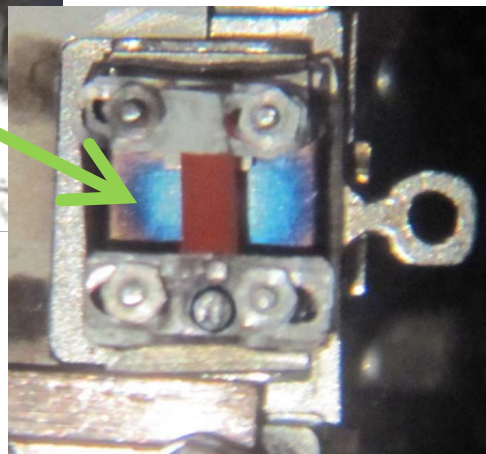


Chauffage par courant direct

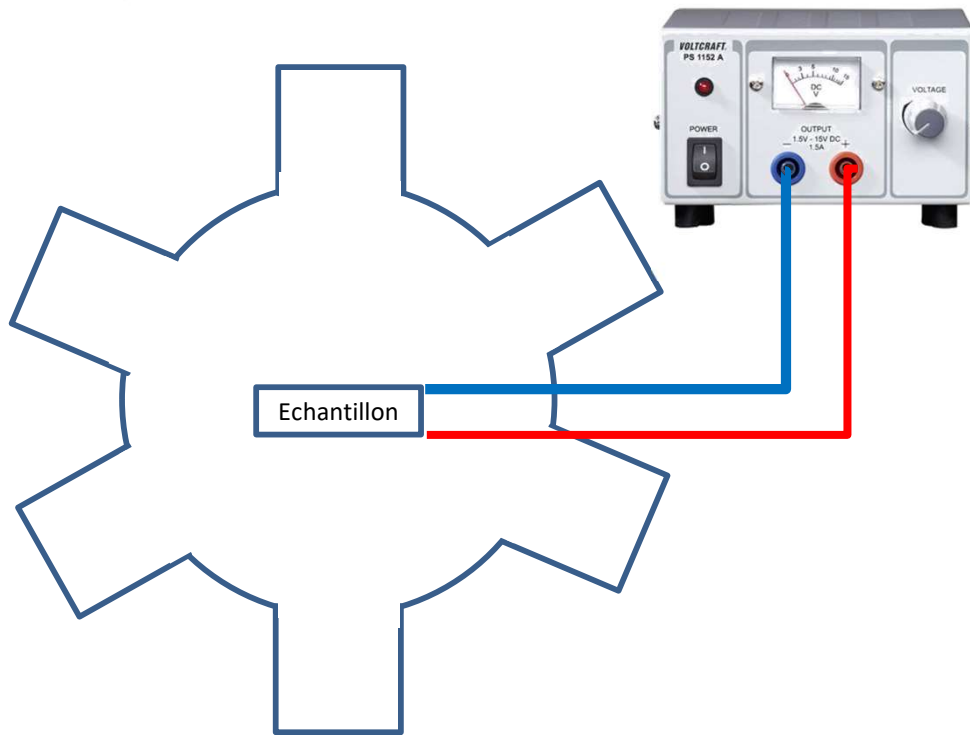


$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $20^\circ\text{C} \geq T \geq 3000^\circ\text{C}$

- L'échantillon doit être conducteur. Il est chauffé directement par sa résistance électrique.
- Le montage doit être très bien contrôlé. Par exemple: Si la résistance de contact entre l'échantillon et le porte-échantillon est trop grande, de nombreux problèmes peuvent survenir.
- Le chauffage est très précis à contrôler et assez reproductible.
- L'homogénéité n'est pas assurée.

