

# K14. Technique du vide et Point triple de l'azote

Travaux pratiques de physique

École Polytechnique Fédérale de Lausanne

## 1 Buts de l'expérience

Déterminer le débit effectif (cinétique de pompage) et la pression limite d'une pompe à palette et d'une pompe à diffusion. Étudier le diagramme température-pression, en particulier le point triple de l'azote.

## 2 Phénoménologie

### 2.1 Technique du vide

Le projet d'une installation à vide dépend de deux paramètres pratiques fondamentaux, c'est-à-dire de la pression de travail, qui se confond souvent avec la pression limite, et du temps nécessaire pour l'obtenir. Ces deux paramètres de l'installation dépendent des pompes et de l'enceinte à vide. Dans le système SI, l'unité de pression est le Pascal ( $1 \text{ Pa} = 1 \text{ N/m}^2$ ), mais on utilise aussi le mbar ( $1 \text{ mbar} = 100 \text{ Pa}$ ) ou encore le Torr ( $1 \text{ Torr} = 133.322 \text{ Pa}$ ), également connu sous le nom de millimètre de mercure.

#### **Pression limite :**

La pression limite atteinte dans une installation donnée résulte de l'équilibre entre le débit de la pompe et les fuites et les dégazages. Il faut absolument respecter la plus grande propreté du matériel utilisé. Il faut notamment le maintenir sec. L'élimination des vapeurs condensables s'effectue par le dégazage des parois de l'installation, en les chauffant à quelques centaines de degrés. Les pièges à azote liquide ou à neige carbonique, placés si possible entre l'enceinte de travail et la source principale de gaz ou de vapeurs, sont un autre moyen de purification.

**Vitesse de pompage :**

La vitesse de pompage (débit volumétrique) à travers une section est définie par le volume de gaz qui la traverse par unité de temps, ce volume étant mesuré sous la pression régnant dans cette section. La vitesse de pompage dépend de la construction de la pompe (à palettes, à diffusion, etc), du liquide utilisé (huile silicone) et de la pression. Dans le projet d'une installation, il faut toujours choisir un groupe de pompage de débit largement supérieur à celui qui entretiendrait la pression limite.

**Dimensionnement d'une pompe :**

On peut déterminer le débit effectif  $S$  d'une pompe à partir de la cinétique de pompage. Au cours du pompage, la pression  $P$  dans une enceinte de volume  $V$  diminue selon la loi phénoménologique suivante.

$$\frac{dP}{dt} = -\frac{S(P)}{V} (P - P_0)$$

où  $P_0$  est la pression limite de la pompe. Dans le domaine de pression où  $S$  peut être considéré comme constant, on peut intégrer et on obtient

$$\ln \left( \frac{P_2 - P_0}{P_1 - P_0} \right) = -\frac{S}{V} t$$

Dans cette équation,  $t$  représente le temps nécessaire pour passer de la pression supérieure  $P_1$  à la pression inférieure  $P_2$ ,  $S$  est le débit effectif de la pompe et  $P_0$  la pression limite.

## 2.2 États de la matière et changements de phases

La matière est constituée de diverses particules : atomes, molécules, ions. Ces particules sont soumises à l'agitation thermique et leur vitesse dépend de la température. Entre ces particules s'exercent des forces qui dépendent de leurs distances mutuelles et déterminent ainsi l'aspect macroscopique de la matière : on parle de différentes phases de la matière (solide, liquide, gazeuse). On appelle phase toute partie homogène d'un matériau ayant les mêmes propriétés physiques et chimiques en tout point.

Exemples :

- un mélange homogène de  $O_2$  et  $N_2$  représente une phase gazeuse,
- un mélange d'eau et de glace, c'est-à-dire un mélange de deux corps chimiquement identiques, mais physiquement hétérogènes, représente deux phases.

Les forces entre les particules dépendent de la température, de la pression, du volume qui sont les variables thermodynamiques fondamentales déterminant l'état de la matière.

**Fusion - solidification :**

Les corps purs dont la forme solide est cristalline passent de l'état solide à l'état liquide ou

inversement dans des conditions bien définies. Si l'on fournit de la chaleur au solide, sa température augmente jusqu'au moment où il commence à passer à l'état liquide. On dit qu'il y a fusion. Ce phénomène apparaît à certaines températures appelées températures (ou points) de fusion. À ce point, la température reste constante et l'énergie fournie sous forme de chaleur est utilisée pour vaincre les forces de cohésion du solide (voir Fig.1). La quantité de chaleur utilisée pour fondre l'unité de masse d'un corps pur à la température de fusion est appelée chaleur latente de fusion de ce corps. Le processus inverse est appelé solidification. La solidification d'un liquide est accompagnée d'un changement de volume. Pour la plupart des liquides, qui diminuent de volume en se solidifiant, l'augmentation de pression augmente la température de leur point de solidification. Certains corps (eau, bismuth) et certains alliages se dilatent en se solidifiant (la glace flotte dans l'eau) et une augmentation de pression abaisse la température de leur point de solidification.

