

High Pressure Cell Cryostat v.2

ID28-ID9

Description

Cet instrument a été spécialement conçu pour la mesure d'échantillons contenus dans les cellules haute pression en alliage cuivre-béryllium de 49.6 mm de diamètre.

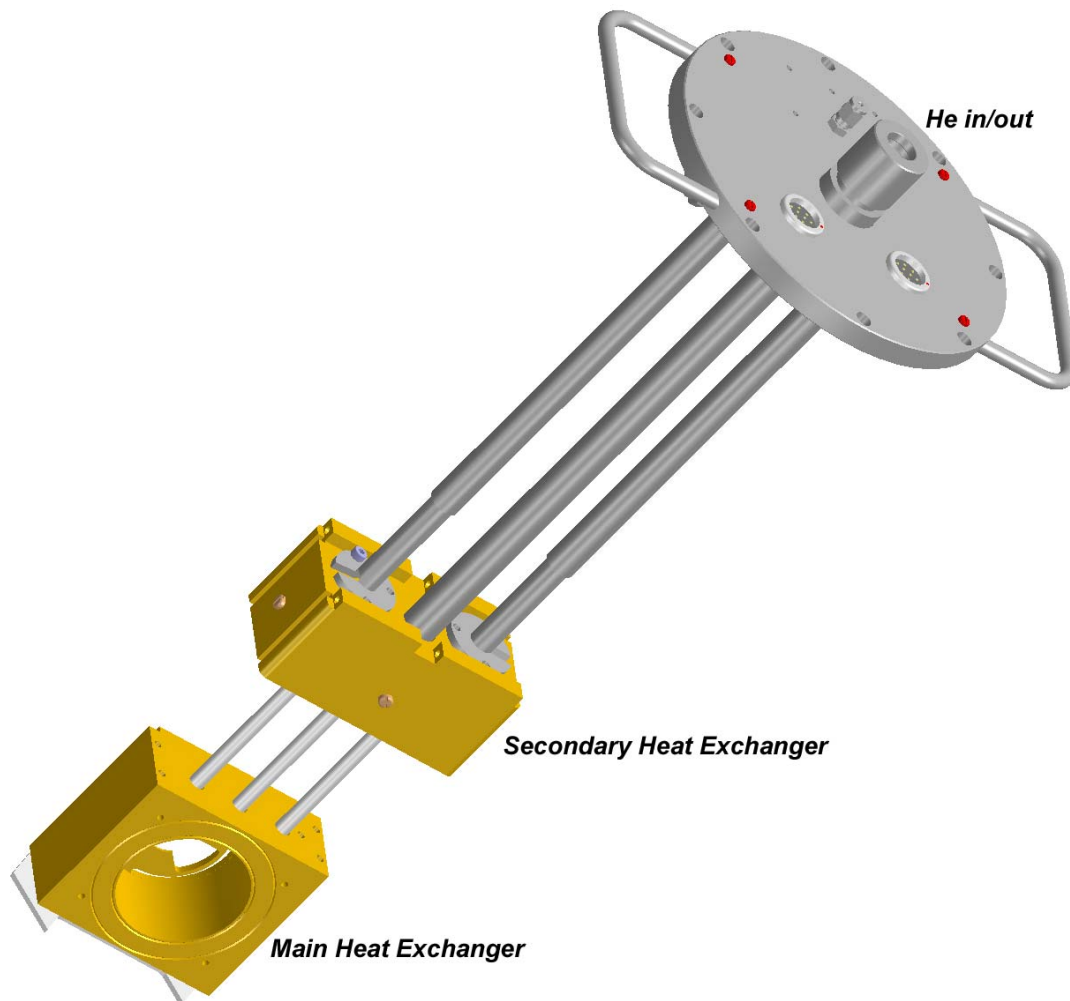


Le cryostat est composé de trois modules :

1. Le circuit He
2. L'écran thermique
3. La chambre à vide

Le circuit Hélium

Il s'agit d'un circuit fermé pour le refroidissement de la chambre de mesure. (*L'He n'est pas en contact avec la cellule*). Il est constitué, essentiellement, de deux échangeurs de chaleur : l'échangeur principal qui refroidit la cellule et l'échangeur secondaire qui récupère l'enthalpie restante du gaz (*après avoir refroidit la cellule*) pour refroidir l'écran thermique.



La cellule est placée dans la cavité circulaire de l'échangeur principal avec une fine couche de graisse à vide pour faciliter le positionnement et le transfert de chaleur.

L'entrée d'He est spécialement conçue pour un tube de transfert Oxford type LLT.



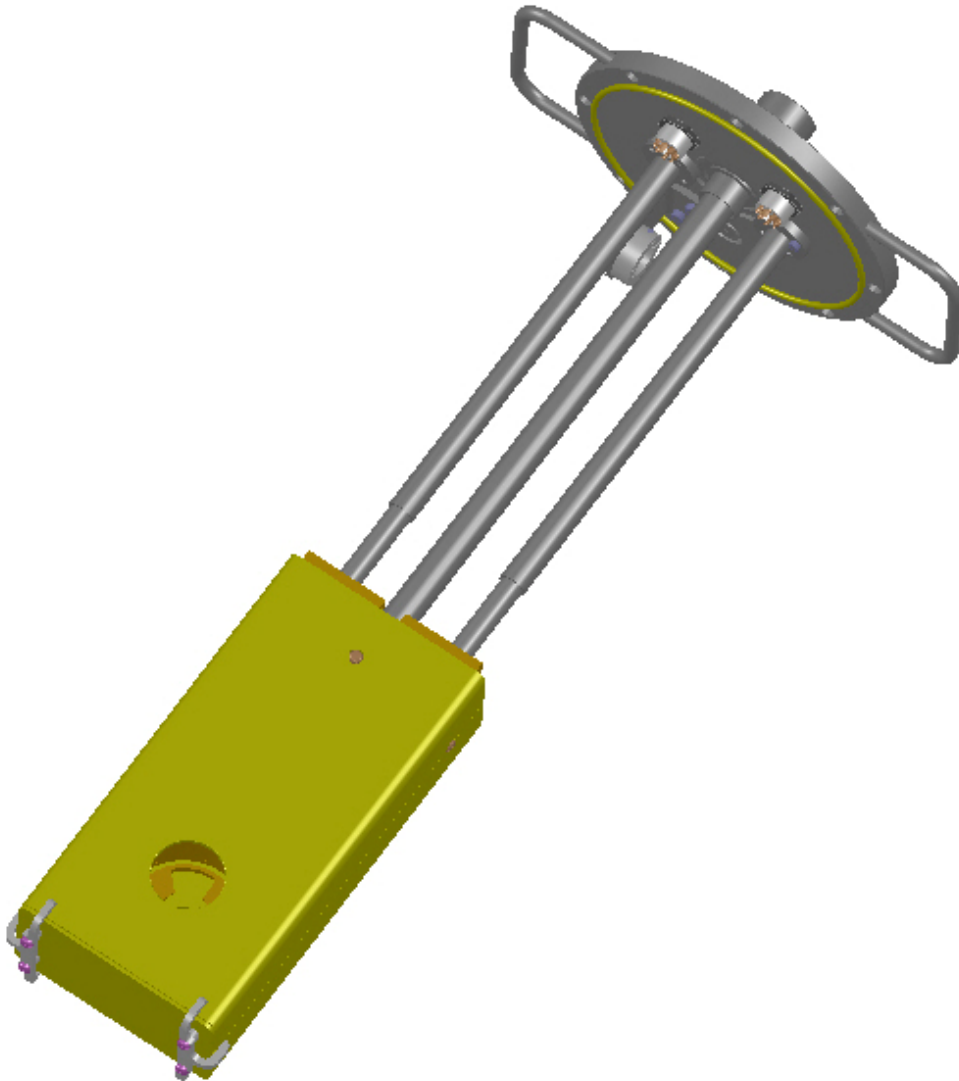
**Ne pas introduire un tube de transfert He autre que le tube de transfert Oxford LLT.
Le cryostat ne peut pas fonctionner à l'Hélium liquide.**

Il est possible d'utiliser de l'Azote gazeux refroidi à 80 K (par le biais d'un générateur de gaz froid) avec un adaptateur pour l'entrée d'He. Ceci permettra un accès plus adapté pour le travail à des températures supérieures à 100 K.

L'écran thermique

Le rôle de cette pièce est de préserver l'échangeur principal et la cellule du rayonnement provenant des pièces à température ambiante. Elle est faite en cuivre et porte une couche d'or de 5 μm (de même que les deux échangeurs).

