

Chapitre V - Technique du vide

Jacky RUSTE

EDF R&D Département matériaux et Mécanique des Composants
Les Renardières 77250 Moret sur Loing

La nature a horreur du vide.... (selon Aristote)

1. Introduction

Quand on parle de « vide », il faudrait plutôt parler d'atmosphère raréfiée. En effet, le vide absolu n'existe pas, même au plus profond de l'espace intergalactique où l'on rencontre encore entre 1 et 10 particules par m^3 ! Dans notre environnement où nous utilisons le « vide » de manière quotidienne, du paquet de café emballé sous vide au tube de notre téléviseur, l'écart peut être considérable, de 0,1 atmosphère dans le premier cas à 10^{-9} atmosphère dans le second (ce qui représente encore de l'ordre de 27 milliards de molécules par cm^3 !)(Tableau 1). Le meilleur « ultravide » obtenu sur terre (10^{-14} mbar, soit 10^{-17} atmosphère ou 270 molécules/ cm^3) est encore très supérieur au vide interstellaire (de l'ordre de 10^{-16} mbar, soit environ 10 molécules/ cm^3) et au vide intergalactique (environ 10^{-22} mbar ou 10^{-25} atmosphère). En microscopie électronique, on retrouve cet écart, de la chambre objet d'un microscope à chambre environnementale (ou à pression contrôlée) au canon à émission de champ. Les raisons de faire le vide sont multiples : il peut s'agir de réduire l'effet de certains gaz actifs comme l'oxygène, de favoriser le dégazage, de réduire les interactions d'un échantillon avec son environnement et en microscopie électronique, de réduire les interactions avec le faisceau d'électrons. Pour obtenir ce vide, un certain nombre de techniques sont employées, faisant appel à divers processus physiques qu'il n'est peut-être pas inutile de rappeler.

2. Quelques rappels théoriques utiles

2.1. Les unités utilisées

Le vide correspond à une diminution de la quantité de gaz dans un volume donné. Cette donnée est impossible à mesurer directement et, en réalité, on la mesure indirectement par la pression, c'est à dire la force exercée par les molécules sur les parois du récipient. La pression est donc une force par unité de surface et s'exprime, dans le système légal, en pascal (Pa) et qui correspond à 1 newton.m^{-2} . Cette unité, quoique légale, reste encore assez peu usitée (encore que son multiple, l'hectopascal ou hPa, soit devenu courant en météorologie) et on rencontre encore fréquemment d'autres unités dont les principales sont le bar (et son sous multiple le millibar), le torr (du physicien Torricelli¹, encore très utilisé), le millimètre de mercure (mmHg) et l'atmosphère (atm). Le mbar, le torr ou le mmHg sont du même ordre de grandeur, de même que le bar et l'atmosphère. Les conversions exactes entre ces unités sont données dans le tableau 2.

¹ Physicien italien (1608-1647), inventeur du baromètre

Tableau 1 - Quelques domaines d'application du vide dans l'industrie.