### Évaporation - condensation :

Lorsqu'on enferme un liquide dans un récipient, il atteint un état d'équilibre. Les molécules quittent continuellement sa surface pour former une vapeur, on parle alors d'évaporation. D'autre part, les molécules de vapeur frappent constamment la surface pour y pénétrer. Lorsque, par unité de temps, le nombre de molécules qui entrent dans le liquide est égal au nombre qui en sortent, nous disons que la vapeur est saturée. La pression de cette vapeur saturée se nomme pression de saturation. Elle est caractéristique de la substance et de la température.

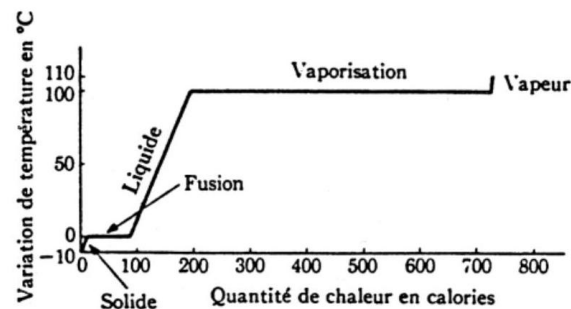


FIGURE 1 – Quantité de chaleur nécessaire pour transformer un gramme de glace à  $-10^{\circ}\text{C}$  en vapeur à  $100^{\circ}\text{C}$ .

- Pour augmenter la température d'un gramme de glace de  $-1^{\circ}\text{C}$  à  $0^{\circ}\text{C}$ , il faut 1 calorie.
- La fusion d'un gramme de glace demande 80 calories, alors que la température ne change pas durant l'apport de cette quantité de chaleur.

Hors de l'état d'équilibre, lorsque la pression partielle de la substance est inférieure à la pression de vapeur saturante, l'évaporation peut être un procédé de refroidissement puisque l'évaporation nécessite un apport d'énergie, qui peut être soustraite au liquide sous forme de chaleur. Une évaporation peut ainsi amener à congeler une partie du liquide.

### Sublimation :

Il s'agit de la transformation directe de l'état solide à l'état gazeux, sans passer par l'état liquide. C'est ainsi que le linge suspendu en hiver peut geler et puis sécher. Le  $\text{CO}_2$  solide se sublime en gaz sans humecter l'intérieur du contenant. L'odeur du camphre ou de la naphthaline

prouve leur sublimation à la température ambiante.

### Point triple :

Les trois phases d'un corps peuvent coexister à une température et sous une pression qui, sur le diagramme  $(T, P)$ , sont les coordonnées d'un point triple. À ce point aboutissent les trois courbes de vaporisation, fusion et sublimation. La courbe de vaporisation peut être prolongée sous la température du point triple, ce qui présente l'état de surfusion. Les points de cette partie de la courbe représentant des états d'équilibres métastables. La courbe de vaporisation du liquide surfondu est toujours au-dessus de celle de sublimation. Par exemple, l'eau et la glace ont la même tension de vapeur (4.58 Torr) au point triple ( $T_T = 0.0096^\circ\text{C}$ ), mais à  $-10^\circ\text{C}$  la tension de vapeur est de 2.15 Torr pour l'eau surfondue et 1.95 Torr pour la glace.

### Diagrammes de phase :

Tous les processus provoqués par le changement des trois coordonnées thermodynamiques, c'est-à-dire la température  $T$ , le volume  $V$  et la pression  $P$  peuvent être illustrés dans l'espace tridimensionnel et sa projection sur les plans  $(P, V)$ ,  $(P, T)$ ,  $(V, T)$ . La Figure 2 représente l'espace  $(V, T, P)$  ainsi que ses projections sur les plans ci-dessus.

Les courbes contenues dans le plan  $T, P$  correspondent à des processus isochoriques (à volume constant), celles du plan  $V, T$  à des processus isobariques (pression constante) et celles du plan  $V, P$  à des processus isothermiques (température constante). Les surfaces de séparation des phases dans l'espace  $(V, T, P)$  sont coupés par des plans  $V = \text{cst}$ ,  $T = \text{cst}$ ,  $P = \text{cst}$ , selon des lignes qui sont représentées sur les plans de projection correspondants.

La pente  $\frac{dP}{dT}$  en un point quelconque d'une courbe d'équilibre entre deux phases  $i$  et  $j$ , est reliée à la chaleur latente de transformation  $L_{i,j}$  par la relation de Clausius-Clapeyron, donnée par

$$\frac{dP}{dT} = \frac{L_{i,j}}{T\Delta V_{i,j}}$$

où  $\Delta V_{i,j} = V_j - V_i$  désigne la différence de volume occupé par la matière considérée en phase  $j$  et en phase  $i$  respectivement. La chaleur latente  $L_{i,j}$  est définie comme étant la chaleur qu'il faut fournir à l'unité de matière en phase  $i$  pour la faire passer en phase  $j$ , à l'équilibre (c'est-à-dire très lentement) et à température constante  $T$ . Si  $V$  est indiqué en  $\text{m}^3/\text{mole}$ ,  $L_{i,j}$  le sera en  $\text{J}/\text{mole}$ . À noter que l'on travaille à volume constant, c'est-à-dire à  $V = V_j + V_i = \text{cst}$ .

Les trois courbes de sublimation, de vaporisation et de fusion ont un seul point d'intersection : le point triple pour lequel les trois phases coexistent en équilibre (voir Fig.3).