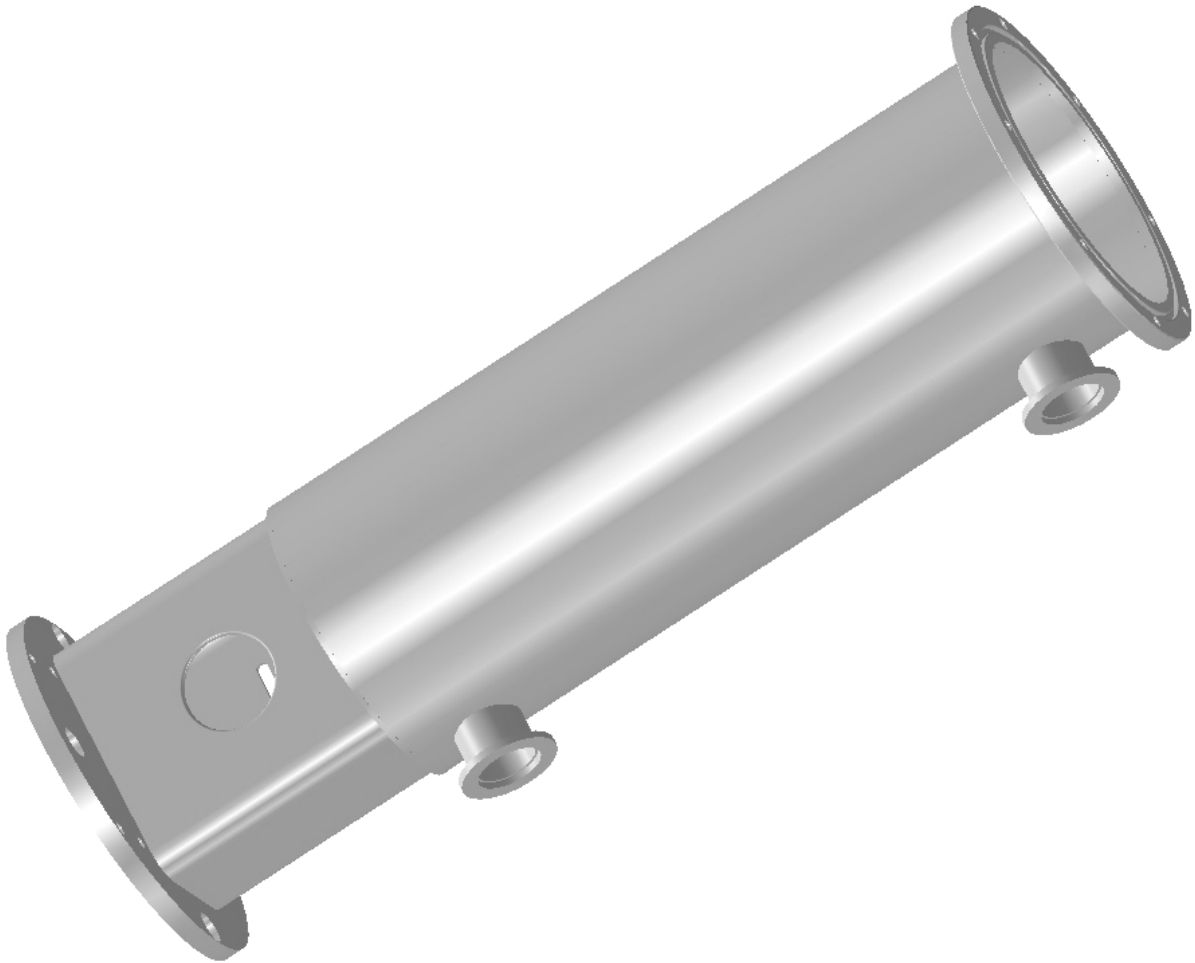
L'écran est fixé sur l'échangeur secondaire avec six vis en laiton.



Le contact thermique entre l'échangeur secondaire et l'écran se fait par une fine couche de graisse à vide.

La chambre à vide

L'enveloppe externe de l'instrument est réalisée en acier inoxydable. Il comporte deux brides KF (pour le pompage et/ ou autres applications) et les fenêtres en kapton et en mylar de 50 μm d'épaisseur.



En principe, on peut obtenir un bon niveau de vide avec une pression de l'ordre de 10^{-6} mbar en quelques heures de pompage. Néanmoins il est recommandé de toujours maintenir le pompage du cryostat en raison de la perméabilité des fenêtres.

Principe de fonctionnement du cryostat

Le cryostat fonctionne d'après le principe du flux continu : l'He liquide contenu dans un vase est aspiré par un tube de transfert et introduit dans le cryostat de façon continue.

L'aspiration de l'He liquide produit du gaz à une température donnée ($<4\text{ K}$) qui est injecté dans un échangeur de chaleur (l'échangeur principal) dans le but de refroidir l'échantillon (la cellule).

Après avoir circulé par l'échangeur principal, l'He passe au deuxième échangeur (l'échangeur secondaire) où l'enthalpie résiduelle du gaz est utilisée pour refroidir l'écran et créer un environnement à faible rayonnement thermique.

L'He sort du cryostat par l'échangeur secondaire, traverse la canne de transfert en protégeant du rayonnement l'He qui vient du vase, passe par la pompe à vide et rentre dans le réseau de récupération.

La puissance de refroidissement du cryostat est fonction du débit d'He et de la capacité des échangeurs à extraire la chaleur (l'efficacité). Cette puissance est réglée, d'une part, par la vanne froide de la canne de transfert qui limite le débit d'He et d'autre part, par la capacité de la pompe à vide.

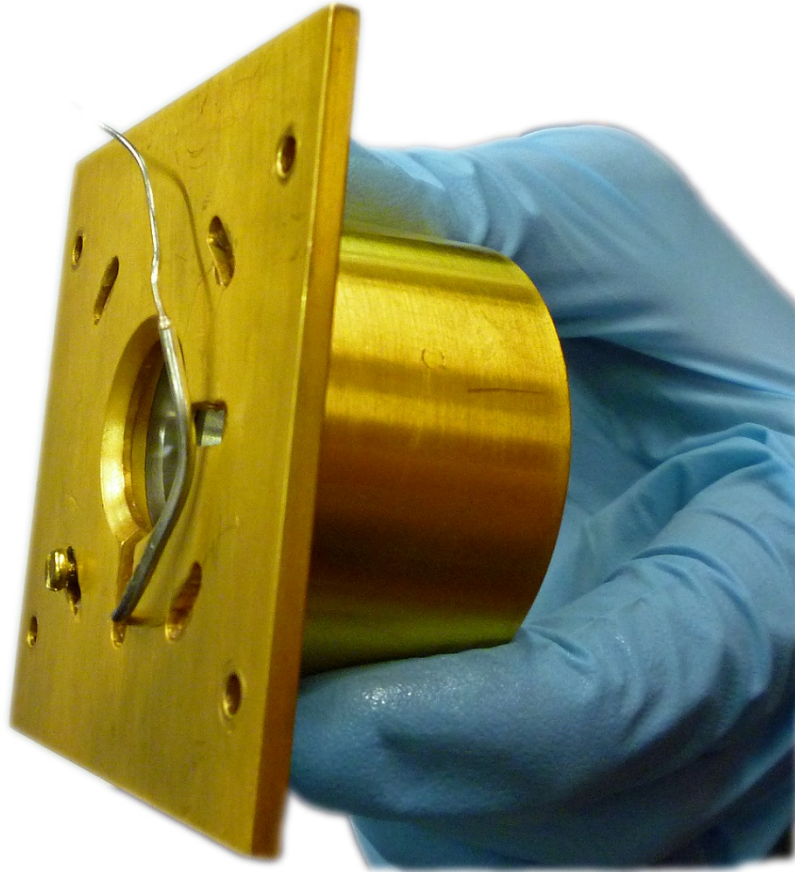
Pour accéder aux températures $< 4\text{ K}$ il faut une pompe d'une capacité d'au moins $20\text{ m}^3/\text{h}$ et d'une pression minimale de 0.5 mbar .

Le réglage de la vanne froide donne accès aux différentes gammes de températures tandis qu'un contrôleur de température est nécessaire pour la régulation et la stabilisation à une température donnée.

Le cryostat est équipé, sur l'échangeur principal, de 4 résistances et d'un thermomètre Cernox. Sur l'échangeur secondaire il y a aussi 4 résistances et un thermomètre PT100.

Mise en place de la cellule haute pression

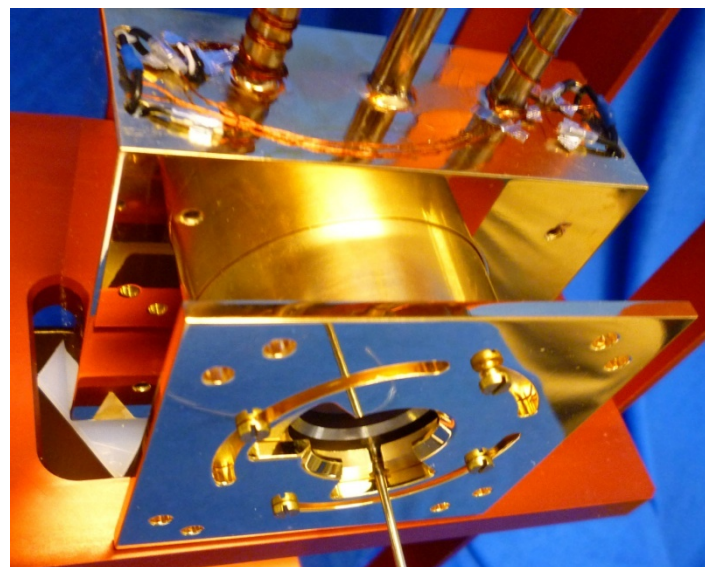
Avant de positionner la cellule dans l'échangeur, il faut la visser sur la plaque de fond avec les quatre vis en laiton. Après avoir orienté la cellule dans la position requise, serrer franchement les quatre vis.



il est conseillé d'appliquer une fine couche de graisse à vide sur toutes les surfaces de contact. Normalement, ceci devrait être suffisant pour assurer le transfert de chaleur entre l'échangeur et la cellule.

Introduire la cellule dans l'échangeur en poussant doucement avec un léger mouvement de rotation pour mieux homogénéiser la couche de graisse à vide.

