Journées thématiques

Optique en milieux extrêmes

Palaiseau, 13 Décembre 2017

Montages optiques sous vide :

Quelles contraintes ?!

;-)

J. Faerber IPCMS - Strasbourg

Réseau RT-Vide

Montages optiques sous vide : Quelles contraintes ?!

Quelques rappels généraux sur le vide

Définitions, domaines de pression, écoulements, limites, contraintes

Quelques notions-clefs :

Vide *"fluide"* et vide *"molécules isolées"*

Vide limite, et ce qui limite le vide

Surfaces et matériaux

Deux exemples : Vide moyen et haut flux

Génération de pulses XUV pour mesure pompe/sonde fs de dynamiques d'aimantation

Ultra-vide et basse température

Mesure par STM de la luminescence de molécules uniques

Rappel : **Qu'est "le vide"**

Définition :

Comme l'Emmental, rien avec quelque chose autour !

Plus sérieusement :

Domaine de l'état gazeux à une pression inférieure à la pression dite "normale".

Ceci suppose :
- De la matière à l'état gazeux
- Des parois
- Une référence de pression dite normale

La notion de "parois" est souple :
- Enceinte à vide = parois solides
- Limites de l'atmosphère terrestre = gravité et gradient de pression

Par convention, la pression dite "normale" est la pression moyenne sur terre, au niveau de la mer, à température "normale", soit 1013 hP

Unité de pression : le Pa = N/m^2 (encore très utilisés : le mb (= hPa), le Torr !)

Selon la discipline (et le pays !), les détails changent (chimie, météorologie, aviation, etc)

1013 hPa @ 0°C ou 25°C
1013 hPa @ 15°C et 0% humidité
1013 hPa @ 15°C et 78% humidité

Voir Wikipedia : Standard conditions for temperature and pressure

Pour mémoire la pression "normale" moyenne est

sur Venus de	900 Pa @ 450°C
sur Mars	70 hPa @ -60°C
sur la Lune	1 nP @ ~-18°C

La mesure :

Pression = Force / Surface = N / m^2

Unité légale : Pascal = 1 N / m^2

Autres unités fréquentes : Torr ou mm-Hg, Micron... (de Hg !), **mbar (= hPa)**

Grandeur mesurable tant qu'il y a un mouvement, une formation mécanique "perceptible"
Si la déformation est trop faible ⇒ Mesure indirecte

⇒ Nécessité d'autres grandeurs de quantification *"Equivalent Pa"*

Densité moléculaire

$n = P/k.T$ — nb/volume

Taux d'incidence sur une surface

$\nu = \frac{1}{4} n V_m$ — nb/surface/temps

Libre parcours moyen

$$\lambda = \frac{1}{2^{1/2}\pi D_o^2 n}$$ — m

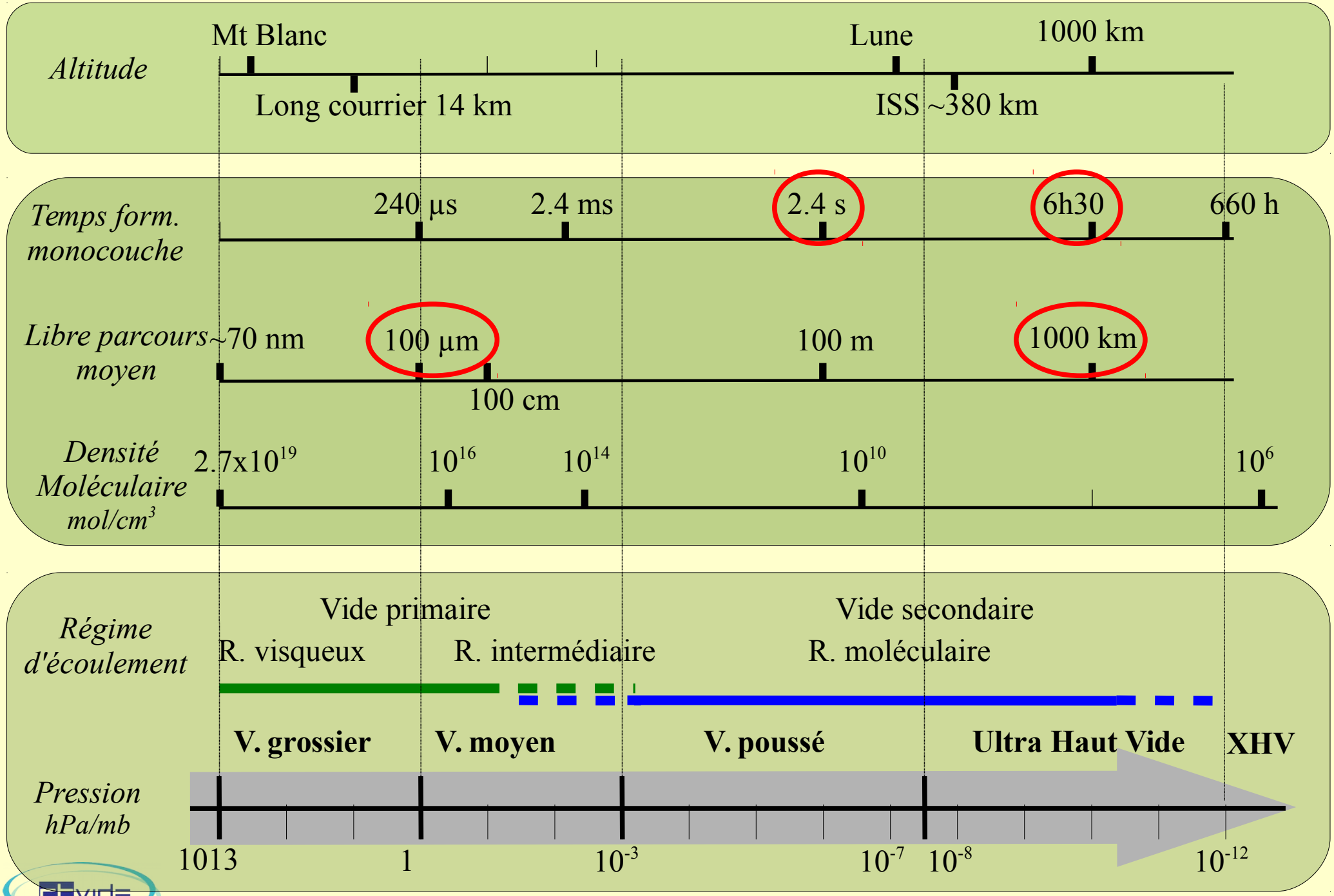
Temps de formation d'une monocouche

$$t = \frac{1}{4} n V_m D_o^2$$ — temps

En supposant les molécules « collantes »
Le coefficient de collage dépend du couple gaz/surface
Il est de 1 ou très proche pour des molécules organiques...