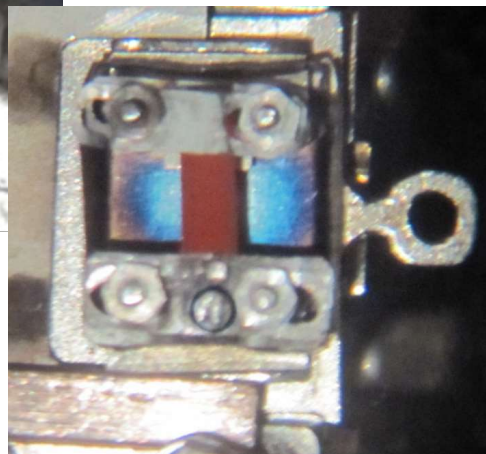


Chauffage par courant direct

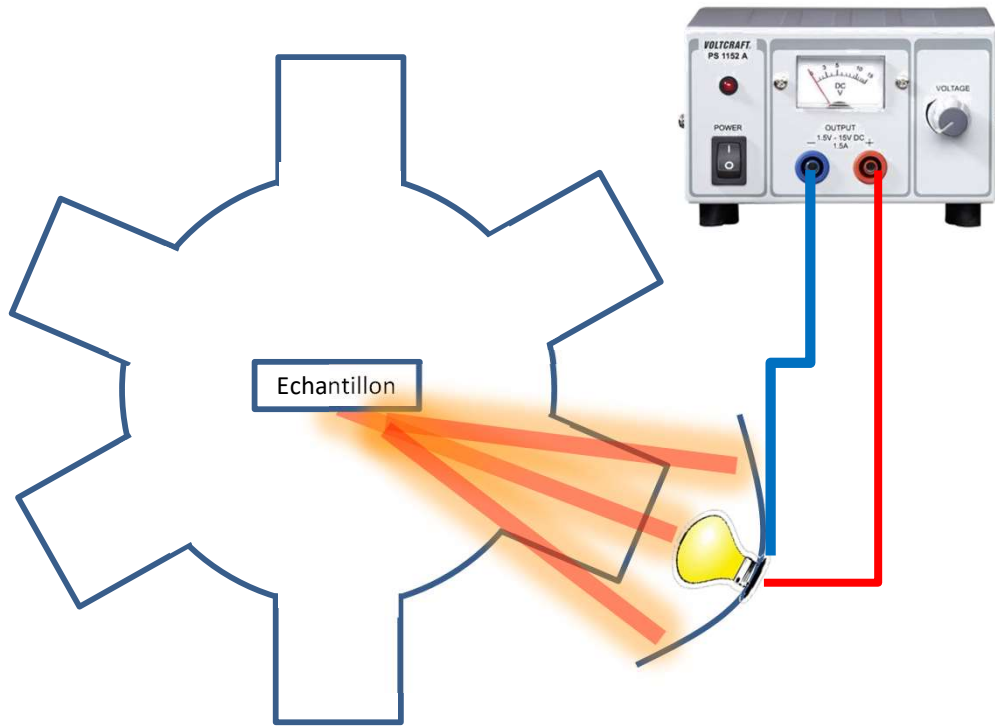


$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $20^\circ\text{C} \geq T \geq 3000^\circ\text{C}$

- L'échantillon doit être conducteur. Il est chauffé directement par sa résistance électrique.
- Le montage doit être très bien contrôlé. Par exemple: Si la résistance de contact entre l'échantillon et le porte-échantillon est trop grande, de nombreux problèmes peuvent survenir.
- Le chauffage est très précis à contrôler et assez reproductible.
- L'homogénéité n'est pas assurée.
- La chaleur est produite de manière très localisée. La pollution est très limitée.