 **Ne jamais forcer pour faire rentrer la cellule dans l'échangeur.**



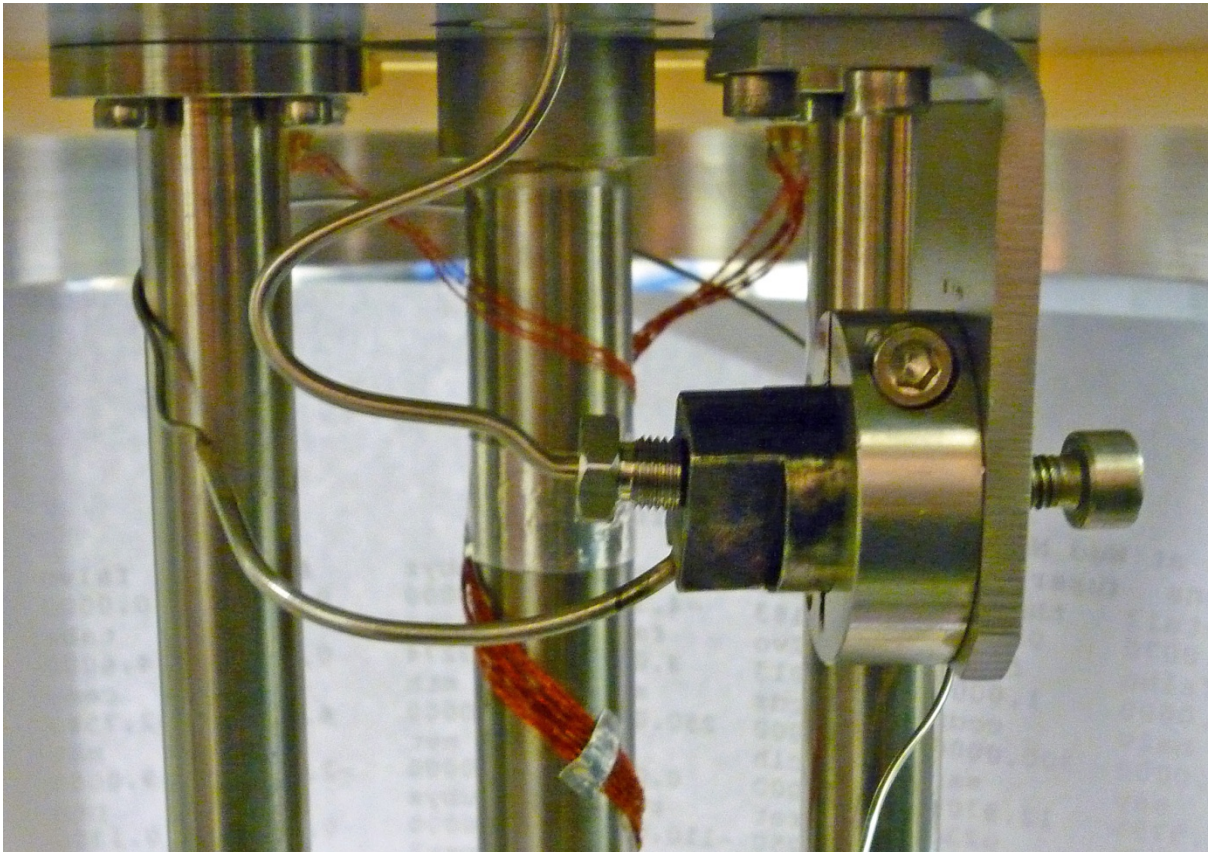
Une fois la cellule en place, faire passer le capillaire par la rainure qui reste libre de l'échangeur secondaire. Un peu de graisse à vide aidera à la thermalisation du capillaire et du gaz qu'il contient.



Placer l'écran sur l'échangeur secondaire avec une fine couche de graisse à vide sur les cotés et visser fermement les quatre vis en laiton.



Raccorder le capillaire de la cellule et introduire l'ensemble dans la chambre à vide.



☞ *La manipulation du circuit He, avec la cellule et l'écran en place, n'est pas trop délicate mais il faudra faire attention à deux choses :*

- 1. Le câblage. Les fils qui sortent du connecteur, peuvent être arrachés par inadvertance, d'autant plus qu'une partie de leur trajet est flottant.*
- 2. Le tube d'entrée de l'injecteur d'He. Il s'agit d'un tube de paroi fine (0.25 mm) sur lequel sont thermalisés tous les fils de connexion des thermomètres et des chauffages. Il est facilement reconnaissable parce qu'il porte quelques couches de superisolation en Mylar aluminisé. Il ne faut pas lever le cryostat par ce tube car, avec le poids de l'ensemble, il pourrait se plier.*

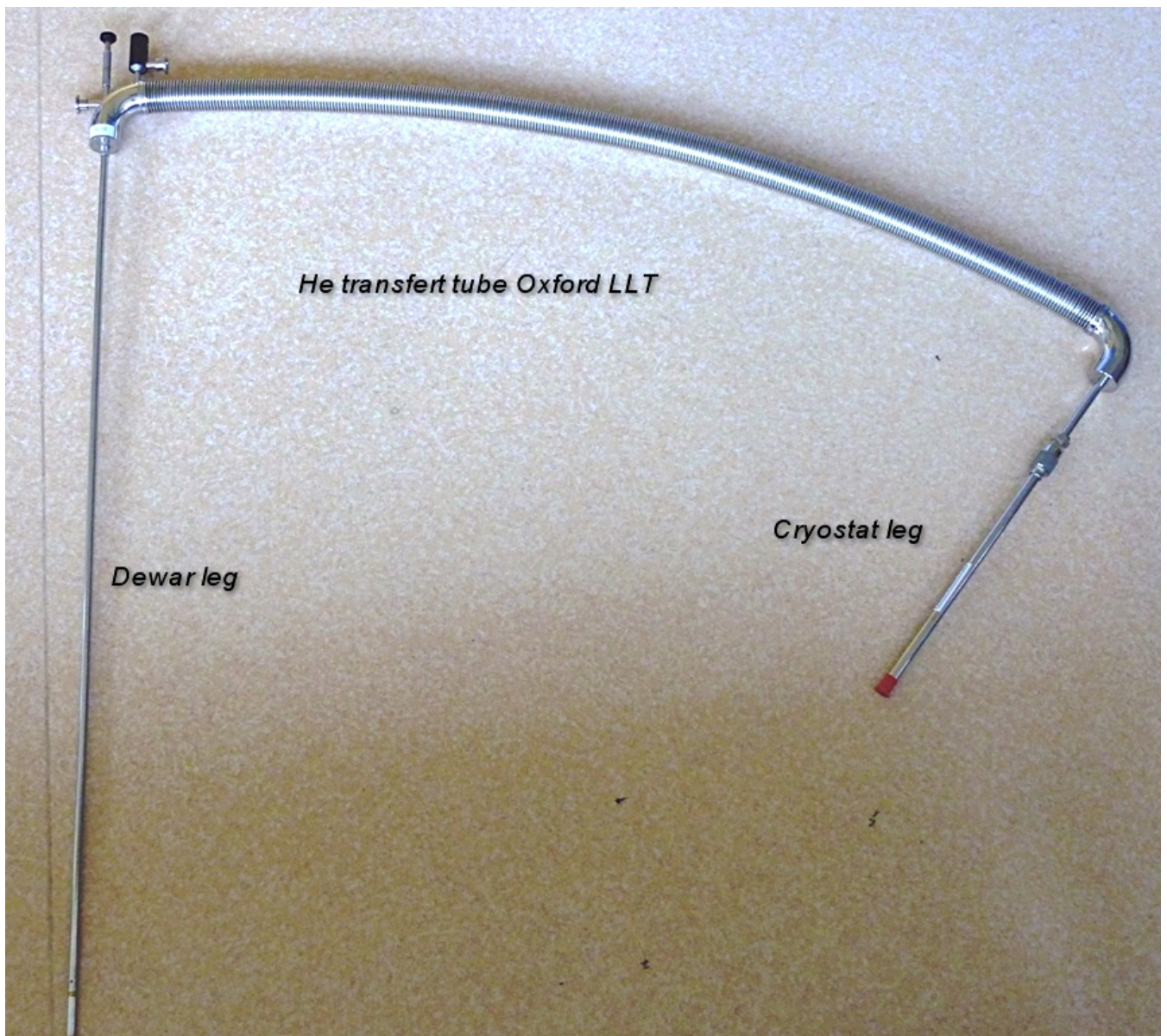
Pour introduire le circuit He dans la chambre à vide, il faut prendre l'ensemble par les deux poignées latérales et l'introduire jusqu'à ce que le centreur de l'écran prenne appui sur la paroi de la chambre. Faire glisser doucement jusqu'au contact des brides, visser et serrer les vis fermement.

Brancher le connecteur électrique et vérifier que les thermomètres et les chauffages marchent correctement.

Pomper le cryostat pour obtenir une pression dans la gamme de 10^{-6} mbar avant de commencer le refroidissement.

Le tube de transfert

L'entrée d'He du cryostat a été conçue pour être utilisée, uniquement, avec un tube de transfert Oxford LLT. Celui-ci, a la particularité de protéger le débit de gaz froid avec le gaz sortant, ce qui a pour effet de réduire la consommation d'He et aussi d'obtenir un débit de gaz plus froid à l'entrée du cryostat.

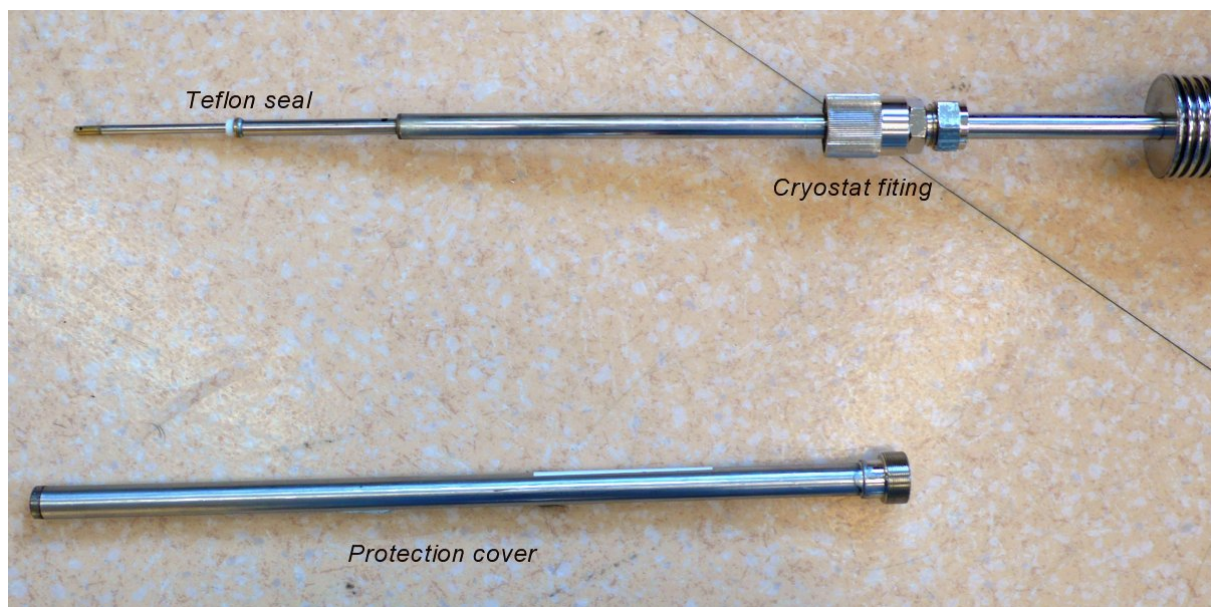


La canne est équipée : d'une vanne aiguille (vanne froide) pour contrôler le débit, d'une sortie pour le pompage d'He, et d'une vanne pour le pompage de la canne (vanne à vide) normalement protégée par un capuchon.