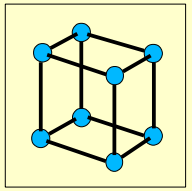
D_o = diamètre moléculaire ; n = densité moléculaire ; V_m = vitesse moyenne

"Équivalents Pa" et ordres de grandeurs



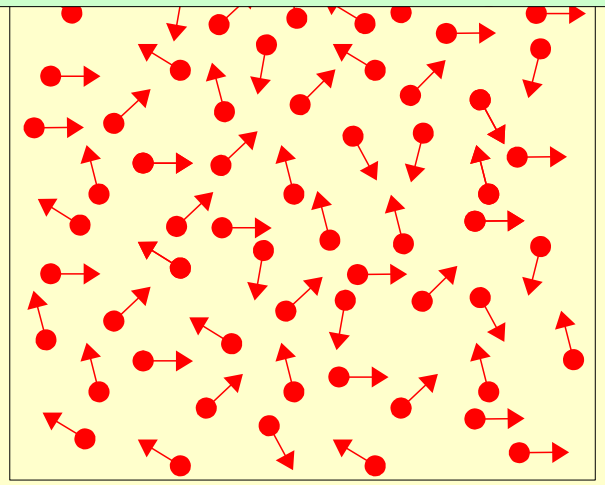
Le vide, 3 grands domaines.

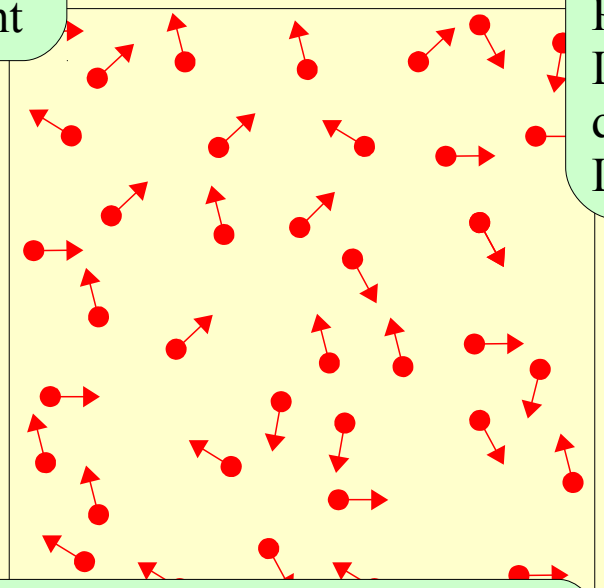
Autre expression de la pression : **λ, le libre parcours moyen**
= distance moyenne que parcourt une molécule, avant de heurter un obstacle, parois ou "objet mobile".
Ou encore : **la densité moléculaire**, nombre de molécules/cm^3, /m^3



Pour mémoire
Vide "quantique"

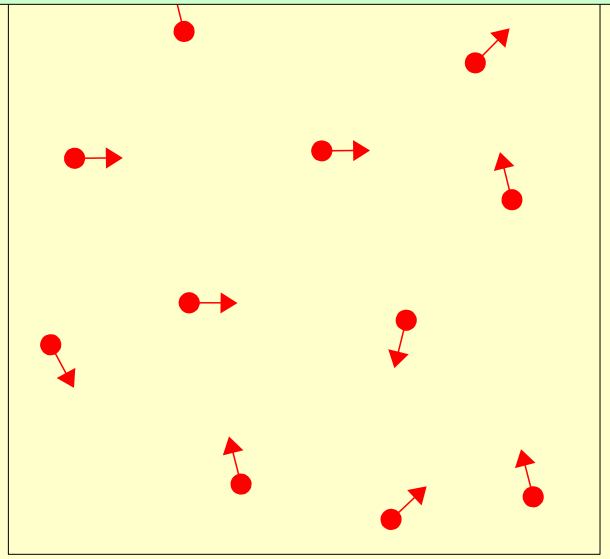
Vide « dépression »
Ecoulement visqueux
Le gaz peut être assimilé à un fluide
Les chocs entre molécules dominent





Domaine intermédiaire
Passage progressif du visqueux au moléculaire

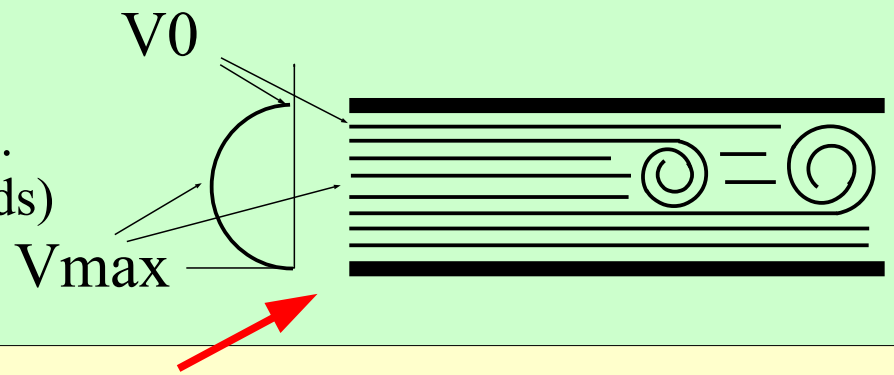
Vide moléculaire
Pas de mouvement d'ensemble
Le gaz résiduel est une population de molécules indépendantes
Les chocs contre les parois dominent



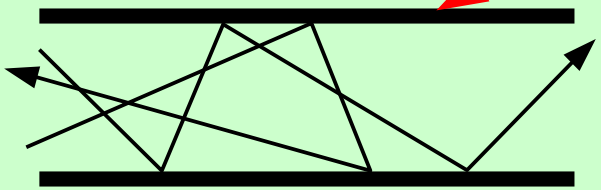
Ecoulement en régime visqueux et en régime moléculaire

Domaine visqueux :

Ecoulement fluide, laminaire (turbulent).
Influence de la viscosité (nbr de Reynolds)

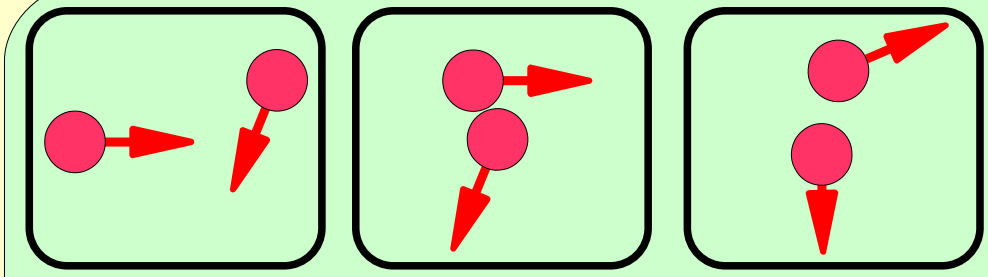


Notions de conductances



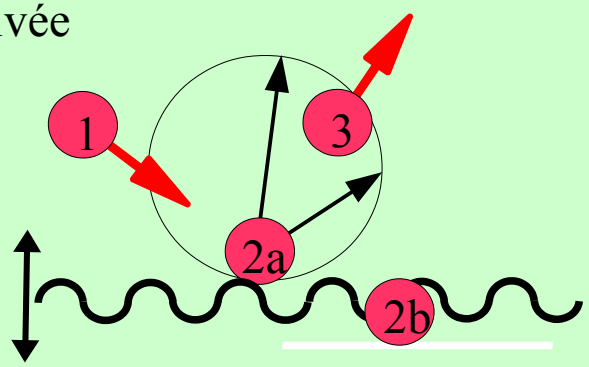
Domaine moléculaire :