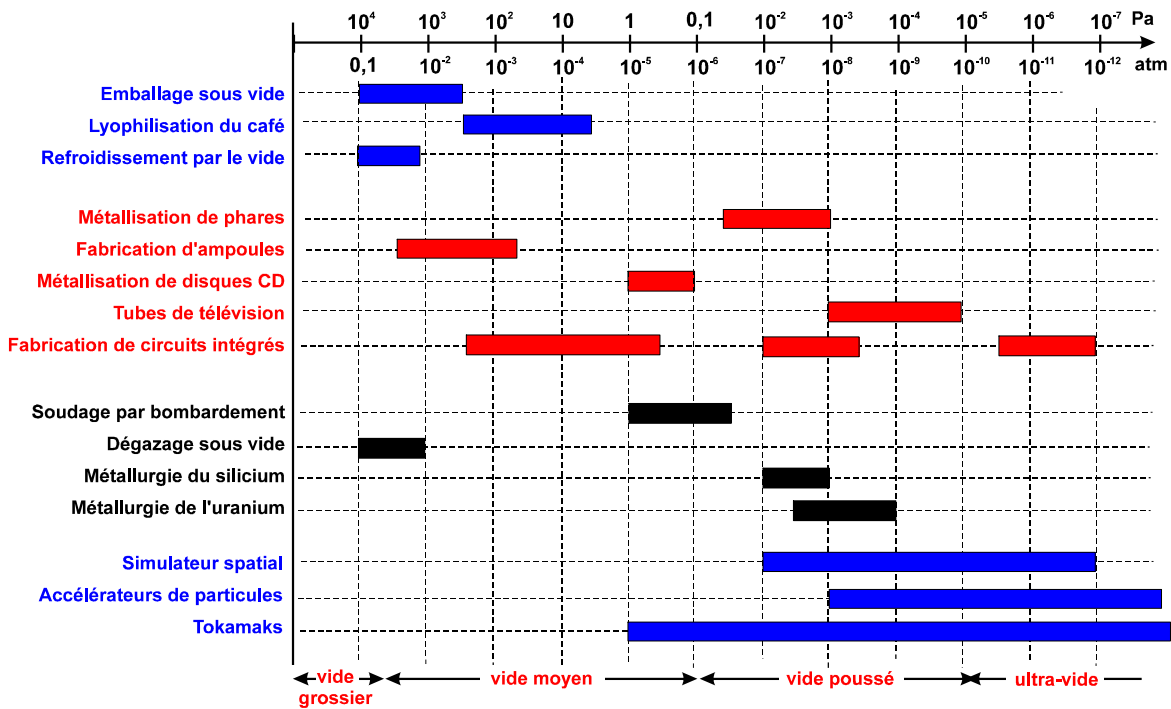


Tableau 2 - Conversions entre les principales unités de pression.

	Pa	bar	mbar	torr	mmHg	atm
Pa	1	10 ⁻⁵	10 ⁻²	7,5 10 ⁻³	7,5 10 ⁻³	9,87 10 ⁻⁶
bar	10 ⁵	1	10 ³	750	750	0,987
mbar	10 ²	10 ⁻³	1	0,75	0,75	9,87 10 ⁻⁴
torr	133,3	1,333 10 ⁻³	1,333	1	1	1,316 10 ⁻³
mmHg	133,3	1,333 10 ⁻³	1,333	1	1	1,316 10 ⁻³
atm	1,013 10 ⁵	1,013	1013	760	760	1

Pour résumer, rappelons-nous que un millibar vaut un hPa (100 Pa), qu'une atmosphère correspond à 1013 millibars ou à 760 mmHg, et qu'un torr est équivalent à un mmHg.

2.2. Lois des gaz parfaits

La théorie cinétique des gaz repose d'abord sur deux hypothèses :

- Les gaz sont composés de molécules dont les caractéristiques physiques et thermodynamiques ne dépendent que de leur nature chimique,
- Les molécules sont en état d'agitation permanente qui ne dépend que de la température.

La distribution des vitesses des molécules obéit à une distribution de Maxwell-Boltzmann. La proportion du nombre de molécules dont la vitesse est comprise entre v et $v+dv$ est donnée par :

$$\frac{dn}{n} = \frac{4}{\sqrt{\pi}} \left[\frac{m}{2kT} \right]^{3/2} v^2 \exp\left(-\frac{mv^2}{2kT}\right) dv \quad (1)$$

où m est la masse d'une molécule, k la constante de Boltzmann ($k=1,381 \cdot 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$) et T la température absolue.