Chauffage par la lumière

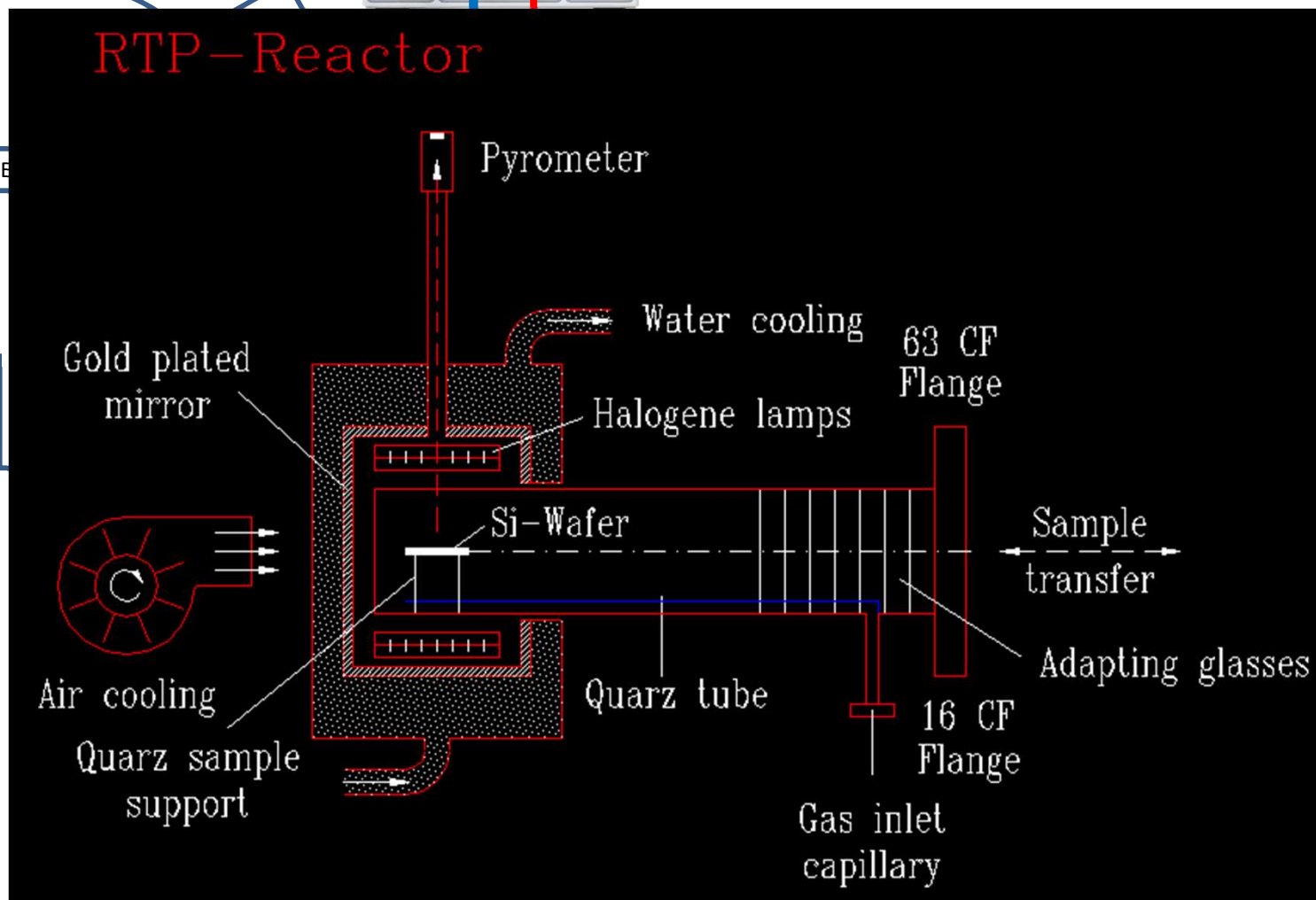


$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $20^\circ\text{C} \geq T \geq 3000^\circ\text{C}$