Circulation individuelle des molécules.
auquelles on ne peut imposer le sens !
Libre parcour moyen très grand (>1000 km)

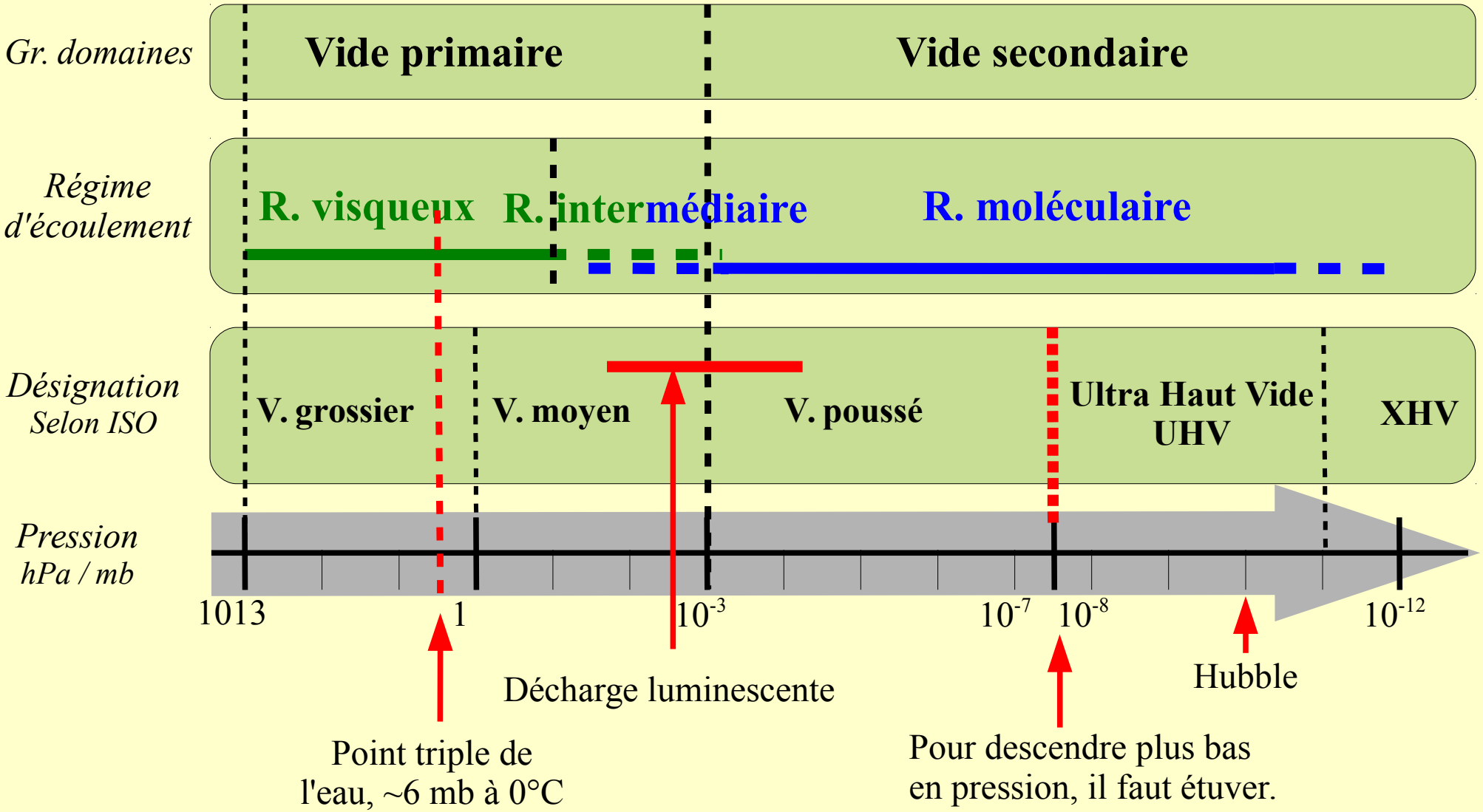


Choc élastique entre molécules (gaz parfait),
Conservation de la quantité de mouvement.

Choc contre parois : Adsorption/désorption
Direction de départ indépendante de celle de l'arrivée



Les grands domaines de vide



Vide grossier, vide moyen, vide poussé, ultra-vide...

L'échelle du vide

Par Olivier Néron de Surgy.

ATMOSPHÈRE AU NIVEAU DE LA MER

MOULAGE DES PLASTIQUES

EMBOUTEILLAGE

TOKAMAK
FUSION THERMONUCLÉAIRE CONTRÔLÉE

ESPACE INTERGALACTIQUE : 10^{-24} HPA

MÉTALLURGIE DU SILICIUM

POMPE TURBOMOLÉCULAIRE

EMBALLAGE SOUS VIDE

TRAITEMENT DU BOIS DE CONSTRUCTION

ACCÉLÉRATEURS DE PARTICULES

1013 | 100 | 10 | 1 | 10^{-1} | 10^{-2} | 10^{-3} | 10^{-4} | 10^{-5} | 10^{-6} | 10^{-7} | 10^{-8} | 10^{-9} | 10^{-10} | 10^{-11} | 10^{-12} | 10^{-13} | 10^{-14} | 10^{-15} | 10^{-16}

HECTOPASCALS

Vide grossier | Vide moyen | Vide poussé | Ultra - vide

ALTITUDE DE CROISIÈRE D'UN JUMBO JET(20 000M)