La détermination du point triple peut se faire à partir de la connaissance d'au moins deux de ces trois courbes de changement de phase. Pour la plupart des matériaux, le point triple est placé aux températures et pressions basses. Pour déterminer ce point, il faut alors abaisser la pression et la température dans un récipient fermé, ce qui peut être réalisé simultanément au moyen d'une pompe à vide. La question fondamentale qui se pose est de savoir à partir de quelle pression il est possible d'avoir des températures se situant en-dessous de celle du point triple. On se trouve donc confronté au problème de l'obtention d'une pression  $P_{\min}$  suffisamment basse

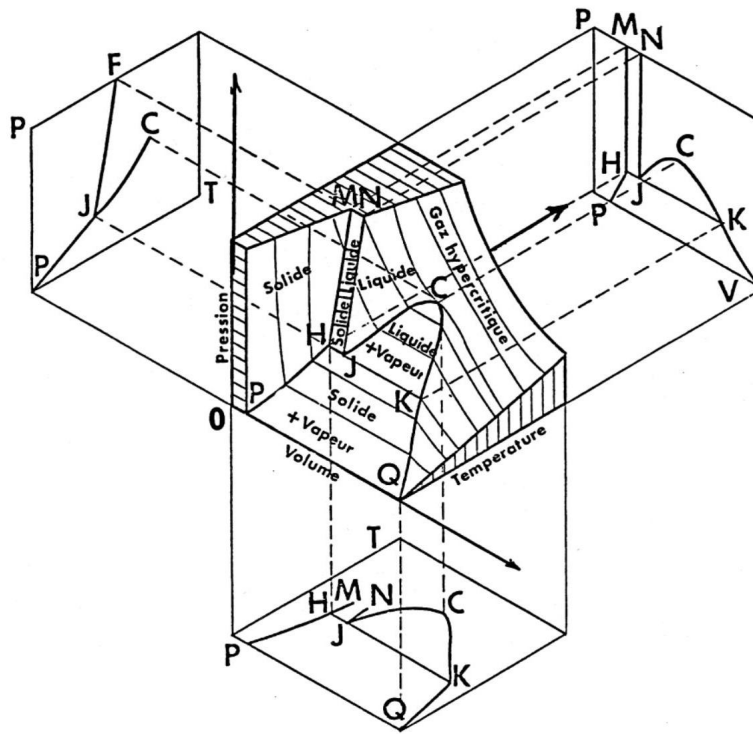


FIGURE 2 – Espace volume, température, pression.

pour diminuer la température en-dessous de celle du point triple.

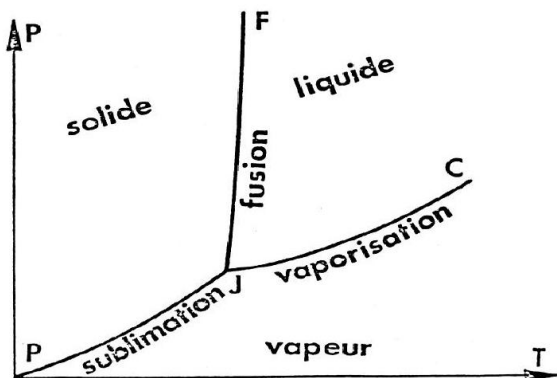


FIGURE 3 – Diagramme température-pression.

### Refroidissement par ompage sur une phase liquide :

Plongé dans un vase Dewar isolé thermiquement de la température ambiante  $T_a$ , un liquide y conserve sa température propre  $T$ . Cependant, l'isolation étant imparfaite, elle permet un échange de chaleur de  $Q'$  en joules par seconde avec l'extérieur. Si, à l'aide d'une pompe, on abaisse la pression de vapeur qui surmonte le liquide, on provoque un surcroît de vaporisation de ce dernier, nécessitant chaque seconde une quantité de chaleur latente  $Q''$ . La différence  $Q'' - Q'$  étant prélevée nécessairement au sein du liquide, celui-ci se refroidit, se solidifie complètement et continue à se refroidir encore. Le vide susceptible d'être entretenu par la pompe est limité à une pression minimum  $P_{min}$ , dépendant

des caractéristiques de la pompe. Le nombre de moles de vapeur évacuées chaque seconde par la pompe est égal au nombre de moles  $\mu$  de substance sublimée chaque seconde par l'apport de chaleur  $Q$ ,

$$\mu = \frac{Q}{L_S}$$

$L_S$  désignant la chaleur de sublimation du solide. L'Équation d'état des gaz parfaits, que l'on peut appliquer ici, nous permet de calculer le volume  $V_S$  de vapeur correspondant à  $\mu$ ,

$$V_S = \mu \frac{RT}{P_{min}}$$

c'est-à-dire

$$P_{min} = \mu R \frac{T_S}{V_S}$$

Pour calculer la température  $T_{min}$  du solide en équilibre avec sa vapeur à pression  $P_{min}$ , on part de l'équation de Clausius-Clapeyron. Le volume du solide étant négligeable par rapport à celui de sa vapeur, on remplace  $\Delta V_{i,j}$  par  $\frac{RT_{min}}{P_{min}}$ , d'où

$$\frac{dP}{P} = \frac{L_S}{R} \frac{dT}{T^2}$$

$L_S$  étant supposé indépendant de la température. L'intégration nous fournit

$$\log P + \log C = -\frac{L_S}{RT} \quad (6)$$

Pour déterminer la constante d'intégration  $C$ , écrivons l'Équation (6) pour deux conditions d'équilibre différentes, par exemple  $T_0$  et  $P_0$  (point triple) et  $T_{min}$  (température de sublimation à la pression minimum  $P_{min}$  obtainable).