On peut définir une vitesse moyenne v_m , et une vitesse la plus probable v_p (figure 1) :

$$v_m = \langle u \rangle = \sqrt{\frac{8kT}{\pi m}} \quad (2)$$

$$v_p = \sqrt{\frac{2kT}{m}} \quad (3)$$

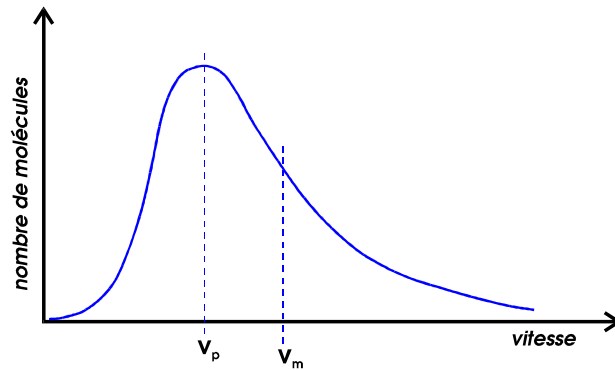


Figure 1 - distribution de Maxwell-Boltzmann des vitesses.

L'énergie cinétique E_i de chaque molécule étant égale à $\frac{1}{2}mu^2$, on peut définir une vitesse quadratique moyenne v_d telle que l'énergie totale soit égale à

$$E = \sum_{i=1}^N E_i = \frac{1}{2} N m v_d^2 \quad \text{avec} \quad v_d^2 = \langle u^2 \rangle \quad (4)$$

Sachant que $\langle E_i \rangle = 3/2kT$, on obtient :

$$v_d = \sqrt{\frac{2 E_i}{m}} = \sqrt{\frac{3}{2} \frac{2kT}{m}} = v_m \sqrt{\frac{3\pi}{8}} \quad (5)$$

99,9% des molécules ont une vitesse comprise entre $0,1v_p$ et $3v_p$. A 300 K, ces vitesses sont voisines de la vitesse du son (tableau 3).

Tableau 3 - vitesses moléculaires à 300 K de quelques gaz.

gaz	masse (g) ⁽¹⁾	v_p (m.s ⁻¹)	v_m (m.s ⁻¹)	vitesse du son (m.s ⁻¹)
H ₂	$3,3 \cdot 10^{-24}$	1554	1754	1315
N ₂	$4,65 \cdot 10^{-23}$	417	470	394
O ₂	$5,31 \cdot 10^{-23}$	390	440	328

sur la base $m(O)=16$ daltons

Pour un volume, une température et une pression donnés, tous les gaz ont le même nombre de molécules (première loi d'Avogadro). A 0°C (273 K) et à la pression atmosphérique, une mole de gaz occupe 22,414 dm³ et contient $N^0=6,022 \cdot 10^{23}$ molécules (deuxième loi d'Avogadro). Sachant que le volume d'un gaz est inversement proportionnel à la pression (à température constante),

$$P \cdot V = C^{te} \quad (\text{loi de Boyle - Mariotte})$$

et qu'à pression constante, le volume d'un gaz est proportionnel à la température,

$$V = C^{te} T \text{ (loi de Charles - Gay-Lussac)}$$

on en déduit la loi des gaz parfaits :

$$P.V = nkT = n_m RT \quad (6)$$

avec n_m le nombre de moles et R la constante des gaz parfaits ($R = kN^0 = 8,314 \text{ J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$, où N^0 est le nombre d'Avogadro).

On définit la **densité moléculaire**, c'est à dire le nombre de molécule par unité de volume pour une pression et une température donnée :

$$n = P/kT = 7,244 \cdot 10^{16} P/T \text{ (n en molécules/cm}^3\text{, P en Pa et T en K)}$$

soit à la température ambiante (300 K) :

$$n_{(mol./cm^3)} = 2,47 \cdot 10^{14} P_{(Pa)} = 2,47 \cdot 10^{16} P_{(mbar)} = 3,29 \cdot 10^{16} P_{(torr)} \quad (7)$$

On définit également le flux moléculaire v sur une surface (réelle ou virtuelle) :

$$v = \frac{1}{4} n \langle u \rangle = \frac{P}{\sqrt{2\pi mkT}} \quad (\text{molécules.s}^{-1}.\text{cm}^{-2}) \quad (8)$$

Pour de l'air sec à 300 K,

$$v = 2,90 \cdot 10^{20} P_{(mbar)} = 3,86 \cdot 10^{20} P_{(torr)}$$

Pour une pression de 10^{-6} torr, le flux moléculaire est encore de l'ordre de 3.10^{14} molécules.s⁻¹.cm⁻² !