 **Attention à ne pas confondre la vanne à vide avec la vanne froide !**



A l'extrémité de la partie flexible se trouve une partie rigide (protégé par un tube) qui porte l'injection et l'aspiration du gaz. Cette partie s'introduit dans le cryostat.



L'injecteur d'He est séparé de l'aspiration par un joint en téflon, indispensable pour le fonctionnement du tube de transfert.



La canne de transfert He doit être pompée régulièrement (une ou deux fois par an) pour rétablir le niveau de vide d'isolement.

👉 Si la canne de transfert est froide, ou s'il y a de la condensation d'eau sur le coude ou sur le côté de l'injection, il faut pomper la ligne de transfert jusqu'à obtenir une pression $\leq 10^{-6}$ mbar.

Rinçage de la ligne de transfert

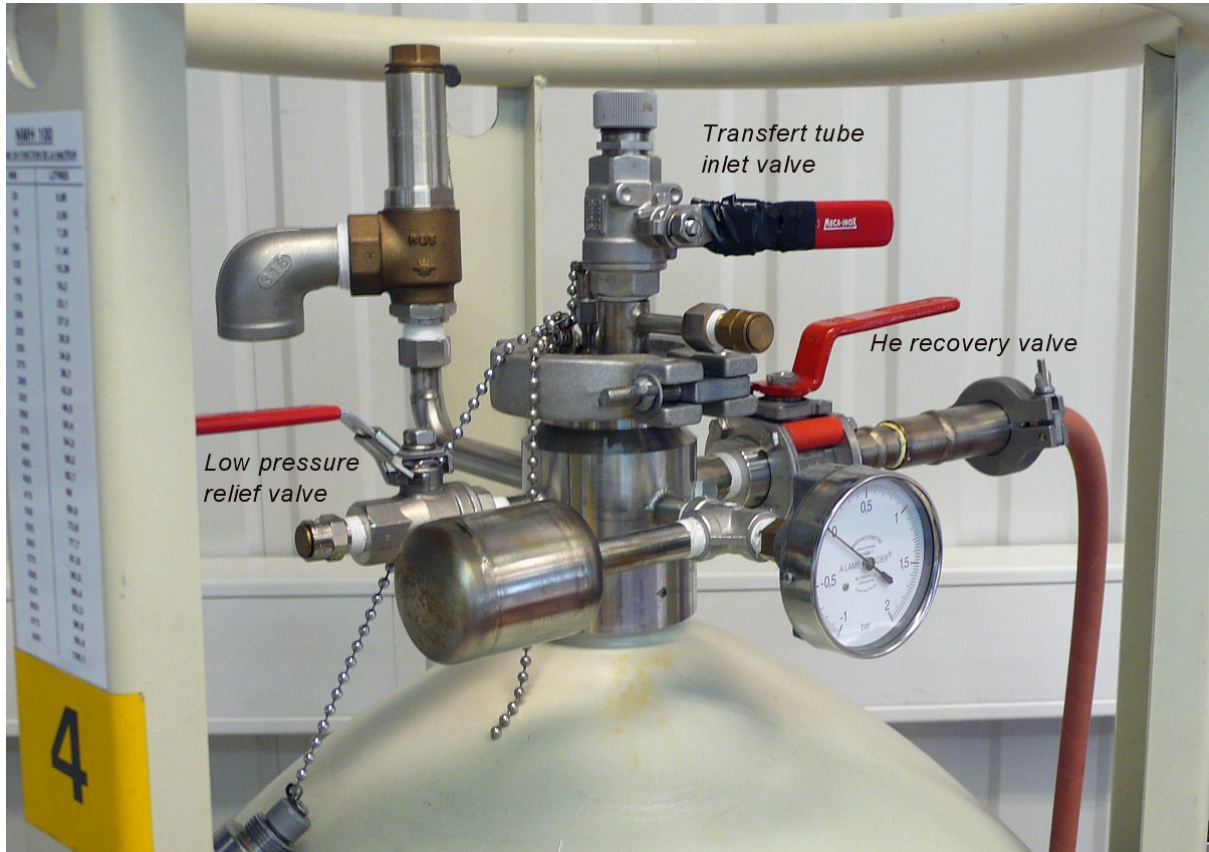
Afin d'éviter de boucher la canne transfert au moment de son refroidissement, il est conseillé de faire un rinçage juste avant de l'introduire dans le vase He. Pour cela il faut :

1. Ouvrir vanne froide de cinq tours complets,
2. dévisser le capuchon de protection du capillaire,
3. faire circuler de l'Azote gazeux (dans le sens inverse de la circulation d'He) à ~ 0.5 bar pendant 10 minutes, ou (si la canne est déjà bouchée et froide) le temps nécessaire pour la déboucher (quand le gaz sort par l'autre extrémité).

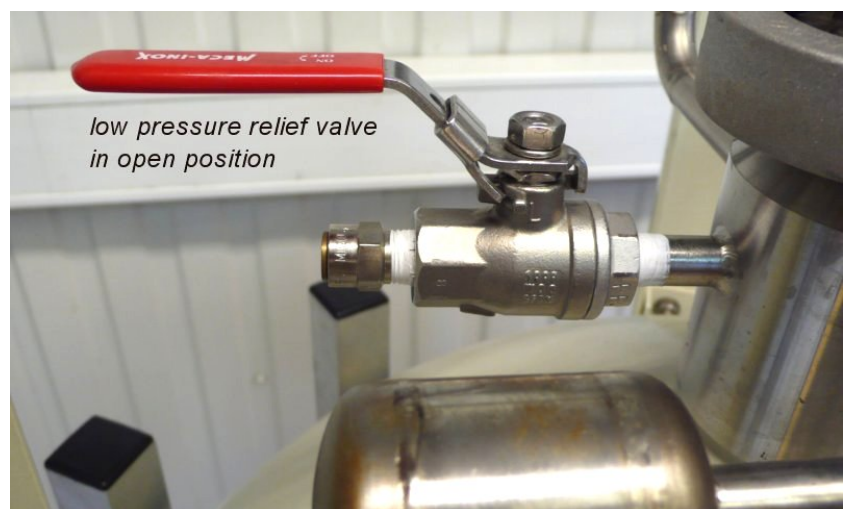


Le vase Hélium liquide

La plupart des vases He sont, à l'heure actuelle, standardisés : le diamètre du raccord pour la ligne de transfert ($\phi 12$), la sortie KF25 pour la récupération du gaz et diverses soupapes et systèmes de sécurité.



Normalement, le vase He doit toujours être connecté à la récupération d'He et sa soupape de basse pression débloquée et opérationnelle. C'est seulement pendant l'introduction de la canne de transfert qu'il faut fermer la vanne de la soupape afin d'éviter la perte de l'He gazeux produit pendant cette opération. Une fois la canne de transfert entièrement introduite dans le vase il faut ouvrir la vanne de la soupape.



A propos de l'Hélium ...

L'Hélium qui se trouve sur notre planète provient uniquement de la désintégration de la matière organique enfouie dans la terre depuis des millénaires. Une particule α capture 2 électrons et devient un atome d'He. On trouve l'He dans le gaz des puits de pétrole mélangé avec H_2 , N_2 , Ar, méthane, etc. Dans une proportion très différente d'un puits à l'autre mais toujours de l'ordre de quelques pourcents. Comme tous les gaz nobles, il ne se combine pas avec les autres éléments. Étant plus léger que l'air, il monte vers les couches supérieures de l'atmosphère pour s'échapper dans l'espace.

Bien qu'il soit le deuxième élément le plus abondant dans l'univers, il est plutôt rare sur notre planète. En 1957 il a été déclaré, en France et dans la plupart des pays, matériel stratégique. Ceci impose certaines conditions d'exploitation et d'utilisation. Entre autres, il est interdit de "venter" ou "ventiler" (laisser échapper dans l'atmosphère) l'Hélium : l'utilisation de l'He impose une installation de récupération.

Donnée pratique : hors prix du gaz lui même, un litre d'He liquide coûte entre 5€ et 8€ en fonction du taux de récupération.

Données techniques :

- température d'ébullition (à la pression atmosphérique) 4.2 K,
- densité 125 g/l,
- chaleur latente d'évaporation 20 joules/g (plus de 100 fois plus petit que celle de l'eau !),
- chaleur spécifique 5.2 J/gK,
- rapport gaz(PTN)/liquide = 750.

Refroidir 1 Kg d'aluminium en utilisant uniquement la chaleur latente d'évaporation de l'He "coûte" 63 litres, tandis que si l'on profite de l'enthalpie du gaz évaporé on dépensera seulement 1.4 litres. Ainsi, introduire la canne de transfert dans le vase peut produire une évaporation de 10 litres ou 0.25 litres, en fonction de la "vitesse" d'introduction.



Plonger la canne de transfert trop vite dans le vase d'He, peut geler le joint du raccord et produire un jet de gaz très froid qui pourrait occasionner des brûlures.