$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$

$20^\circ\text{C} \geq T \geq 3000^\circ\text{C}$

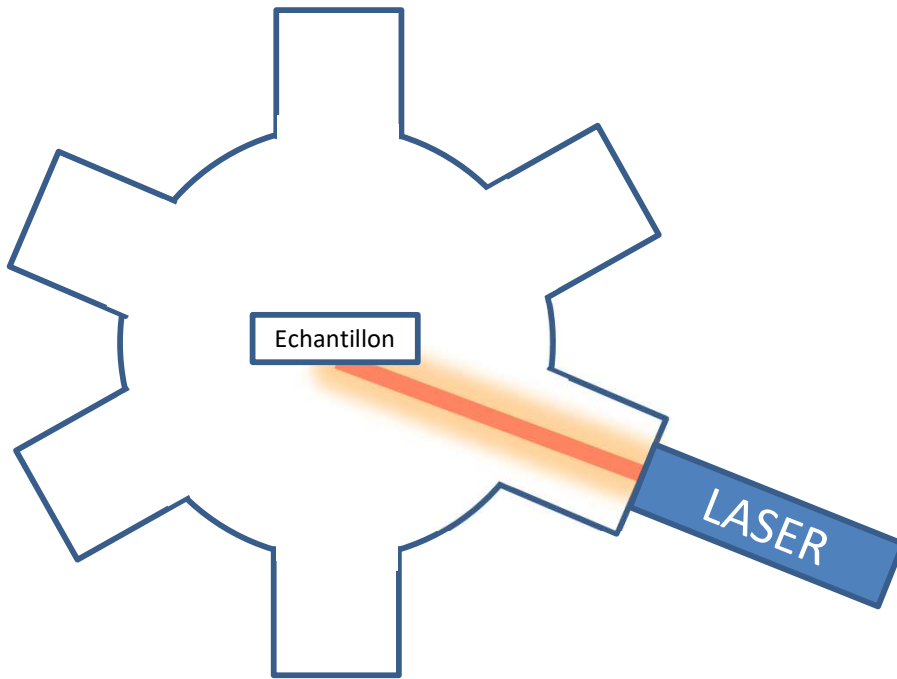


S. Kubsky, Dissertation

Chauffage par LASER

$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $20^\circ\text{C} \geq T \geq 3000^\circ\text{C}$

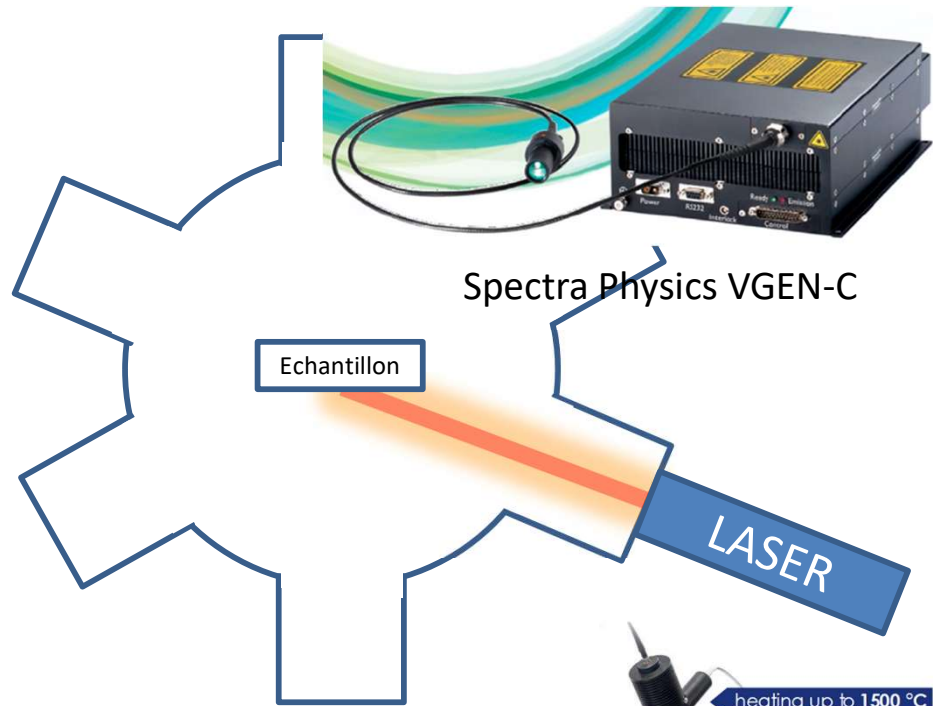
- On utilise typiquement des LASER infrarouges. Ils sont guidés par des fibres optiques.