ANTI-REFLETS SUR LUNETTES

ATMOSPHÈRE À LA SURFACE DE LA LUNE

VALEUR MAXIMALE ATTEINTE ARTIFICIELLEMENT

LAMPE À VIDE

ATMOSPHÈRE AU SOMMET DU MONT BLANC

RÉFRIGERATEURS DOMESTIQUES

MÉTALLISATION DES DISQUES COMPACTS

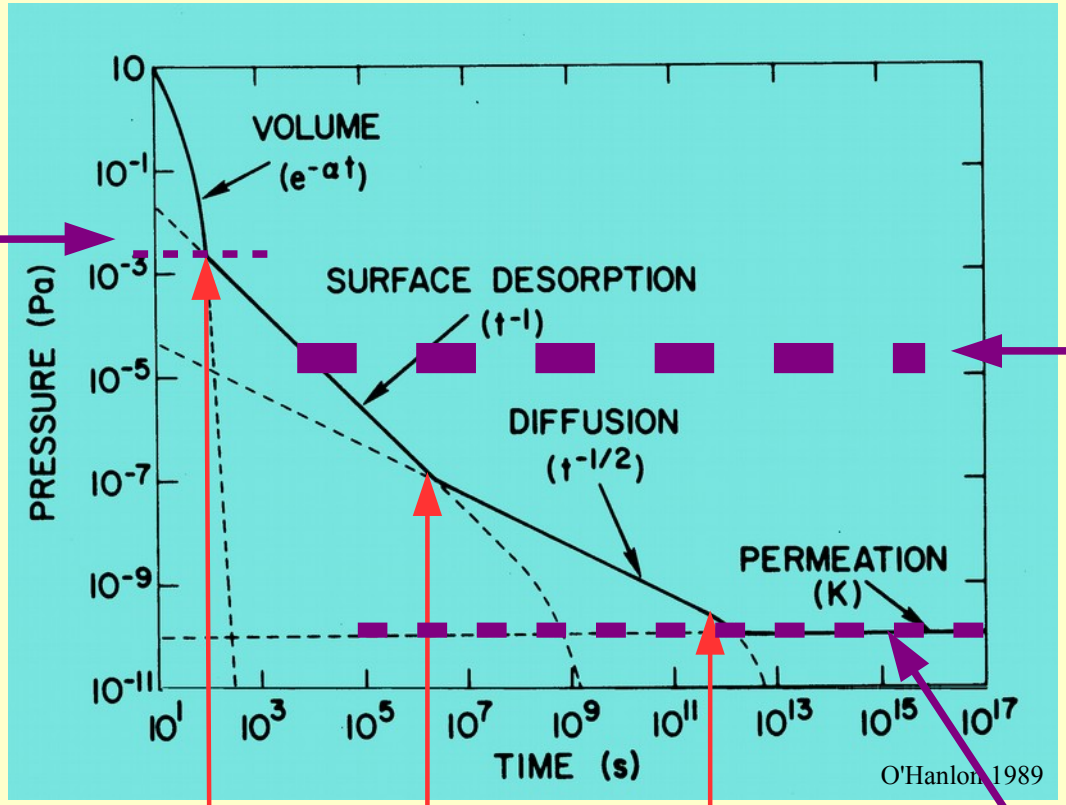
FABRICATION DE CIRCUITS INTÉGRÉS PAR ÉPITAXIE MOLÉCULAIRE

LA PRESSION D'UN GAZ
La pression d'un gaz correspond à l'effet moyen des chocs des molécules, en agitation permanente, sur la paroi de l'enceinte. Passer d'un ordre de grandeur à l'autre sur l'échelle de pression ci-dessus revient à ne garder qu'une molécule sur dix.

NOTRE GALAXIE

Les étapes de la descente en pression et ce qui limite le vide

Limite du pompage primaire

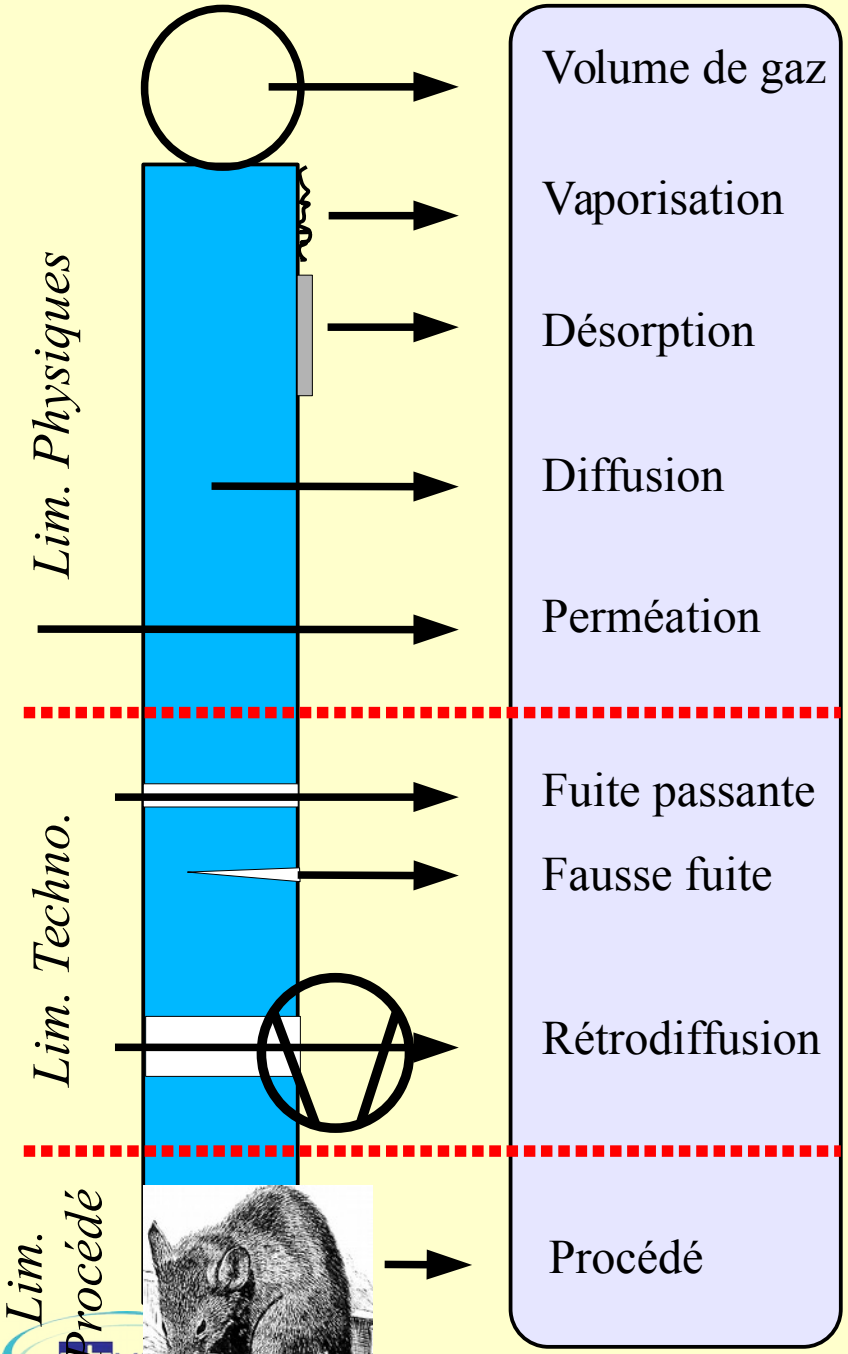


Limite d'un pompage sans "coup de pouce"
Pour aller plus loin sans attendre :
Etuver

~100s **~50 j** **~30 ans**

Limite ultime
Selon matériaux, peut être à une autre pression
(ex. : joints élasotmères)

Les étapes de la descente en pression et ce qui limite le vide



Temps incompressible

Dégazage de tout ce qui est physisorbés et faiblement chimisorbé en surface : eau, résidus de solvant, graisses et huiles, etc.
Selon T°, évaporation des matériaux

Parois et tout matériaux embarqués
Les joints : polymère ou métal ?

Limite ultime du vide possible

Défaut de soudure, d'un joint, du matériaux
Saleté sur un joint (cheveux, fibre textile, poussières)

Fissures, filetage borgne vissé...

Dysfonctionnement du systèmes de pompage

Intro de gaz, changement d'état d'un échantillon...

Ce qu'on retient :

Le vide limite = équilibre entre "entrants" / "sortants"

Entrants :
Désorption des surfaces, diffusion, perméation
Défauts du système : fuites, vraies et fausses
Procédé

Sortant :
Pompage sous toutes ses formes

Optimiser le vide limite ?
Minimiser les entrants
Optimiser les conductances
Dimensionner le pompage
dans l'ordre...

Mais on n'a pas toujours le choix : exemple 1

Études de dynamique d'aimantation résolus en temps.