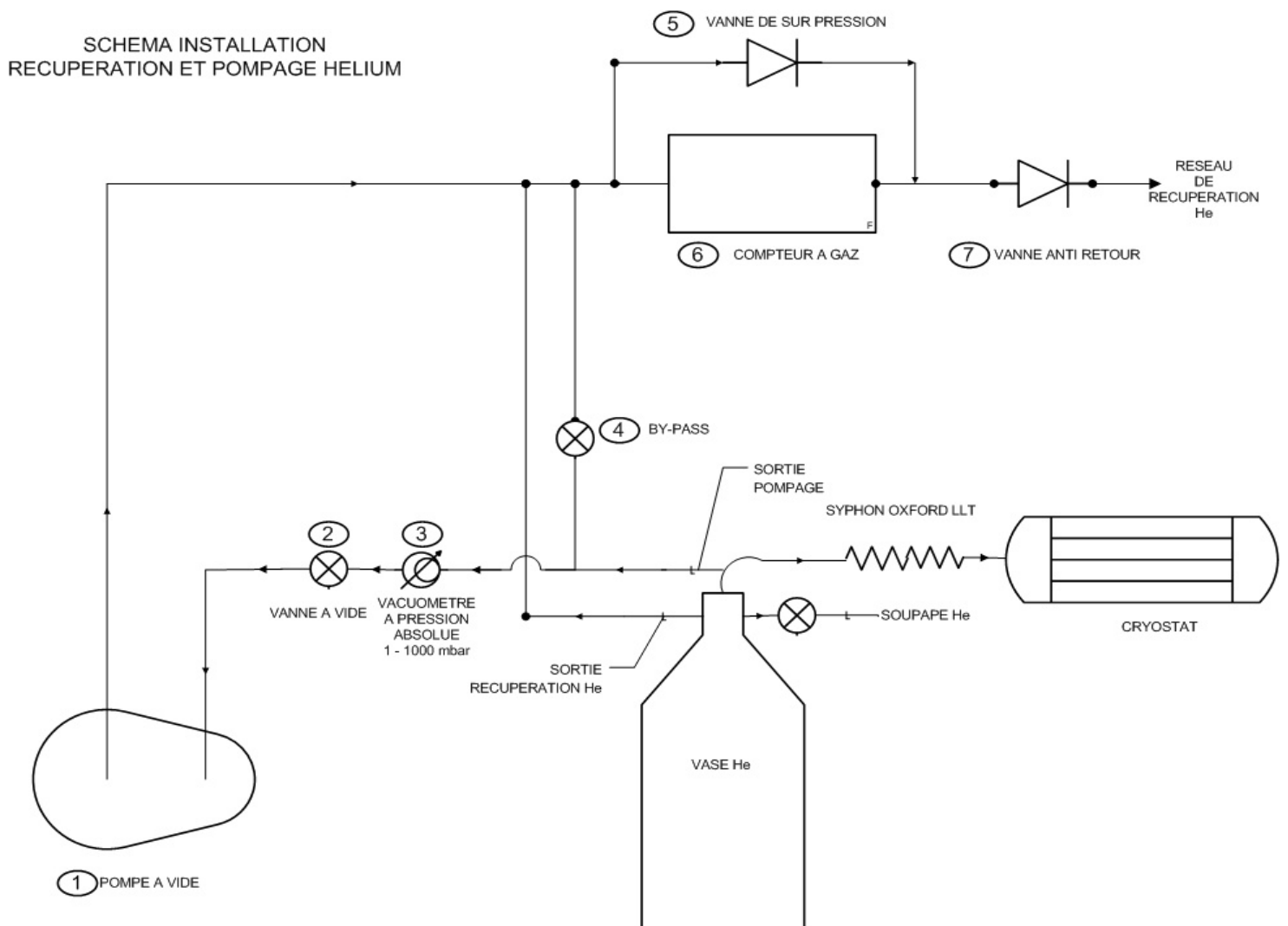
Une grosse fuite de gaz He contenu dans le vase, dans un endroit confiné, peut déplacer l'air et provoquer l'asphyxie.



Respirer de petites quantités d'He, pendant une période prolongée, peut entraîner une embolie.

Pompage et récupération d'He

Pour la mise en marche du cryostat, l'installation d'une station de pompage et de récupération d'He est nécessaire. Une installation typique est représentée sur le schéma suivant :



1. Pompe à vide 25 m³/h, 0.5 mbar, pompe à palettes sortie filtrée ou pompe sèche.
2. Vanne au passage total type boisseau sphérique.
3. Vacuomètre pression absolue type bourdon ou capteur céramique.
4. Vanne à pointeau, réglage fin.
5. Vanne soupape réglable, typiquement 0.05 - 1 bar
6. Compteur à gaz type domestique pour gaz de ville.
7. Vanne à clapet anti-retour 0.02 - 0.1 bar

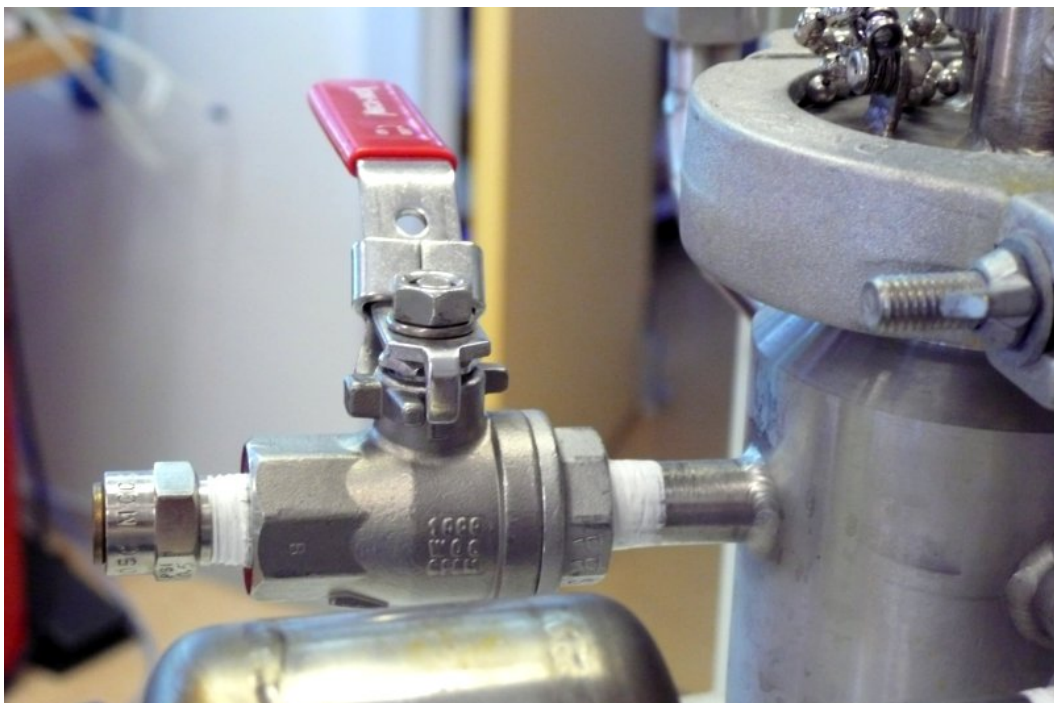
Mise en marche du cryostat

Avant de commencer le refroidissement du cryostat il faut vérifier :

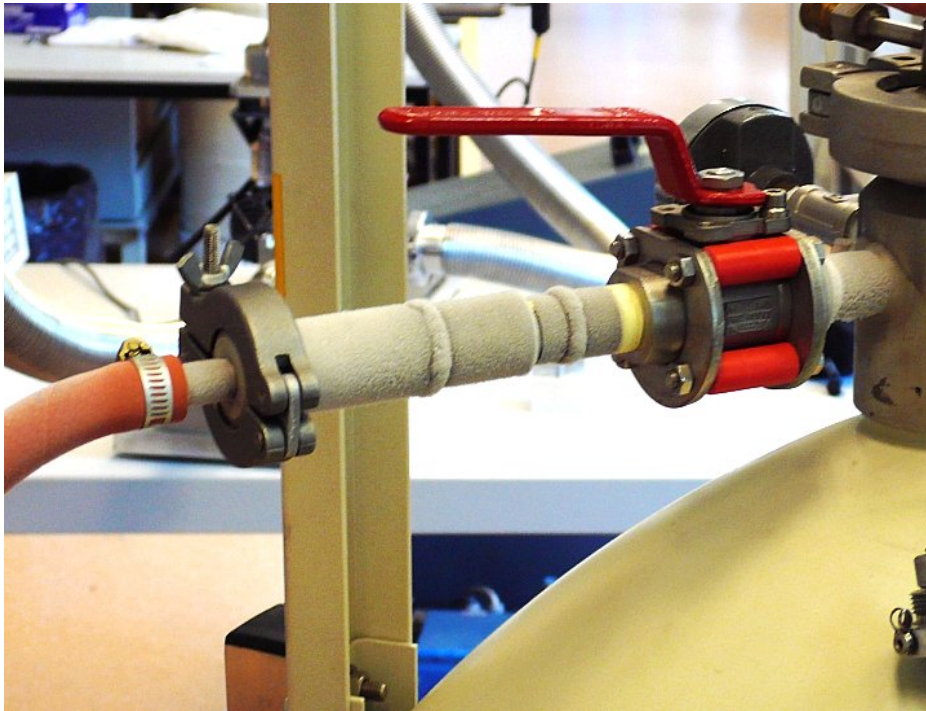
- Que la pression dans la chambre à vide du cryostat soit dans la gamme de 10^{-6} mbar,
- Que le vase d'He soit connecté à la récupération d'He et qu'il n'y ait pas de surpression dans le vase,
- Que l'installation de récupération d'He soit prête pour le pompage He, et que la pompe à He soit en marche,
- Que le joint téflon du tube de transfert He soit en place,
- Que la vanne froide (VF) du tube de transfert soit ouverte d'un demi-tour.
- Il est souhaitable de rincer à l'azote gazeux le tube de transfert pendant 10 minutes avant son utilisation.