Chauffage par LASER

$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $20^\circ\text{C} \geq T \geq 3000^\circ\text{C}$

- On utilise typiquement des LASER infrarouge. Ils sont guidés par des fibres optiques.



Jenoptik / RPMC



Prevac

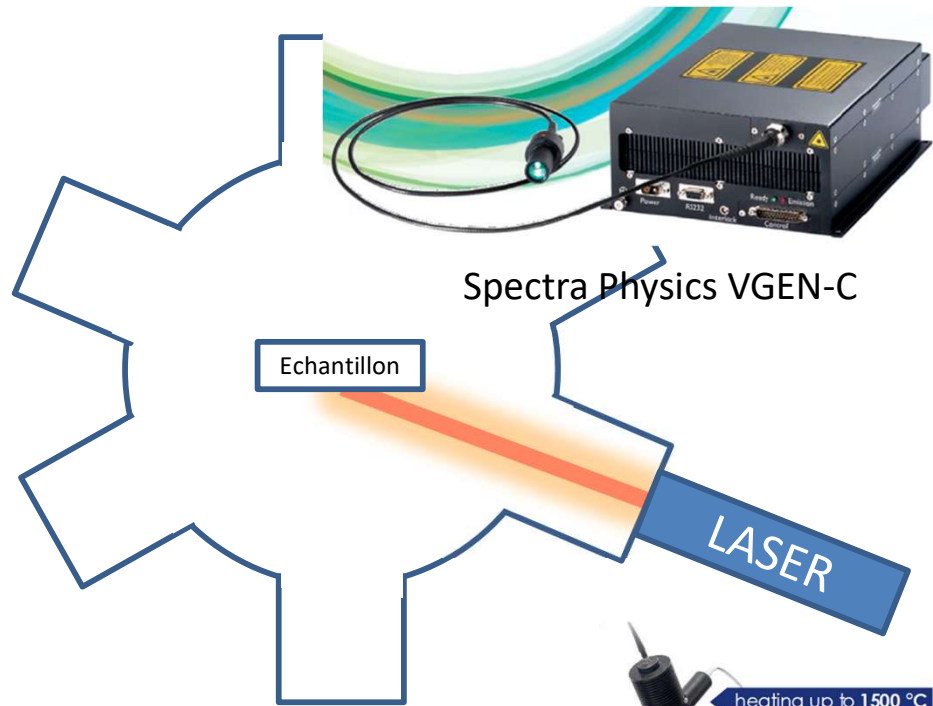


redEnergy G4

Chauffage par LASER

$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $20^\circ\text{C} \geq T \geq 3000^\circ\text{C}$

- On utilise typiquement des LASER infrarouge. Ils sont guidés par des fibres optiques.
- Si l'on utilise un pyromètre, il doit fonctionner sur une autre longueur d'onde.



Jenoptik / RPMC



Prevac



redEnergy G4

Chauffage par LASER

$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $20^\circ\text{C} \geq T \geq 3000^\circ\text{C}$

- On utilise typiquement des LASER infrarouge. Ils sont guidés par des fibres optiques.
- Si l'on utilise un pyromètre, il doit fonctionner sur une autre longueur d'onde.
- Si la fibre optique n'est pas introduite dans le vide, il faut une fenêtre spéciale. Les fenêtres ne doivent pas se salir.