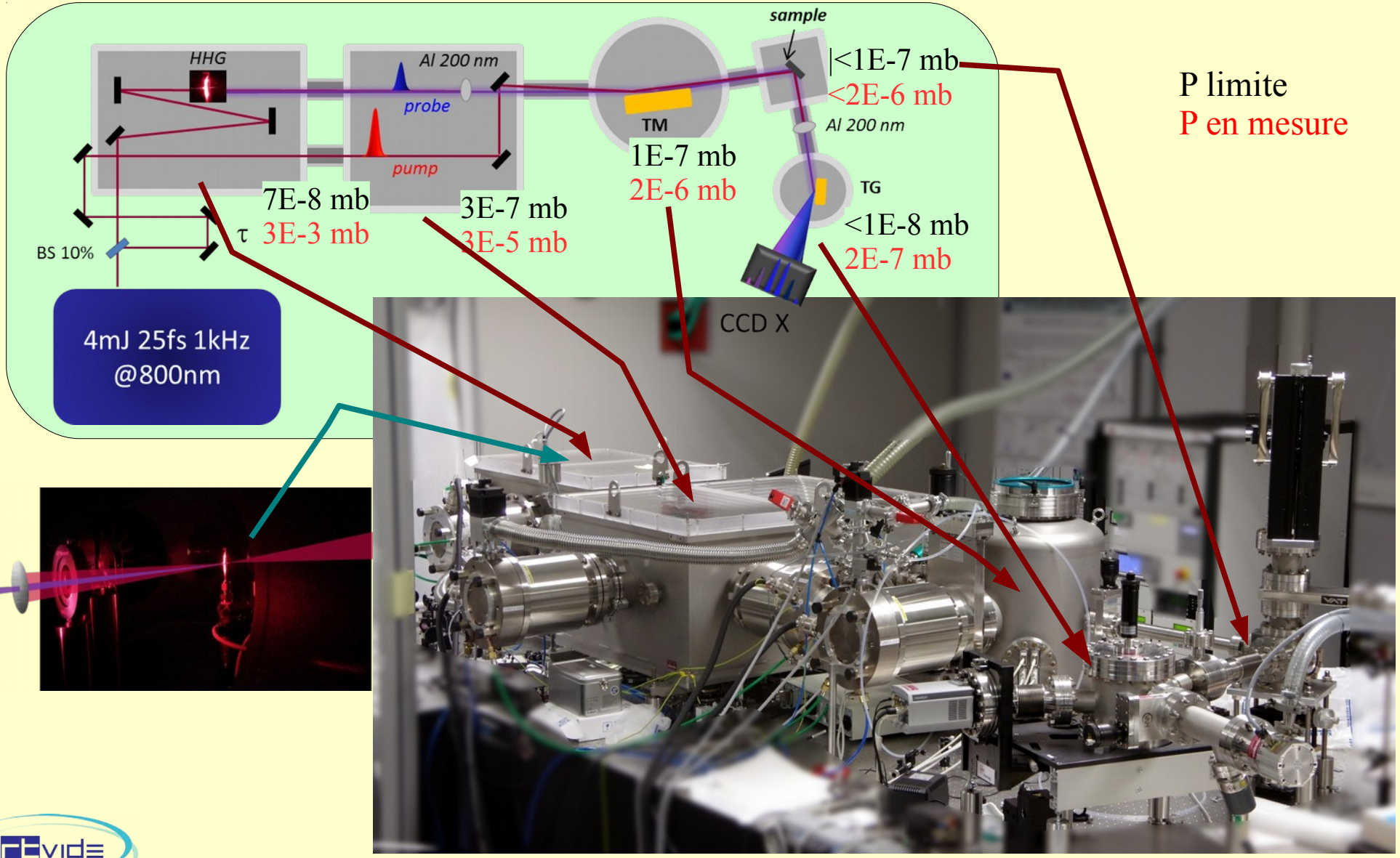
Pompe / sonde - proche IR / XUV
Génération de pulse XUV fs par HHG *dans une cible gazeuse*

ERC AtoMag - M. Barthélémy, A. Maghraoui, J-Y Bigot

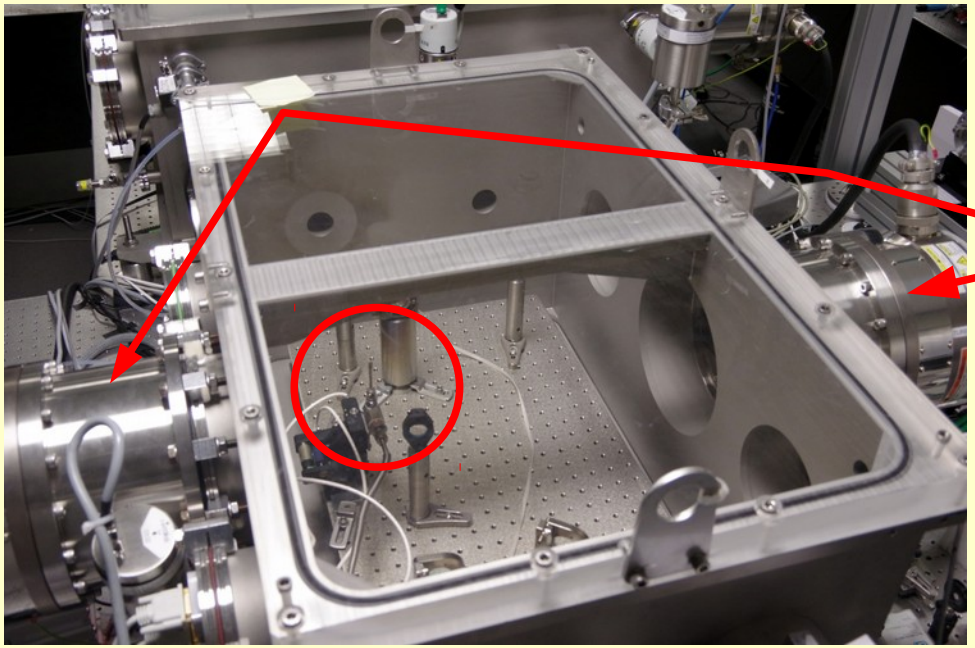
Maghraoui Ahmed - Thèse 2014 (article en cours de soumission)
"Génération d'harmoniques d'ordre élevé pour l'étude de la dynamique des charges et de l'aimantation de films de cobalt"

Études de dynamique d'aimantation résolus en temps.

Ch 1 : Ne @ P 200 mb et Q 2.2 mb.l/s dans un capillaire percé, soit une grosse fuite !
Ch 2 : Limiter l'absorption des XUV : P <1e-5 mb au plus tôt
=> enceintes en séries, pompages différentiels, un gros flux de gaz à pomper !



Études de dynamique d'aimantation résolus en temps.



Flux à pomper et Pressions en service

- Accorder la capacité de pompage au débit et pression de Ne nécessaires
  - Ch 1 : 2 p. turbo 800 l/s + 2 p. scroll 30 m3/h
  - Montage au raz des parois (conductance max.)
- Dimensionnement et répartition du pompage
  - Au total 5x p. turbo 800 l/s + 1x 80 l/s + prim.
- Étranglements aux jonctions entre chambres

Pression de base limitée par les surfaces de dégazage initiales

- Couvercles plexy => source de solvants
- Breadbord => époxy + *trous filetés*
- Tout composants opto-mécaniques embarqués => quel graissage ?