$$\begin{aligned} -\frac{R}{L_S} (\log p_0 + \log C) &= \frac{1}{T_0} \\ -\frac{R}{L_S} (\log p_{min} + \log C) &= \frac{1}{T_{min}} \end{aligned}$$

La soustraction membre à membre de la première équation de la seconde donne

$$-\frac{R}{L_S} (\log P_{min} + \log P_0) = \frac{1}{T_{min}} - \frac{1}{T_0}$$

d'où l'on tire

$$T_{min} = \left( \frac{1}{T_0} - \frac{R}{L_S} \log \frac{P_{min}}{P_0} \right)^{-1} \quad (8)$$

## 3 Montage expérimental

### 3.1 Réalisation d'une enceinte à vide

Les éléments faisant partie d'une installation à vide sont, en plus des pompes et des manomètres, des pièces de jonction, raccords, brides, rodages, pièces de séparation (robinets ou vannes) et pièges (voir Fig.4).

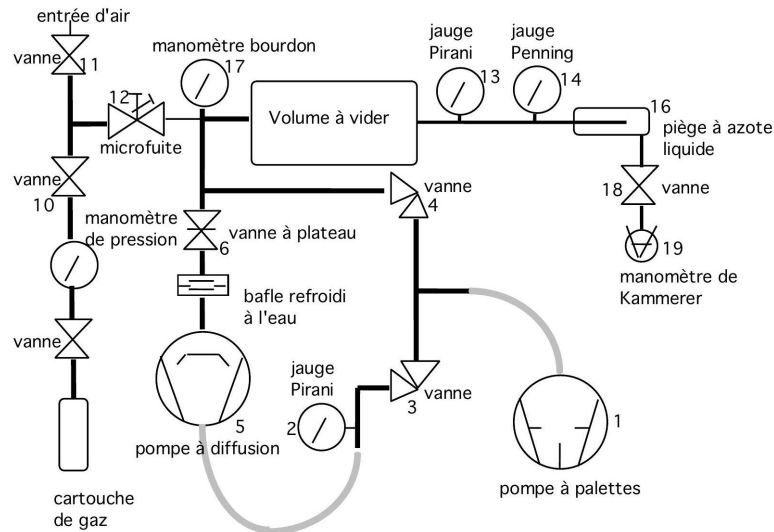


FIGURE 4 – Schéma du dispositif de production de vide poussé. La numérotation correspond à celle de l'installation sur place.

### 3.2 Point triple

La Figure 5 schématise l'ensemble du montage et une photo est présentée sur la Figure 6.

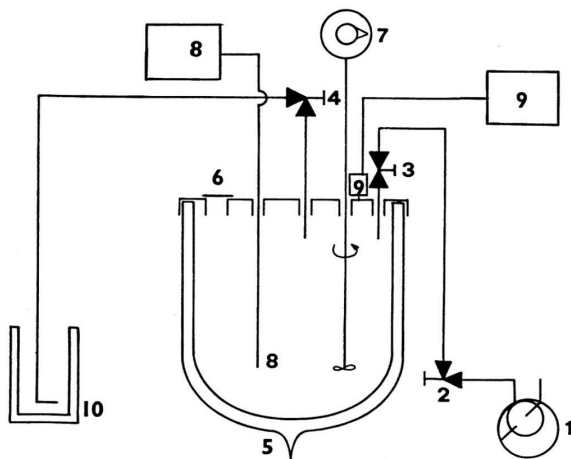


FIGURE 5 – Schéma d'ensemble du montage expérimental.

1. pompe rotative
2. vanne de dérivation
3. vanne d'entrée principale du dewar principal
4. vanne d'entrée d'azote froid
5. dewar principal
6. bouchon de fermeture étanche du dewar principal
7. bouton de commande du moteur de l'agitateur
8. thermomètre avec la sonde
9. dewar contenant l'azote liquide à pression atmosphérique

### Mesure de la température et de la pression :

Pour déterminer exactement les trois courbes de sublimation, de fusion et de vaporisation, leur point d'intersection, le point triple, sur le diagramme  $(T, P)$ , il faut deux conditions principales :

1. Les indications doivent être instantanées (sans inertie thermique et inertie de la pression)
2. Les indications doivent être simultanées (les deux valeurs thermiques  $T, P$  correspondant aux mêmes instants).

Pour mesurer la pression, on utilise le manomètre électronique. Pour mesurer la température, on utilise la sonde en Platine.

Pour que les valeurs de température soient exactes, un bon contact est nécessaire entre l'extrémité de la sonde et le corps mesuré, ce qui n'est pas le cas pour l'azote solide qui est poreuse. C'est pourquoi la sonde est perfectionnée pour obtenir cette condition.

### Repérage du point triple :

La première méthode consiste, après refroidissement suffisant de l'azote, à se placer au point triple par des manipulations aptes à maintenir la présence simultanées des trois phases assez longtemps pour pouvoir contrôler la constance de la température  $T_j$  et de la pression correspondante  $P_j$  du point triple.