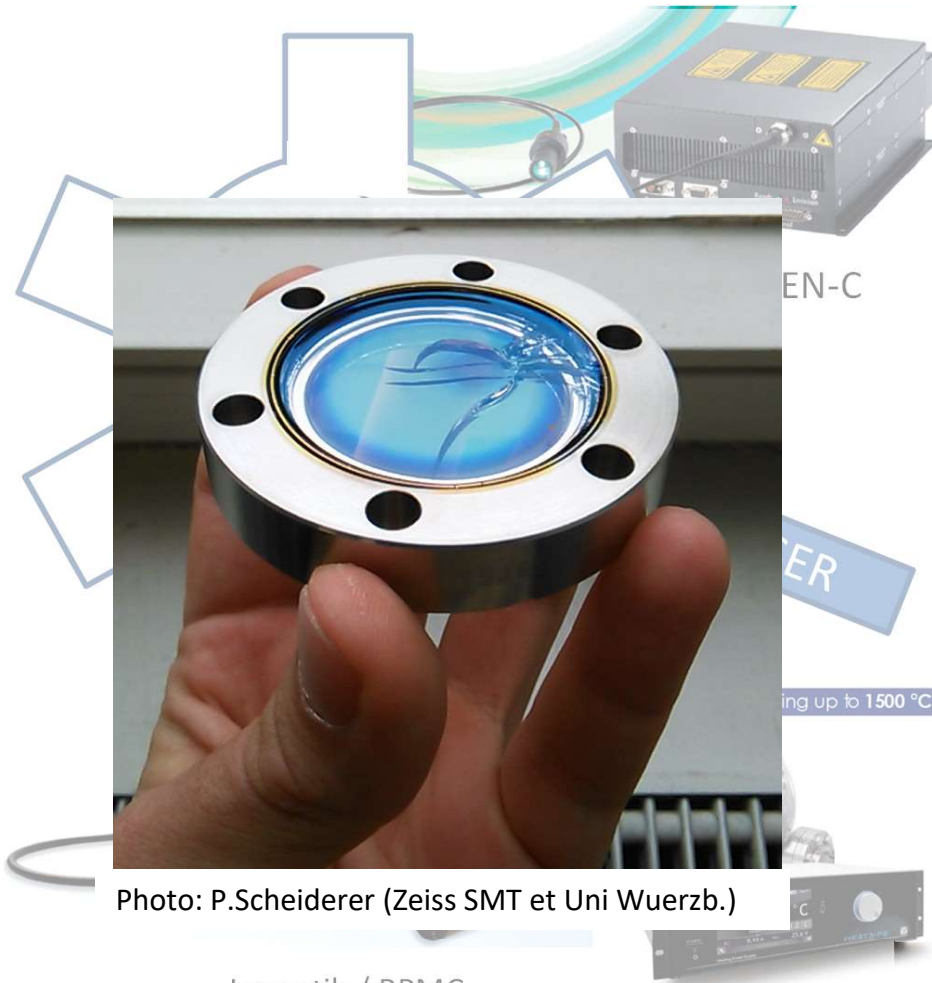


Photo: P.Scheiderer (Zeiss SMT et Uni Wuerzb.)