Mise en place du tube de transfert d'He

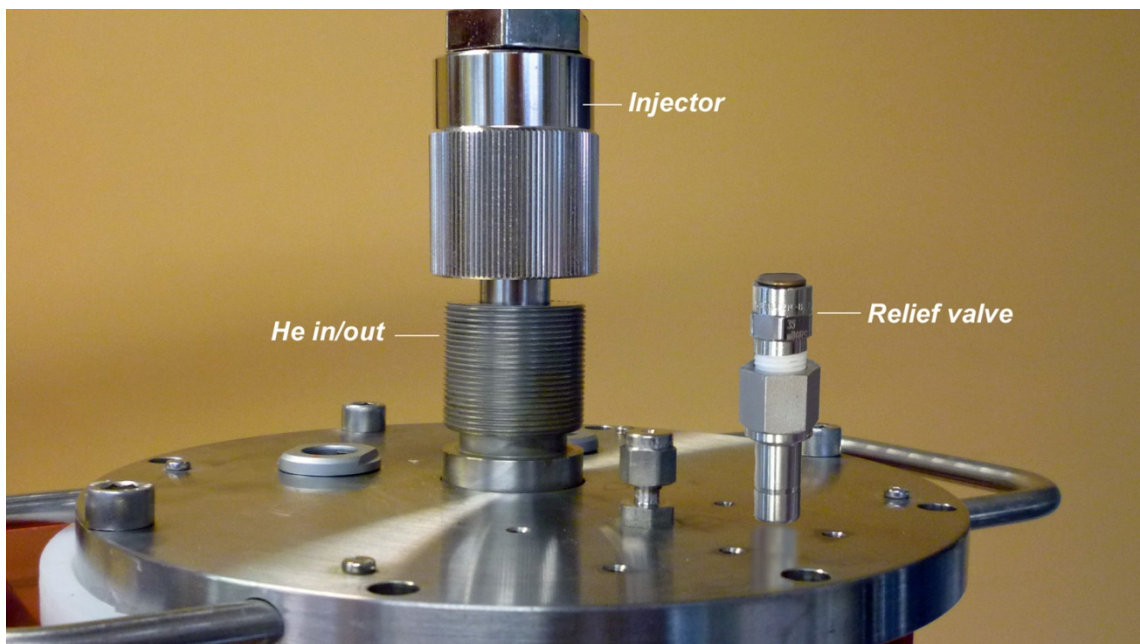
1. Fermer la vanne de la soupape basse pression qui se trouve sur le coté du col du vase d'He.



2. Ouvrir la vanne du col du vase et introduire la canne de transfert, **lentement**, pour éviter la remontée en pression du vase et une évaporation excessive d'He liquide. *Si la sortie de récupération commence à geler il faut ralentir la descente du tube de transfert. Cette opération prend environ 3 à 5 minutes.*



3. Une fois que le tube de transfert est arrivé au fond du vase, enlever la protection et introduire l'injecteur dans le cryostat.



4. Serrer l'écrou du raccord fermement mais sans forcer.
5. Connecter le flexible de pompage sur la canne de transfert et commencer le pompage. // *faut commencer le pompage le plus rapidement possible pour éviter que le tube de transfert soit bouché par l'air.*
6. Ouvrir la vanne de la soupape de sécurité du vase d'hélium.

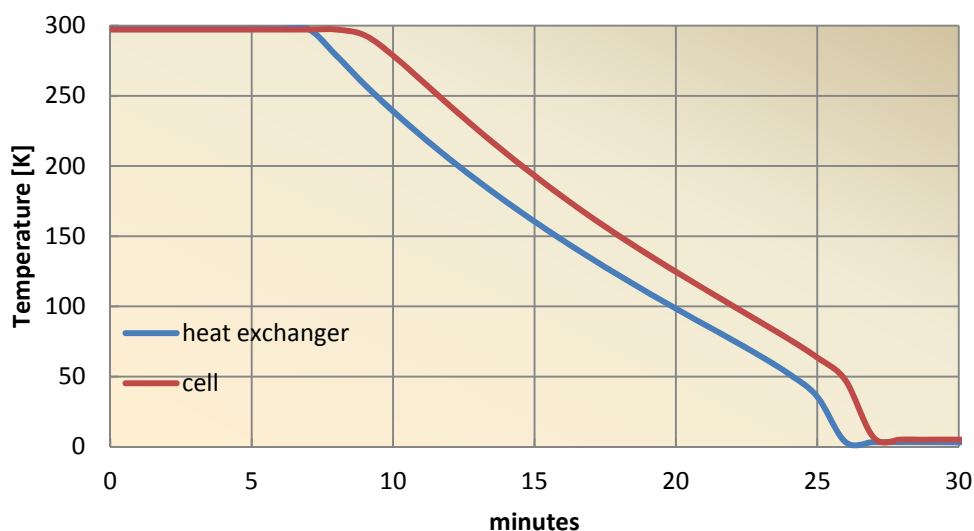
Refroidissement du cryostat

Le tube de transfert, lui même, se refroidit en six ou sept minutes à partir du moment où l'on commence à pomper l'He. Pendant ce laps de temps la pression de pompage He (P_p) sera de l'ordre de 0.1 mbar (*le vacuomètre digital donnera une lecture 0 ou 1 mbar*) et la température remontera lentement de quelques dixièmes de degré.

👉 Si au bout de huit minutes le cryostat ne commence pas se refroidir il est possible que le tube de transfert soit bouché (voir la section Rinçage du tube de transfert).

Cette procédure de refroidissement permet de commencer les mesures à partir de la température la plus basse et de remonter graduellement jusqu'à 325 K.

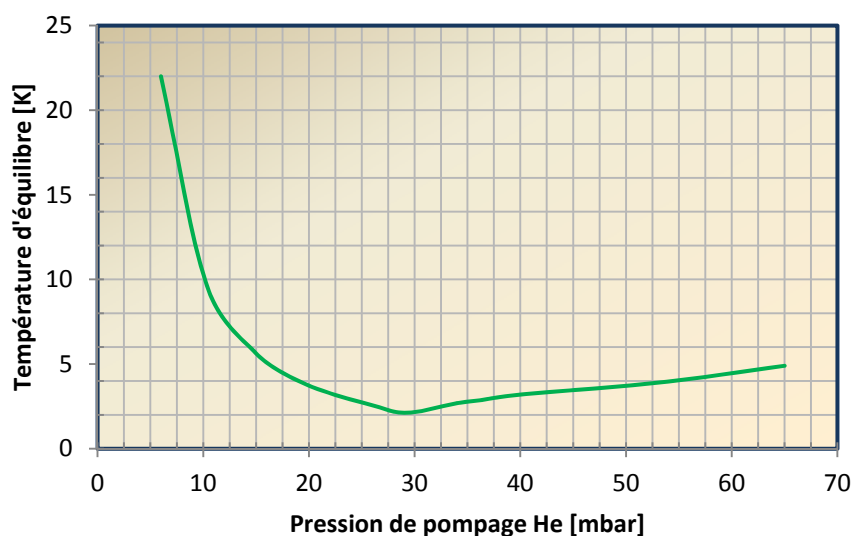
A partir du moment où l'hélium commence à circuler dans le cryostat le refroidissement est très rapide : au bout de 25 min la température de la cellule est en dessous de 10 K et la pression de pompage remonte à $120 < P_p < 135$ mbar.



Il faut ensuite:

1. Maintenir la pression de pompage d'He (P_p) aux alentours de 125 - 130 mbar pendant 20 - 30 minutes.
2. Fermer la vanne froide par petits pas jusqu'à réduire la P_p à 60 mbar et maintenir cette pression pendant 10 - 15 minutes. *Au moment de fermer la VF, la température du cryostat peut remonter de quelques degrés et ensuite redescendre progressivement.*
3. Fermer encore la VF jusqu'à obtenir une pression de pompage d'He de ≈ 30 mbar et attendre que le cryostat arrive à sa température d'équilibre (≈ 2.5 K). *Ceci peut prendre 15 minutes ou plus en fonction de plusieurs facteurs comme le refroidissement dans les pas précédents, le contact thermique de la cellule, le niveau du vide, etc.*

La température minimale (2.1 K) dans l'échangeur de chaleur est obtenue pour $28 < P_p < 30$ mbar.



Tous les manomètres n'étant pas étalonnés de la même façon, il faudra retrouver la valeur correcte de la P_p dans votre propre installation. Pour cela, fermer très doucement et très peu la VF (à peine quelques minutes d'arc !), attendre l'équilibre et vérifier si la température obtenue est inférieure à la précédente.

Si c'est le cas, continuer la fermeture (toujours par petits paliers en attendant l'équilibre) jusqu'à ce que la température commence à remonter.

Si ce n'est pas le cas (T remonte), aller dans le sens contraire (ouvrir la VF) jusqu'à trouver le minimum.

Il est possible de parcourir la gamme de températures en sens inverse; c'est à dire de commencer par les températures les plus hautes et de descendre graduellement jusqu'aux plus basses. Pour cela, il faudra, à partir du moment où l'He commence à circuler dans le cryostat (*≈6 min après avoir démarré le pompage*), limiter le débit d'He :

Fermer la VF jusqu'à ce que la P_p soit de 1 mbar (*une lecture oscillante entre 0 et 1 mbar sur le manomètre digital*). Consigner la température désirée dans le contrôleur de température (*voir la section Contrôle de la Température*) et attendre la stabilisation. A $P_p = 10$ mbar on peut descendre jusqu'à 20 K (*ceci prendra quelques heures !*). Pour aller en deçà de 25 K il faut ouvrir la VF jusqu'à obtenir une pression de pompage qui donne accès à la gamme de températures requise. *Voir la courbe de température d'équilibre en fonction de la pression de pompage P_p .*

👉 Cette méthode de mesure "descendante" est efficace seulement si le temps de mesure à la température en question est bien plus grand que le temps de stabilisation du gradient de la cellule dans le cryostat. En effet, la cellule se refroidit plus rapidement que l'écran et ceci peut produire des oscillations dans la régulation de la température.

Le contrôle de la température

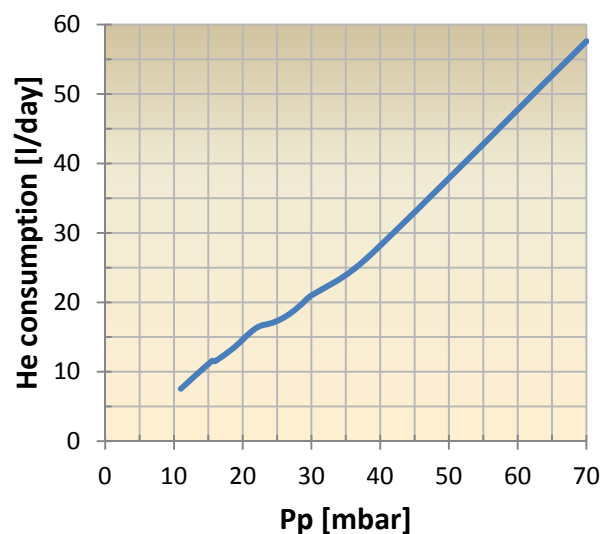
Le processus de contrôle de la température dépend de plusieurs paramètres propres à la mesure en question. Par exemple, la précision et la stabilité requise, la différence entre la température de départ et la consigne, la puissance du débit de chaleur, etc. C'est pour cela qu'il est très difficile de donner des paramètres de contrôle (P, I, D) bien adaptés à une mesure particulière. Néanmoins, les essais réalisés avec le contrôleur Lake Shore, dans des conditions de travail "typique" (porte-échantillon à l'intérieur du cryostat, simulation d'entrée de chaleur, etc.), pourront donner un bon point de départ pour affiner la qualité de régulation en conditions réelles.