## 4 Travail demandé

### 4.1 Technique du vide

1. Mesurer la cinétique de pompage en **vide primaire** lorsqu'on vide l'enceinte de volume  $V$ . En déduire le débit effectif  $S$  et la pression limite de la pompe à palette. Attention : le vide se fait rapidement. Pour prendre des mesures, vous pouvez filmer les manomètres, puis reporter les mesures manuellement après, en déterminant le temps à partir des images de la vidéo.
2. Mesurer la cinétique de pompage en **vide secondaire**. En déduire le débit effectif  $D$  et la pression limite de la pompe à diffusion.

#### Marche à suivre :

L'huile chaude d'une pompe à diffusion ne doit jamais être en contact avec une atmosphère à pression plus élevée que 0.01 Torr. Alors, on procède comme suit.

- a) Vider l'enceinte jusque vers 0.01 Torr au moyen de la pompe à palette.
- b) Faire le vide dans la pompe à diffusion jusque vers 0.01 Torr.
- c) Enclencher la pompe à diffusion en laissant la pompe à palette en fonctionnement "derrière" la pompe à diffusion. La pompe à palette sert au dégazage de l'huile. Au bout de 15 minutes environ, la pompe atteint sa température de fonctionnement.
- d) Si la pression dans l'enceinte est toujours de 0.01 Torr, alors on peut ouvrir la vanne à plateau et la pression diminue rapidement de 0.01 Torr vers  $10^{-3}$ ,  $10^{-4}$  Torr.



- e) À partir de  $10^{-2}$  Torr, enclencher la jauge de Penning et relever les pressions successives en fonction du temps jusqu'à l'obtention du nouveau vide limite. Tracer la courbe correspondante, et en déduire le débit effectif de la pompe à diffusion.

## 4.2 Arrêt de l'installation

1. Fermer la vanne à plateau.
2. Déclencher la pompe à diffusion et la jauge de Penning.
3. Après 20 minutes **au moins**, fermer les vannes, arrêter la pompe à palettes, déclencher la jauge Pirani et l'interrupteur général.

## 4.3 Manipulation de la microfuite

Lorsque la microfuite est correctement fermée, le robinet tourne librement. **Ne jamais forcer** la fermeture en vissant au-delà de ce domaine de rotation libre !

## 4.4 Point triple de la microfuite

Avant d'entreprendre quoique ce soit, prenez note des conseils pratiques suivants.

- L'azote liquide sous 1 atmosphère bout à  $-195.8^{\circ}\text{C}$ . Tout contact occasionne de sérieuses brûlures.
- Éviter autant que possible les échanges gazeux entre le dewar principal et l'air ambiant, pour limiter la formation de givre à l'intérieur de celui-ci.
- Le niveau optimum de remplissage du dewar principal transparent se situe à la hauteur du repère rouge.
- Éviter de laisser fonctionner la pompe à palettes sur l'atmosphère, c'est-à-dire avec la vanne ouverte (la pompe chauffe).



FIGURE 6 – Image du montage expérimental.

- En arrêtant la pompe à palettes, rétablir immédiatement la pression atmosphérique à l'intérieur de celle-ci au moyen de la vanne de dérivation 2 (levier de commande orienté vers la droite), sans quoi l'huile remonte jusqu'à la vanne.
- Ne jamais faire tourner l'agitateur lorsque la masse d'azote est solide !
- En présence de petits cristaux dans le liquide, ralentir la vitesse de l'agitateur.

— En présence de liquide seul, la vitesse maximale autorisée par le joint de la traversée tournante correspond à la graduation "4" du potentiomètre de réglage.

1. Pomper sur l'azote liquide, pour évaporation partielle de celui-ci, ce qui a pour effet de refroidir le liquide restant. Après quelques minutes, on constate l'apparition de la phase solide. Poursuivre le pompage jusqu'à pression de vapeur d'azote de 10 Torr environ.
2. Fermer la vanne 3 (levier de commande tourné vers le haut). Arrêter la pompe et relever les paires de valeurs  $(T, P)$  au fur et à mesure du réchauffement de l'azote.
3. Au moyen de ces mesures, tracer les courbes  $P = P(T)$  à volume constant, des équilibres solide-vapeur (branche PJ) solide-liquide (branche FJ) liquide-vapeur (branche JC). Dans l'évolution des températures et des pressions, en fonction du temps, on peut distinguer quatre étapes.
  - augmentation simultanée de  $T$  et de  $P$  (courbe de sublimation)
  - constance de  $T$  et de  $P$  durant un certain temps (point triple)
  - constance approximative de  $T$  près du point triple, augmentation de  $P$  (courbe de fusion).

Pour obtenir la courbe de vaporisation, il faut arrêter le pompage juste avant le point triple (avant la formation de la phase solide).