Cas du breadbord : ex. de trous borgnes M6 x20 mm tout les 25 mm :
Surface géométrique => ~5 cm²/trou ; **breadboard de 1m2 => ~0,8 m²** de filetage...

En incluant une rugosité de surface (Ra 2-3) => ~**1,5 m² ?**
Avec quelle propreté ? Comment nettoyer ? *Test du coton tige....*

Bilan à ce stade

Source principale du flux de gaz : introduction du Néon
=>optimisation des conductances, dimensionnement du pompage,
=> pompage différentiel entre chambres.

Vide limite (sans étuvage) : gestion des dégazages, équip. embarqué
=> cas du breadboard : époxy, trous filetés M6, propreté

En route vers l'UHV : exemple 2

Études des propriétés optoélectronique (luminescence) de molécules uniques par STM.

Microscope à effet tunnel à basse température (~4 K) et P < 1e-10 mb
Molécules entre pointe et surface.

G. Reecht. M. Chong, G. Schull -IPCMS-DSI

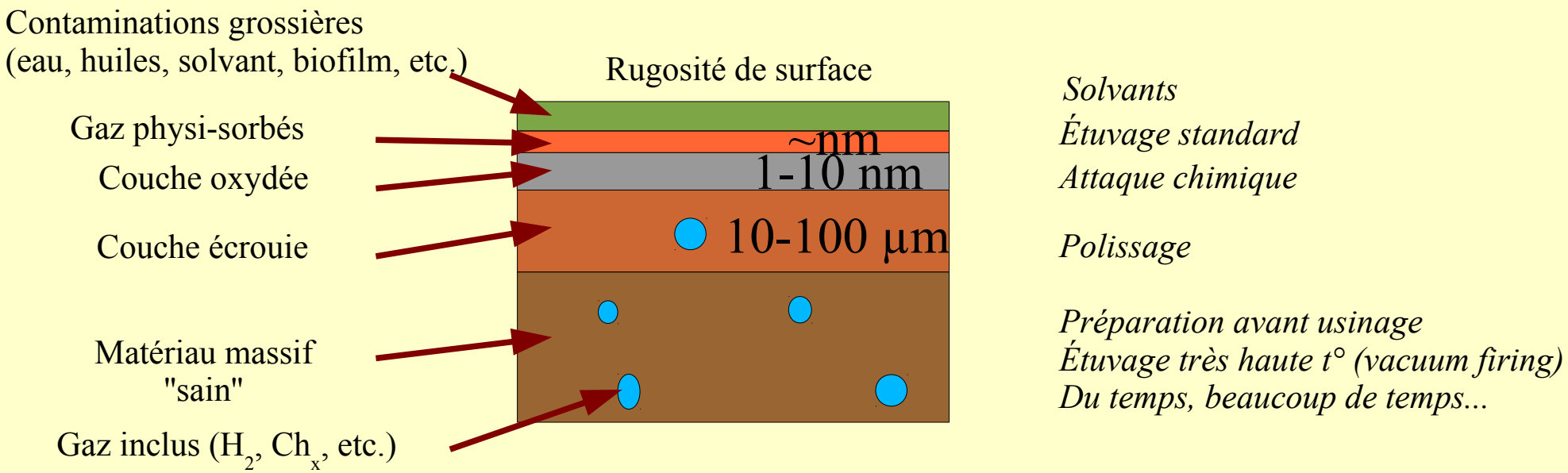
Electroluminescence of a Polythiophene Molecular Wire Suspended between a Metallic Surface and the Tip of a Scanning Tunneling Microscope
G. Reecht, F. Scheurer, V. Speisser, Y. J. Dappe, F. Mathevet, G. Schull - Phys. Rev. Lett. 112, 047403

Pour atteindre l'UHV :

Le choix des matériaux de l'enceinte et de *tout son contenu*

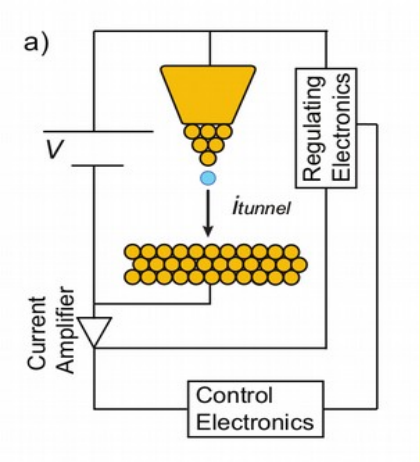
La surface réelle à l'échelle microscopique

Construction tout métal *(lourd, encombrant)*, sans polymères *(joints métalliques)*
Choix de **matériaux compatibles** *(tension de vapeur, ex. du laiton (CuZn)*
Propreté de tout composant embarqué *(pas de graisses, de solvants, etc)*
Conduite de la descente en pression
=> **étuvage à 150-200 °C** de tout l'ensemble, homogène, sans points froids



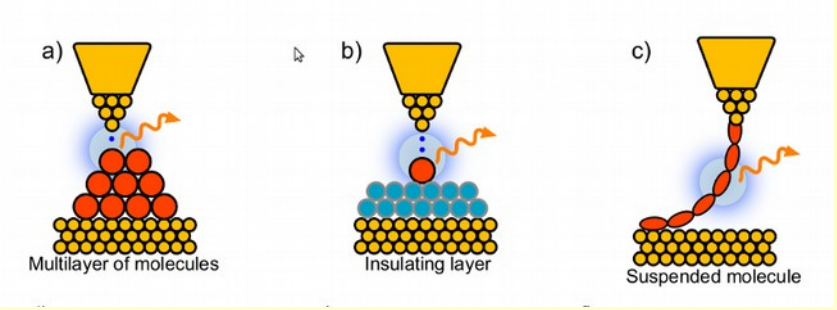
En UHV, le volume compte très peu,
ce sont les effets dus aux surfaces qui dominent.

Luminescence de molécules uniques en STM

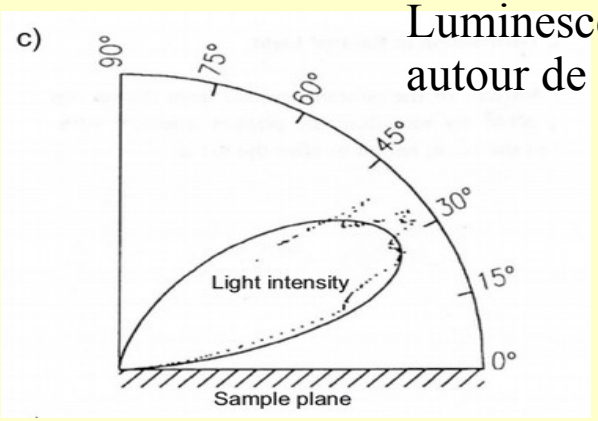


Rappel du STM

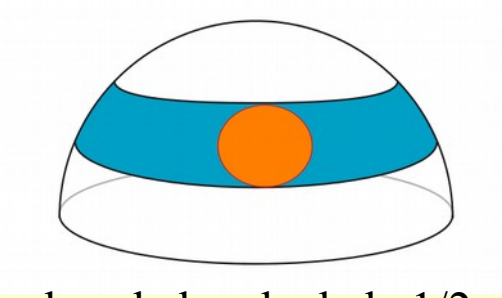
Pointe ultra-fine (1 atome !) sur un déplacement un piezzo face à l'échantillon
Balayage XY de la pointe, à distance/ courant constant
Z contrôlé par le courant tunnel (rétro-action)
Courant tunnel décroissant exponentiellement en s'éloignant de la surface
Mode spectroscopique en variant la polarisation pointe-échantillon