 *Le manuel d'utilisation du contrôleur de température Lake Shore consacre un chapitre entier à ce sujet. Il est clair et très instructif à lire.*

La première chose à prendre en compte quand on décide de réguler la température est de bien choisir la puissance de "froid" et de "chaud" que l'on va utiliser. Ceci implique d'établir le débit d'He (en fermant ou en ouvrant la vanne froide) pour que la puissance dissipée par les résistances chauffantes soit la plus faible possible. A basses températures (entre 4 et 20 K), il est possible de trouver un bon ensemble de paramètres PID avec une puissance de l'ordre de 1 Watt.

Au fur et à mesure que l'on augmente la température de travail il faut fermer de plus en plus la vanne froide jusqu'à la limite de lecture du vacuomètre de pompage. Ainsi, pour des températures au delà de 20 K une $P_p < 10$ mbar permet une bonne régulation à 100 K avec une dissipation de ≈ 10 Watts et de 20 Watts à 200 K.

La consommation d'He est directement liée à la pression de pompage (voir le graphique) et par conséquent à la température de travail. Pour travailler à 10 K il vaut mieux réduire le débit d'He qu'ajouter de la puissance de chauffage. En effet, pour réguler à une température T , il faut diminuer le débit d'He jusqu'à arriver à une valeur $T_0 \approx 0.85 T$, le contrôle sera plus précis et la consommation d'He moindre.



La diffusivité thermique de la cellule n'est pas infinie ... il n'est pas utile de refroidir à grand débit d'He ou chauffer à forte puissance pour aller plus vite. A 4 K, le temps de relaxation globale (pour $\Delta T/T \leq 10^{-2}$) est de quelques dizaines de secondes, à 50 K de quelques minutes, à 150 K ≈ 15 min et à 300 K ≈ 30 min.

La température réelle de l'échantillon n'est pas celle qui est affichée sur le contrôleur de température, le thermomètre utilisé pour la lecture et la régulation de la température est placé sur l'échangeur principal, tandis que l'échantillon est dans la cellule. Dans la gamme de 100 K, la différence de température mesurée entre l'échangeur et la cellule est < 1 K dans les 10 premières minutes de la régulation et < 0.2 K dans les 10 minutes suivantes. Un pas de température de 20 K prend ~ 15 min de régulation pour obtenir un $\Delta T/T = 1\%$.

Voici les paramètres PID de base pour différents régions de la gamme de températures qui permettront d'affiner la régulation :

T [K]	Pp [mbar]	P, I, D	W [Watt]
20	1	350, 20, 0	27% de 2.6 W (MED)
40	1	250, 20, 0	8.5% de 26 W (HIGH)
60	1	250, 20, 0	18% de 26 W (HIGH)
80	1	250, 20, 0	23% de 26 W (HIGH)
100	1	250, 10, 0	37% de 26 W (HIGH)
125	1	250, 10, 0	43% de 26 W (HIGH)
150	1	250, 10, 0	54% of 26 W (HIGH)
175	1	250, 5, 0	64% de 26 W (HIGH)
200	< 1	250, 5, 0	76% de 26 W (HIGH)

Avec une pression de pompage de 10 mbar, la température évolue très lentement pour se stabiliser à ~ 20 K au bout de 24 heures.

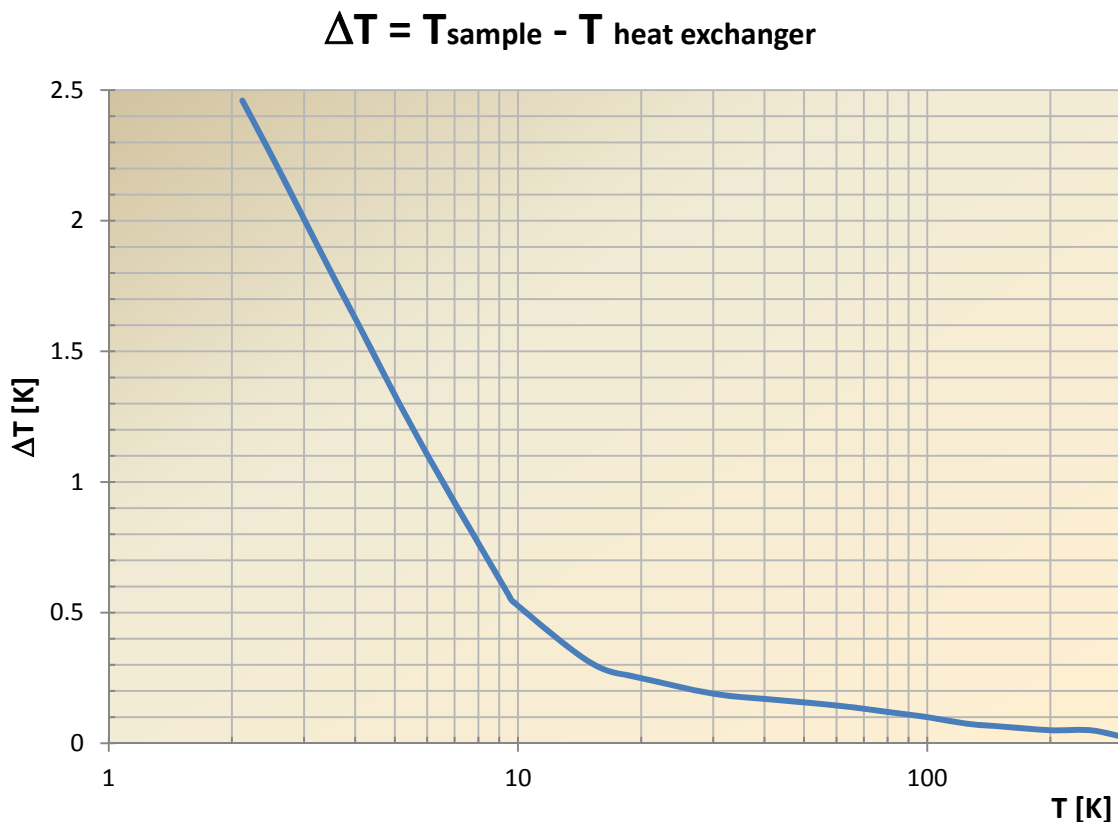
Pour accéder à la gamme de températures moyennes ~ 100 K il faudra une pression de pompage autour de 8 mbar. Pour aller au delà de 150 K il faudra réduire la pression de pompage à 5 mbar.

La température de l'échantillon

Il est très difficile de connaître précisément la température de l'échantillon. Elle dépend de plusieurs facteurs propres à chaque expérience comme la puissance du faisceau de rayons X ou la qualité de la régulation de température. Néanmoins, il est possible de faire une estimation réaliste de la température de l'échantillon à partir de mesures faites pendant les tests de fonctionnement et de caractérisation de l'instrument.

Voici la courbe montrant la différence de température entre un thermomètre étalonné situé à la place de l'échantillon et le thermomètre de l'échangeur qui refroidit la cellule. Les mesures ont été réalisées à l'équilibre, après avoir attendu un laps de temps équivalent à 10 fois le temps de relaxation pour la gamme de 2K à 20 K et 5 fois le temps de relaxation pour les températures > 25 K.

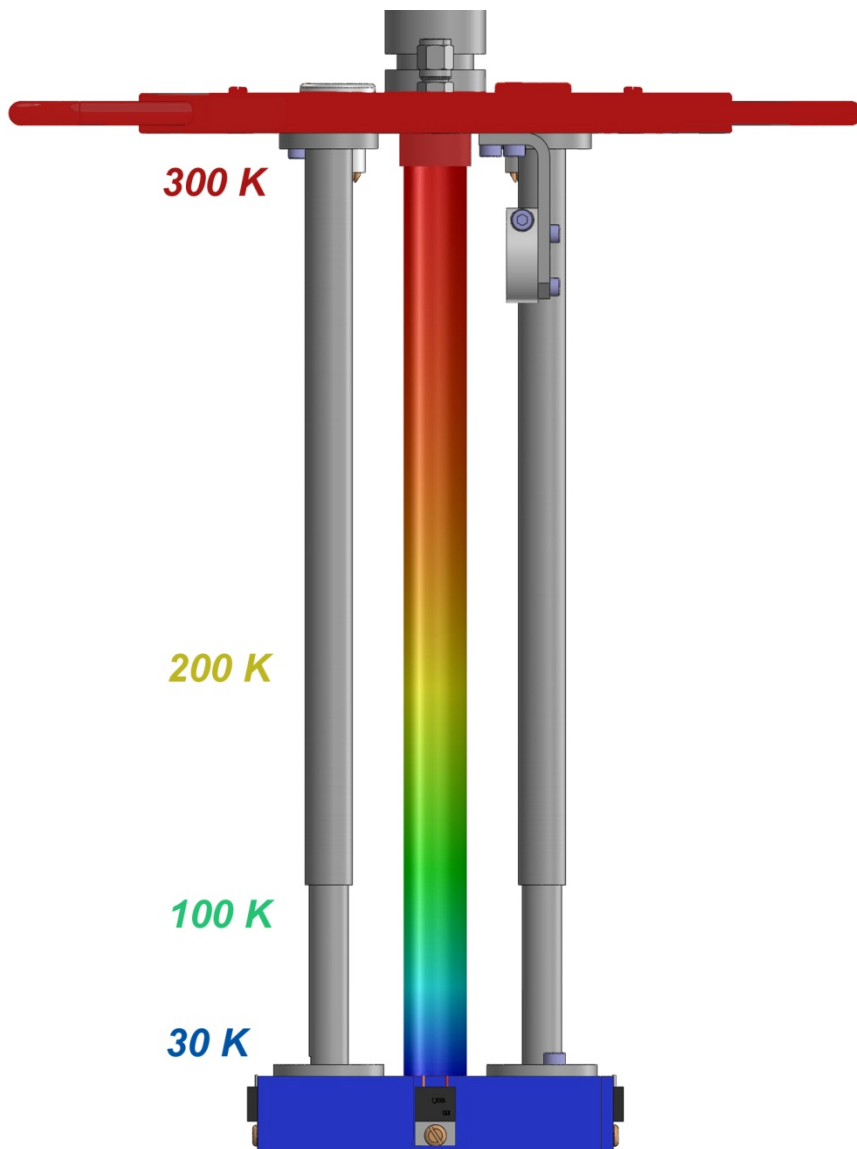
L'erreur maximale est de ± 0.25 K pour $2.1 \text{ K} \leq T \leq 20 \text{ K}$ et de ± 0.1 K pour $21 \text{ K} \leq T \leq 250 \text{ K}$. En fait, la barre d'erreur diminue graduellement de 0.5 K à la plus basse température jusqu'à 0.05 K pour la température ambiante.