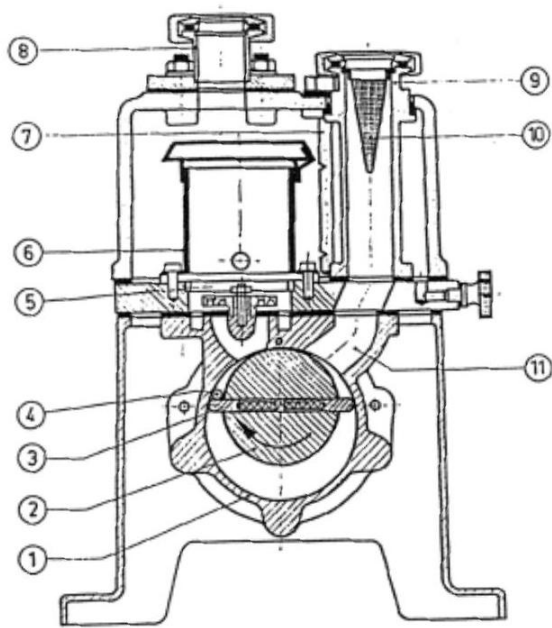
4. Répéter les points 1 à 3 au moins une fois.
5. Solidifier à nouveau l'azote (jusqu'à environ 10 Torr), puis fermer la vanne 3. Après avoir préalablement rempli le dewar 10 avec de l'azote liquide, effectuer une entrée d'azote en ouvrant la vanne 4. Quel phénomène pouvez-vous constater ? Comment l'expliquez-vous ?
6. Connaissant les paramètres de la pompe, calculer au moyen de l'Équation (8) la température minimum que l'on peut atteindre.

## 5 Annexes

### 5.1 Pompes à vide

#### **Pompes rotatives à palettes :**

Les pompes rotatives à palettes (voir Fig.7) se comportent d'un corps de pompe cylindrique en 1 dans lequel tourne, dans le sens de la flèche, un rotor excentré, en 2, coupé par une rainure. Dans cette rainure sont logées deux palettes, en 3, écartées l'une de l'autre par des ressorts. Les palettes sont disposées de façon que leurs bords forment constamment, pendant la rotation, un joint étanche sur le pourtour du cylindre, en poussant devant elles l'air aspiré par le canal, en 11, pour l'expulser par la soupape d'échappement, en 5, recouverte d'huile. Cette huile sert au remplissage de l'espace nuisible sous la soupape et constitue en même temps un lubrifiant pour le fonctionnement de la pompe.



Légende :

1. Corps de pompe cylindrique
2. Rotor excentré
3. Palettes
4. Entrée du lest d'air
5. Soupape d'échappement recouverte d'huile
6. Déflecteur d'huile
7. Jauge de niveau d'huile
8. Tubulure d'échappement
9. Tubulure d'aspiration
10. Piège à impuretés
11. Canal d'aspiration

FIGURE 7 – Vue en coupe d'une pompe rotative à palettes à un étage.

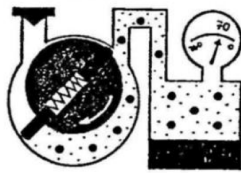
#### Lest d'air :

Le dispositif de lest d'air des pompes rotatives permet d'aspirer non seulement des gaz, mais encore de grosses quantités de vapeurs condensables. Lorsqu'une pompe rotative travaille à de basses pressions, par exemple à une pression d'aspiration de  $10^{-2}$  Torr, le taux de compression s'élève à  $\sim 10^5$  (c'est-à-dire  $760/10^{-2}$ ). Si cette pompe aspire des vapeurs, celles-ci ne peuvent être comprimées que jusqu'à la pression de saturation correspondant à la température de la pompe. Dans le cas de la vapeur d'eau à une température de pompe de  $70^\circ\text{C}$ , cette vapeur ne peut être comprimée que jusqu'à 250 Torr (pression de saturation de la vapeur d'eau à  $70^\circ\text{C}$ ). Si on continue à comprimer, la vapeur d'eau se condense en gouttelettes, sans que sa pression augmente. La soupape d'échappement ne s'ouvre pas et l'eau reste sous forme liquide dans la pompe, où elle forme une émulsion avec l'huile, dont elle détériore très rapidement les propriétés lubrifiantes, pouvant même conduire au grippage de la pompe.

Le lest d'air empêche toute condensation de la vapeur d'eau grâce au dispositif présenté à la Figure 8. Avant le début de la compression, une quantité d'air exactement dosée (le lest d'air) est injectée dans la chambre d'aspiration, de façon à abaisser fortement le taux de compression (jusqu'à 10/1). Les vapeurs aspirées peuvent maintenant être comprimées avec le lest d'air avant d'atteindre le point de rosée et être ainsi expulsées de la pompe.

Au début d'un pompage, les pompes rotatives doivent toujours tourner vanne de lest d'air ouverte. La fine pellicule d'eau tapissant presque toujours les parois intérieures du récipient s'évapore d'abord progressivement. C'est seulement lorsque cette vapeur est éliminée (après 1 à 2 minutes) qu'on peut fermer la vanne de lest d'air pour atteindre les basses pressions limites désirées.

#### Sans lest d'air

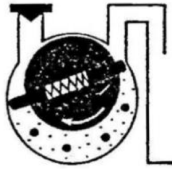


La pompe est raccordée au récipient déjà presque vide d'air (environ 70 Torr [mm Hg]). Elle doit par conséquent aspirer presque exclusivement des particules de vapeur. Elle travaille sans lest d'air.

#### Avec lest d'air



La pompe est raccordée au récipient déjà presque vide d'air (environ 70 Torr [mm Hg]). Elle doit par conséquent aspirer presque exclusivement des particules de vapeur. Elle travaille avec lest d'air.



La chambre d'aspiration est séparée du récipient. La compression commence.