Molécules organique (phtalo, C60, etc) entre pointe (W) et surface (Au) + polarisation
=> luminescence d'une molécule unique entre pointe et surface

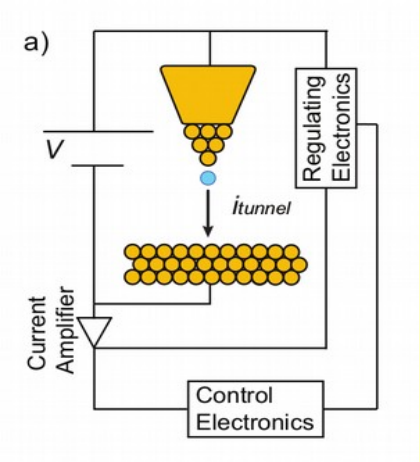


Luminescence dans une bande autour de 30° de la surface



Collection idéale dans la bande de la 1/2 sphère
En pratique en une zone très réduite

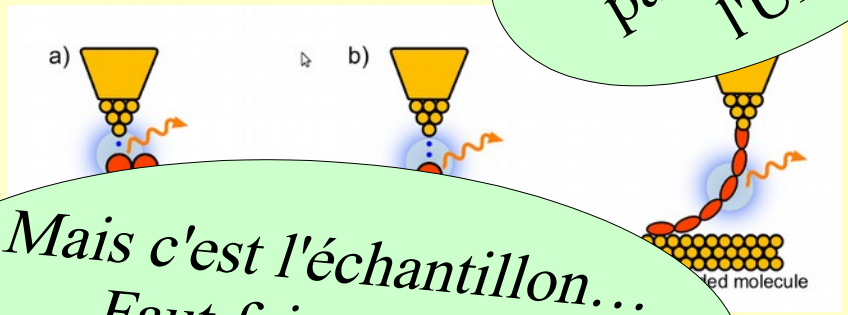
Luminescence de molécules uniques en STM



Rappel du STM

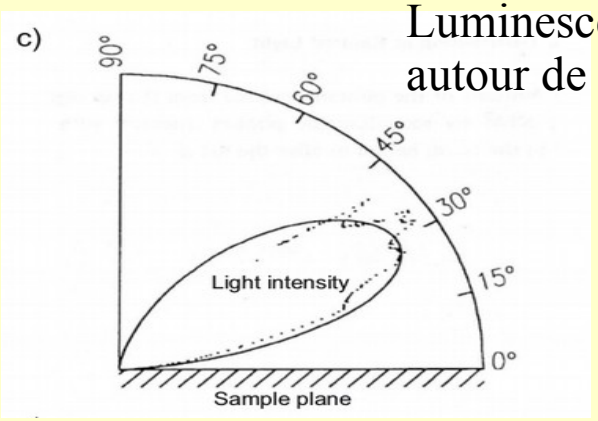
Pointe ultra-fine (1 atome !) sur un déplacement un pi hantillon
Balayage XY de la pointe, à distance/ courant co
Z contrôlé par le courant tunnel (rétro-action)
Courant tunnel décroissant exponentielleme rface
Mode spectroscopique en variant la polaris

Hep ! Z'avez dit pas d'orga dans l'UHV !

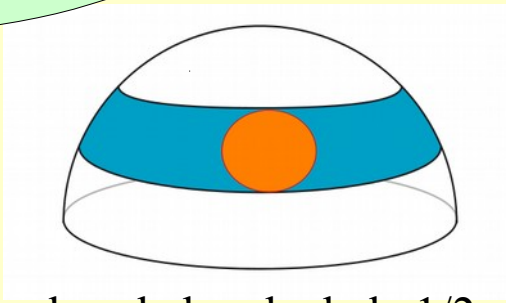


Mais c'est l'échantillon… Faut faire avec !
http://rtvide.cnrs.fr/index.php
JT "Molécules organiques et Ultravide"

Molécules organique (phtalo, C60, risation
=> luminescence d'une molécule uniqu



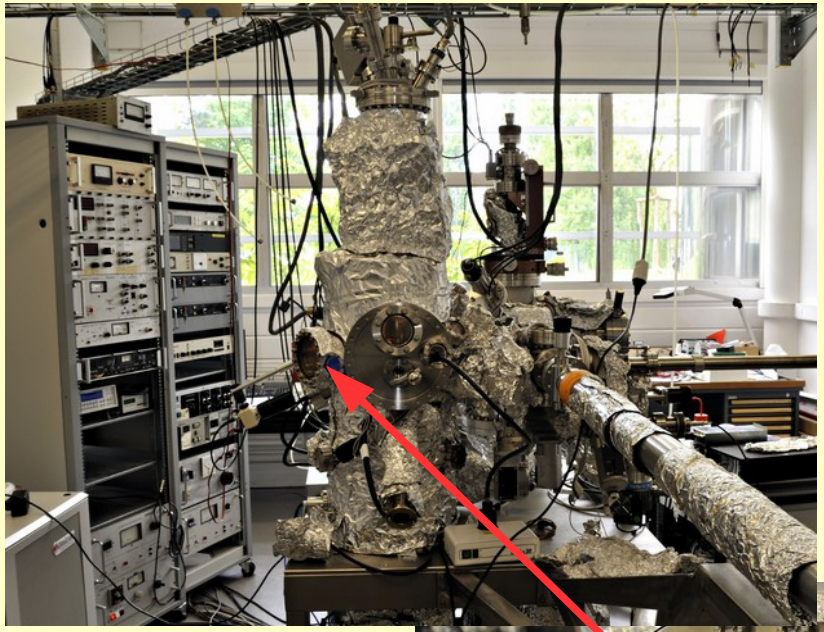
Luminescence dans nde
autour de 30° de la e