Jenoptik / RPMC

Prevac

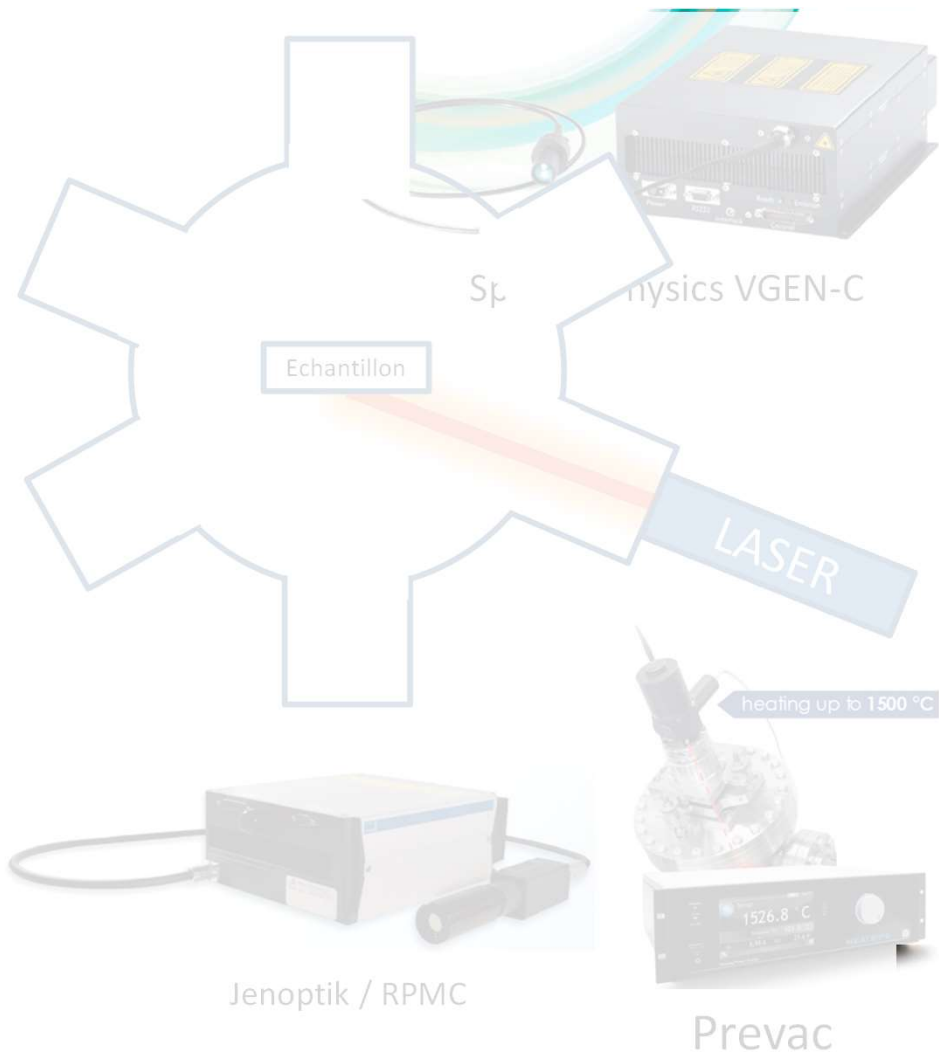


redEnergy G4

Chauffage par LASER

$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $20^\circ\text{C} \geq T \geq 3000^\circ\text{C}$