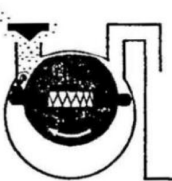
La chambre d'aspiration est séparée du récipient. Maintenant, la vanne de lest d'air s'ouvre, remplissant la chambre d'aspiration d'air frais additionnel, le «lest d'air».



Les gaz et vapeurs enfermés dans la chambre d'aspiration sont déjà si comprimés que la vapeur se condense en gouttelettes. La surpression n'est pas encore atteinte!



La soupape d'échappement se soulève et les particules de vapeur et de gaz sont expulsées: la surpression nécessaire a été atteinte plus tôt grâce au dispositif de lest d'air, tout comme au début du pompage. Ainsi, aucune condensation ne peut survenir.



A ce moment seulement, l'air résiduel atteint la surpression nécessaire pour ouvrir la soupape d'échappement. Pourtant la vapeur est déjà condensée et des gouttelettes sont déposées dans la pompe.



La pompe continue à expulser air et vapeur.

FIGURE 8 – Cycle de pompage sans et avec lest d'air.

### Pompes à fluide moteur :

Le mode de fonctionnement de toutes les pompes à fluide moteur est identique dans son principe : le gaz à aspirer diffuse du récipient dans un jet de vapeur (huile, mercure ou eau), qui l'entraîne vers une chambre où règne une pression supérieure. Le jet de vapeur lui-même ne peut pas parvenir dans le récipient, vu qu'il est condensé immédiatement après sa sortie de la tuyère sur les parois extérieures refroidies dans la pompe.

Gaede fut le premier à remarquer que des gaz d'une pression relativement faible pouvaient être aspirés par un jet de vapeur d'une pression nettement plus élevée, de sorte que les molécules de gaz se déplacent d'une zone de basse pression vers une autre où règne une pression totale élevée. Ce phénomène apparemment paradoxal est dû au fait que le jet de vapeur est tout d'abord complètement exempt de gaz, de sorte que les gaz diffusent d'une zone où règne une pression partielle de gaz supérieure (du récipient) vers une zone où règne une pression partielle de gaz inférieure (le jet de vapeur). On peut regarder le jet de vapeur comme une membrane semi-perméable (comme celle existant dans les phénomènes d'osmose), à travers laquelle le gaz peut diffuser pour entrer, mais non pour sortir ; la pression partielle des gaz est par conséquent beaucoup plus élevée d'un côté du jet que de l'autre.

### Pompes à diffusion (zone de travail $< 10^{-3}$ Torr) :

Les pompes à diffusion (voir Fig.9) se composent d'un corps de pompe, en 1, dont le fond peut être chauffé et la paroi refroidie, et d'un équipement intérieur à plusieurs étages (généralement trois étages) de tuyères, en 2. Le fluide moteur, logé dans la chaudière en 5, est chauffé électriquement et vaporisé. La vapeur du fluide moteur s'élève dans la colonne, en 4, pour sortir par les tuyères, en 3, à une vitesse supersonique.

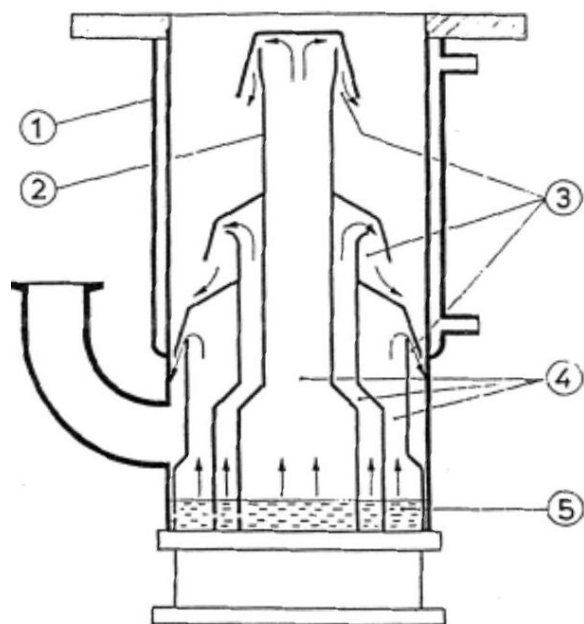


FIGURE 9 – Schéma d'une pompe à diffusion.

Le fluide moteur se condense ensuite sur la paroi (refroidie à l'eau) et coule comme fine pellicule dans la chaudière. Les gaz à aspirer se diffusent dans le jet de vapeur s'échappant des tuyères, en 3, qui les entraîne comme nous l'avons décrit ci-dessus.

Sur les pompes à diffusion d'huile, il est nécessaire de dégazer le fluide moteur avant son retour dans la chaudière (5) et ensuite de le fractionner.

Légende Fig.11 :

1. Corps de pompe
2. Équipage intérieur
3. Tuyères (déflecteurs)
4. Tube d'ascension de vapeur
5. Chaudière

**Dégazage :** Le fluide moteur condensé, qui coule par gravité comme fine pellicule le long de la paroi refroidie, est porté au-dessous de l'étage inférieur de diffusion à une température d'environ  $130^{\circ}\text{C}$ , à laquelle, les éléments facilement volatils s'évaporent et sont aspirés par la pompe primaire. Seuls les constituants les moins volatils restent dans le fluide moteur.