Stabilisation de la position de l'échantillon

Pendant le refroidissement, le cryostat subit des contractions qui modifient le positionnement spatial du circuit He et, par conséquent, la position de l'échantillon.

L'analyse thermique montre que ce déplacement est dû, majoritairement, à la variation du gradient de température qui s'établit entre l'entrée d'He et l'échangeur secondaire, plus précisément dans le tube porteur qui loge le siphon de transfert d'He.



A la température la plus basse, l'échangeur secondaire peut se trouver à une température de 30 K, tandis que la bride (qui porte l'entrée du siphon d'He) est à la température ambiante. Ce gradient de température de 270 K produit une contraction de 0.6 mm dans le tube porteur.

Le changement de la température de travail provoque un changement du gradient thermique et par conséquent une variation de la position spatiale. La stabilisation dans la nouvelle position peut prendre beaucoup de temps, de l'ordre de quelques heures et dépend de la température de départ et de l'amplitude du pas thermique. Pendant le temps de stabilisation, l'échantillon sera constamment en mouvement.

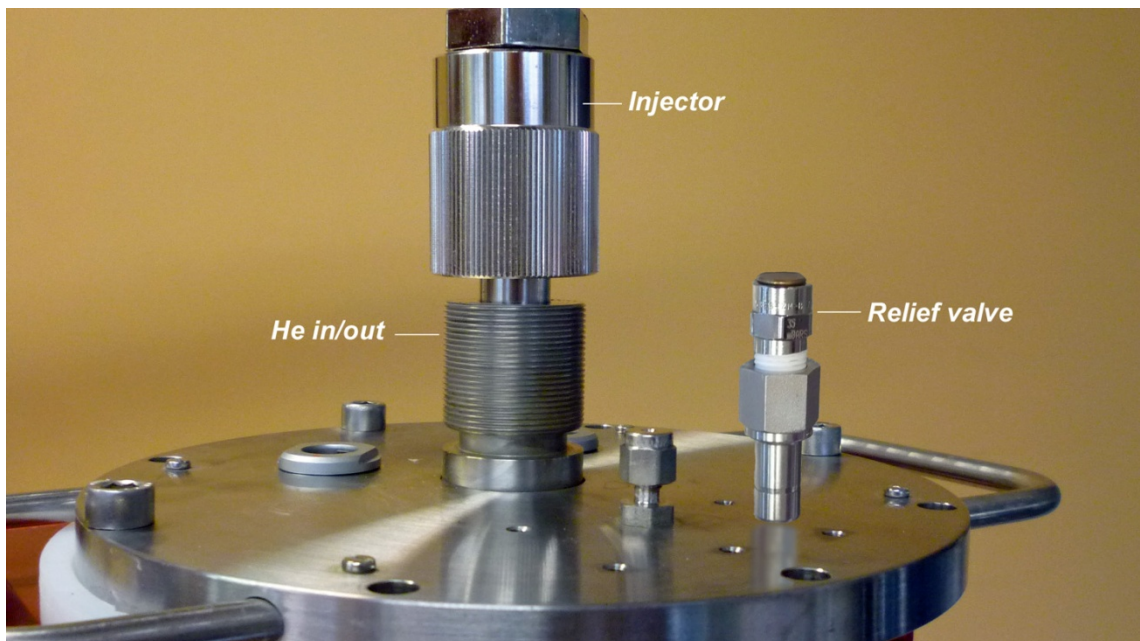
Pour éviter cet inconvénient, il faut fixer le gradient de température dans le tube porteur, et pour ceci il suffit de régler la température de l'échangeur secondaire.

Le premier étape consiste à établir la température de l'échantillon et attendre sa stabilisation. Ensuite, il faut régler la température de l'échangeur secondaire quelques degrés au dessus de sa température d'équilibre. Une fois les deux échangeurs stabilisés, le mouvement de l'échantillon sera inférieure à 1 μm .


Réchauffement du cryostat

Pour arrêter le fonctionnement du cryostat il faut :

1. Fermer la vanne froide pour couper la circulation d'He (*la Pp descend à 0 - 1 mbar et la température commence à monter*),
2. Arrêter le pompage d'He (*la Pp commence à remonter lentement*),
3. Équilibrer la pression dans tout le circuit d'He en ouvrant, doucement, le by-pass (la vanne reliant la zone de pompage et la récupération d'He), attendre que le vacuomètre indique une pression > 1000 mbar,
4. Fermer le by-pass,
5. Retirer l'injecteur du cryostat et mettre la soupape rapidement,



 **La partie de la canne qui est dans le cryostat peut être extrêmement froide, utiliser des gants pour éviter les brûlures.**

 **Si l'injecteur est retiré avant que la pression dans le cryostat soit > 1000 mbar, de l'air chaud va rentrer dans le circuit d'He et celui-ci peut être endommagé.**

6. Mettre la protection de l'injecteur,




7. Retirer la canne de transfert du vase He.

 **La partie de la canne qui est dans le vase He est extrêmement froide, utiliser de gants pour éviter les brûlures.**

8. Fermer la vanne du col du vase d'He.

Il est possible de réchauffer le cryostat, plus ou moins rapidement, par différentes méthodes tout en sachant que, si à la mise à l'air le cryostat est en dessous de 15°C de l'eau peut se condenser sur les surfaces les plus froides et ceci entraînera un temps de pompage extrêmement long.

 **La température indiquée par le thermomètre Cernox est celle de l'échangeur principal, l'échangeur secondaire et l'écran thermique peuvent être à une température très différente.**

Réchauffement naturel :

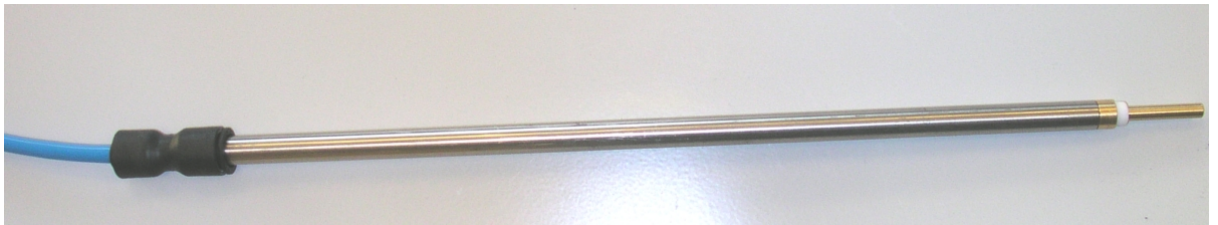
Si le cryostat est à basse température ($T < 30 \text{ K}$) il faudra attendre au moins 24 heures pour qu'il se réchauffe naturellement (sans l'apport de chaleur du chauffage du régulateur) à la température ambiante.

Réchauffement forcé :

- Consigner une valeur de température de 320 K et commencer à réchauffer le cryostat.

☞ Il est possible de chauffer simultanément l'échangeur secondaire (équipé d'un chauffage et d'un thermomètre PT100) avec un deuxième contrôleur de température.

- Quand la température de l'échangeur principal dépasse les 100 K, retirer la soupape de l'entrée d'Hélium et introduire la soufflette d'azote avec un débit entre 10 et 20 litres d'azote par minute.



- Vérifier que la température de l'azote qui sort soit supérieure à 25°C pour faire la mise à l'air du cryostat.

Ce processus de réchauffement peut durer entre 1.5 et 2.5 heures en fonction de la température initiale du cryostat et du débit d'azote.

Réchauffement par thermoconvection

- Consigner une valeur de température de 320 K et commencer à réchauffer le cryostat.
- Quand la température de l'échangeur principal dépasse les 100 K, casser le vide de la chambre à vide avec 500 mbar d'azote.
- Attendre que la chambre à vide se refroidisse pour la pomper (un vide de quelques mbar est suffisant) et réintroduire de l'azote. Répéter cette opération autant de fois qu'il sera nécessaire jusqu'à ce que la chambre ne refroidisse plus.

☞ On peut accélérer le processus en chauffant le soufflet avec de l'air chaud. Dans ce cas il n'est pas nécessaire de pomper ni de réintroduire de l'azote.


☞ Surveiller la pression de l'Azote dans la chambre à vide pendant tout le temps du réchauffement, ne pas dépasser 1.25 bar pour éviter d'endommager les fenêtres.

Ce processus de réchauffement peut durer entre 1 et 2 heures dépendant de la température initiale du cryostat, de la pression d'azote dans la chambre, du débit et de la température du balayage d'air chaud.

Réchauffement express :

Il est possible d'écourter sensiblement le temps de réchauffement en combinant les processus de réchauffement forcé et par thermoconvection.

 **Dans la mesure du possible il faudra éviter de déplacer le cryostat lorsqu'il est à basse température.**

 *Les temps de réchauffement donnés plus haut n'ont pas tous été vérifiés dans les conditions réels, il est donc conseillé de faire preuve de prudence, surtout dans les premières utilisations de la machine.*

Bonne chance !!!

RS & HV