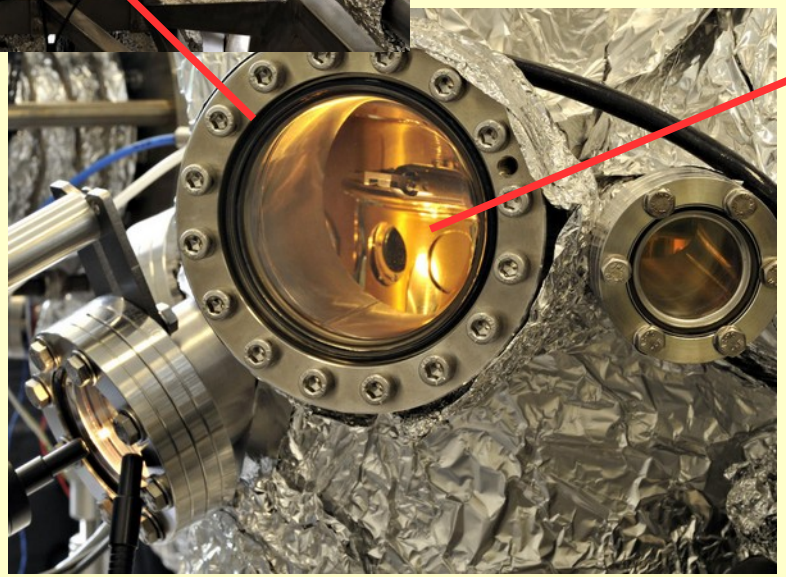


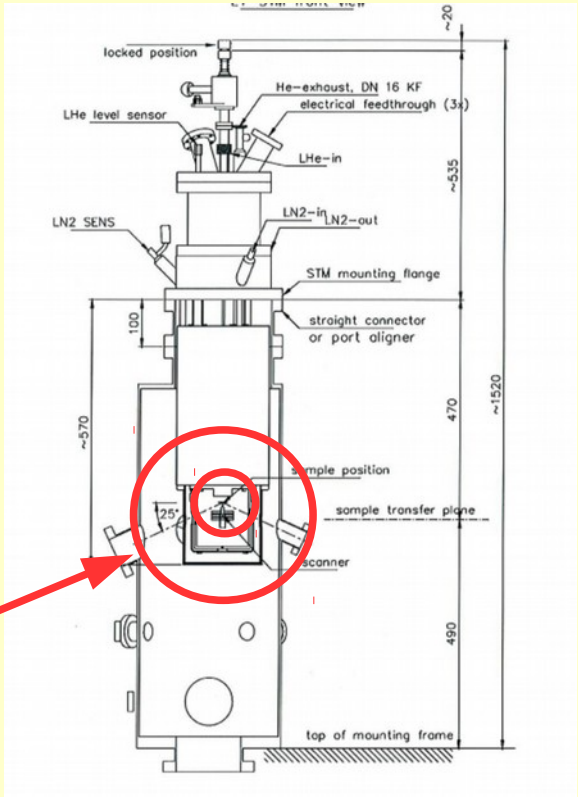
Collection idéale dans la bande de la 1/2 sphère
En pratique en une zone très réduite

Luminescence de molécules uniques en STM

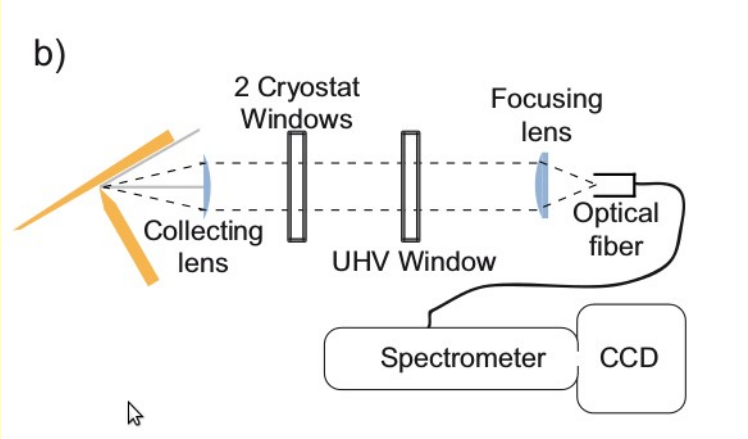
Le STM fonctionne sous ultra-vide, P_{base} <1E-10 mb, ~4 K (bain d'He $_{liq.}$+ écran N2 $_{liq.}$)
Très grande sensibilité vibratoire (classe E)
Suite à remise à l'air, pour récupérer l'UHV => pompage + étuvage à 150-180°C 1 semaine.







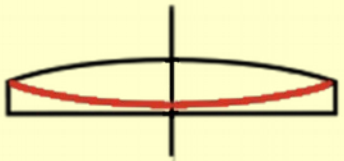
Luminescence de molécules uniques en STM

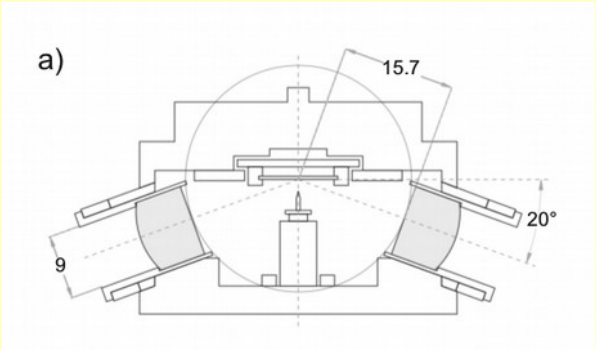


Objectif : Collecter la lumière entre surface et pointe
Transférer le signal vers un spectro à l'air

Lentille de collection proche du STM
Hublots internes BK7 dans les boucliers thermiques
Hublot vide/air MgF2
Lentille de refocalisation achromatique, à l'air
Fibre optique + spectro + CCD

La lentille de collection ? Idéalement : doublet achromatique, focale 15-20 mm, dia. 20 mm
Mais :
Doublet collé : baume du Canada, époxy, xxx ? + étuvage + froid + cyclages chaud/froids ?
=>Pollution du vide, modif de la colle, perte en transmission du doublet
Doublet à lame d'air ?
=> Tolérance mécanique au cyclages thermiques, disponibilité, prix ?





Conséquence : choix d'une lentille simple

Collection sur un angle solide faible, peu de signal ;
Nécessité de modifier la focalisation sur la fibre selon long. d'onde pour compenser l'aberration chromatique.
Mais ça marche !

Rq : conditions de pression voisine de Hubble, mais volume fermé et capacité de pompage bien plus limitée... :-)

Bilan globale, ce qu'on retient

La valeur de vide limite dépend premièrement de tout les dégazages du bâti
(base de données "dégazage" NASA, CNES, CERN, etc)

Les surfaces comptent plus le volume,
Les parois de l'enceinte , oui, mais aussi tout ce qu'on y met.

Plus on veut descendre bas en pression,
plus le choix et la préparation des matériaux sont critiques.

Cohérence entre choix "techno du vide" et objectifs "recherche"

=> oublier les habitudes d'un montage optique "à l'air" sur table optique,
et repenser ce montage dans l'esprit "vide".

Quelques ressources

Recherche publique :

Réseau RT-Vide du CNRS : http://rtvide.cnrs.fr/
Liste diffusion : https://listes.services.cnrs.fr/wws/info/rtvide-reseau

Pour tout le monde :

Société Française du Vide (SFV) : www.vide.org/
Ressources documentaires du CERN (Yellow reports, Vacuum schools)

Formation :

LAL Orsay : via RTV ou cnrsformation.cnrs.fr/
SFV : www.vide.org/

Quelques ouvrages, des cours et les pdf des rencontres du RTV :

S. Dushman - J.M. Lafferty Scientific foundations of vacuum technique - John Willey 1962 (1998)

J.F. O'Hanlon - A user's guide to vacuum technology - John Willey 1989 (ré-édition 2003)

J. Arianer : https://cel.archives-ouvertes.fr/file/index/docid/92956/filename/cel-30.pdf

Des cours : http://rtvide.cnrs.fr/spip.php?rubrique76

Les pdf des rencontres du réseau (mesure 2012, pompage 2016) : http://rtvide.cnrs.fr/spip.php?rubrique66

Le vide est un métier, au même titre que la mécanique ou l'... optique ! ;-)
Si vous avez un problème de vide, ne bricolez pas, consultez un spécialiste !