**Fractionnement de l'huile :** Après dégazage, le fluide moteur est constitué par un mélange d'éléments diversement lourds. Le dispositif de fractionnement fait en sorte que les éléments du fluide moteur les plus faciles à évaporer sont conduits vers la première tuyère, côté vide primaire, et les plus difficiles à évaporer vers la dernière tuyère, côté vide moléculaire.

**Arrêt des molécules d'huile :** On installe souvent, entre la pompe à diffusion et l'enceinte à vider, un ou plusieurs pièges refroidis (baffles) qui fixent les particules d'huile.

## 5.2 Manomètres : mesure de la pression

La zone de pressions aujourd'hui mesurable s'étend de 760 Torr à  $10^{-13}$  Torr, par conséquent sur 16 puissances décimales. Pour mesurer dans une aussi vaste zone, on se sert d'instruments désignés sous le terme générique de *manomètres*. Comme il est physiquement impossible de construire un manomètre couvrant toute cette zone de pression, on s'est résigné à en construire une série, dans laquelle chacun d'eux est prévu pour une zone déterminée, s'étendant la plupart

du temps sur quelques puissances décimales.

*Manomètres mécaniques* : l'énergie mécanique est fournie soit par le gaz dont on veut mesurer la pression (manomètre à membrane, manomètre en U) soit de l'extérieur, sous forme de travail mécanique auxiliaire (manomètre à compression, par exemple de Kammerer).

*Manomètres électriques* : l'énergie électrique est soit transformée en chaleur, sur laquelle repose le principe de la mesure (manomètre à conductibilité thermique, jauge de Pirani), soit utilisée pour ioniser le gaz (manomètre à ionisation, jauge de Penning).

### Manomètre de Bourdon :

C'est un manomètre mécanique principalement composé d'un tube courbé, fermé à une extrémité et dont l'autre extrémité est reliée à l'enceinte dont on veut mesurer la pression  $P$  (voir Fig.10).

Lorsque la pression  $P$  diminue par rapport à la pression atmosphérique  $P_{atm}$  extérieure, le rayon de courbure du manomètre diminue (à démontrer par le lecteur). Ce mouvement est amplifié et transmis à une aiguille indicatrice. Comme le tube est déformé élastiquement, l'échelle est linéaire.

Naturellement, la pression mesurée dépend des variations de la pression atmosphérique, mais ne dépend pas de la nature du gaz que contient l'enceinte.

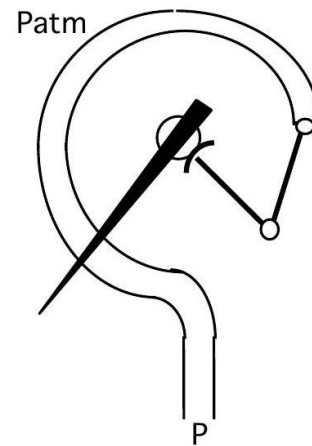


FIGURE 10 – Manomètre de Bourdon.

### Jauge de Pirani :

Cette jauge utilise les échanges thermiques entre un fil chaud et le gaz (voir Fig.13). Ces échanges dépendent de la pression, mais aussi de la nature du gaz.

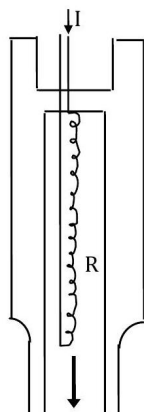


FIGURE 11 – Jauge de Pirani.

La température du fil chaud est déterminée par l'intermédiaire de sa résistance électrique. Ce fil est introduit dans un pont de Wheatstone dont l'autre branche est une résistance de comparaison. Cette jauge est simple et solide quand on ne cherche pas une trop grande sensibilité. Le désavantage de cette jauge est qu'il faut la calibrer pour chaque gaz et qu'elle n'est utilisable que dans un domaine limité de pression (de  $10^1$  à  $10^{-3}$  Torr).

### Jauge de Penning :

Cette jauge utilise l'ionisation du gaz produite dans un tube entre deux électrodes (voir Fig.14). Le courant qui traverse un tube à décharge est une fonction de la pression. Dans cette jauge, le parcours des électrons est allongé par l'action d'un champ magnétique produit par un aimant permanent, ce qui permet d'abaisser beaucoup le niveau de pression mesurable.

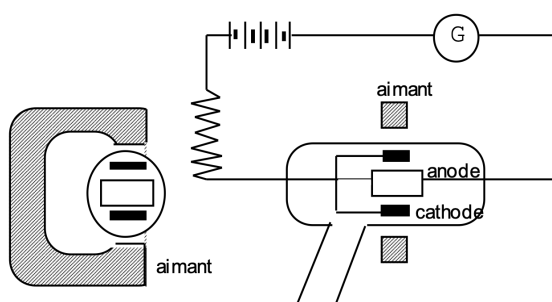


FIGURE 12 – Jauge de Penning.

L'intervalle de pression, dans lequel la jauge de Penning est utilisable, est de  $10^{-2}$  à  $10^{-7}$  Torr. Ces appareils sont robustes, insensibles à l'entrée de l'air et aux vibrations, mais le fonctionnement de la cathode froide n'est pas d'une grande constance. La précision ne dépasse pas 20%. Cette jauge doit être recalibrée pour chaque gaz.