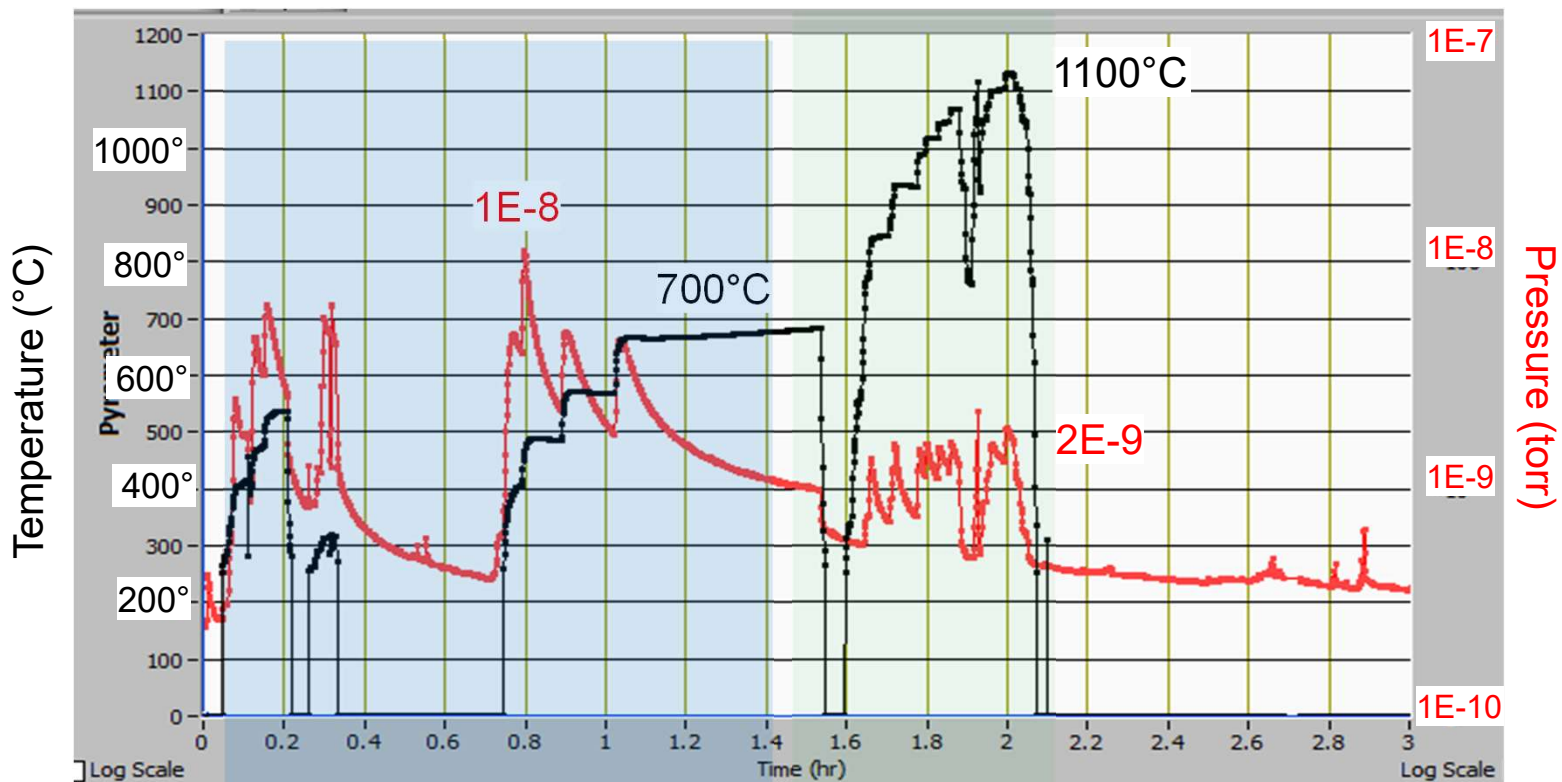
- On utilise typiquement des LASER infrarouge. Ils sont guidés par des fibres optiques.
- Si l'on utilise un pyromètre, il doit fonctionner sur une autre longueur d'onde.
- Si la fibre optique n'est pas introduite dans le vide, il faut une fenêtre spéciale. Les fenêtres ne doivent pas se salir.
- En général, toutes les fenêtres sont obturées pour des raisons de sécurité. Donc, il faut un caméra. En revanche, une caméra CCD standard voit très bien le spot du laser.



$1000 \text{ mbar} \geq p \geq 1 \times 10^{-11} \text{ mbar}$
 $20^\circ\text{C} \geq T \geq 3000^\circ\text{C}$

- On utilise typiquement des LASER infrarouge. Ils sont guidés par des fibres optiques.
- Si l'on utilise un pyromètre, il doit fonctionner sur une autre longueur d'onde.
- Si la fibre optique n'est pas introduite dans le vide, il faut une fenêtre spéciale. Les fenêtres ne doivent pas se salir.
- En général, toutes les fenêtres sont obturées pour des raisons de sécurité. Donc, il faut une caméra. En revanche, une caméra CCD standard voit très bien le spot du laser.
- On peut chauffer très rapidement et très localement. Tant que l'absorption de l'échantillon ne change pas, on peut très bien contrôler. Il n'y a presque pas de pollution.





Bombardment électronique

LASER



Avantages du laser:

Chauffage local

⇒ dégazage local

⇒ pression plus faible pour une T plus élevée

J'espère avoir présenté quelques méthodes qui peuvent également être utilisées de manière transversale.

En général, chaque méthode a ses avantages et ses inconvénients.

Merci de votre attention!!