Citons enfin la loi des mélanges ou loi des pressions partielles ou loi de Dalton qui s'applique au cas d'un mélange de gaz. On peut définir la pression totale comme étant la somme des pressions de chacun des constituants du mélange gazeux ; on parle alors de pression partielle d'un gaz.

$$P = \sum_{i=1}^n P_i \quad (9)$$

Ainsi la composition de l'air peut s'exprimer en pressions partielles de ses différents constituants (tableau 4).

Rappelons cependant que cette composition n'est valable qu'à la pression atmosphérique et que la proportion relative de ces gaz peut être différente à plus faible pression, en fonction de l'efficacité sélective des systèmes de pompe².

² Sous vide secondaire ($10^{-3} < P < 10^{-7}$ torr) on peut noter un accroissement de la teneur en vapeur d'eau et sous ultravide ($P < 10^{-7}$ torr) un accroissement de la teneur en hydrogène.

Tableau 4 - Composition de l'air et pressions partielles (pour une pression standard de 1013 mbar ou 760 mmHg).

Gaz	masse moléculaire (g)	pression partielle (en Pa)	proportion volumique (%)
N ₂	28	78470	78,08
O ₂	32	21280	20,95
Ar	40	937,7	0,926
H ₂ O	18	de 600 à 3000	de 0,6 à 3
CO ₂	44	de 20 à 40	de 0,02 à 0,04
Ne	28	1,809	1,8 10 ⁻³
He	4	5,32 10 ⁻¹	5 10 ⁻⁴
CH ₄	16	2,1 10 ⁻¹	2 10 ⁻⁴
Kr	84	1,12 10 ⁻¹	10 ⁻⁴
H ₂	2	5,05 10 ⁻²	5 10 ⁻⁵
Xe	131	8,11 10 ⁻³	8 10 ⁻⁶
O ₃	48	2,02 10 ⁻³	2 10 ⁻⁶
CO	28	<1,7 10 ⁻³	<2 10 ⁻⁶

La masse de l'atmosphère représente 1033 g.cm⁻² (nous supportons en moyenne environ une demi-tonne sur nos épaules !).

2.3. Libre parcours moyen

Le libre parcours moyen est défini comme étant la distance moyenne que parcourt une molécule entre deux chocs successifs. Il dépend évidemment du nombre de molécules par unité de volume n (et donc de la pression P et de la température T), et de la section efficace de collisions que l'on peut déterminer par le diamètre effectif³ σ de la molécule :

$$\lambda = \frac{1}{\pi\sqrt{2}\sigma^2 n} = \frac{1}{\pi\sqrt{2}\sigma^2} \frac{kT}{P} \quad (10)$$

Pour l'air à 300 K, le libre parcours moyen est donné par :

$$\lambda_{(mm)} = 6,7 \cdot 10^{-2} / P_{(mbar)} = 5 \cdot 10^{-2} / P_{(torr)}$$

Il est de l'ordre de 0,07 μm à la pression atmosphérique, de 67 m à une pression de 10⁻⁶ mbar et de 670 km à 10⁻¹⁰ mbar ! (tableau 5). Cette variation a des conséquences non négligeables sur le régime d'écoulement et la conductibilité des gaz en fonction de la pression.

³ Ou diamètre de collision, c'est celui de la « sphère de protection » où aucune autre molécule ne peut pénétrer

Tableau 5 - Libre parcours moyen de quelques molécules à 300 K..

gaz	diamètre effectif σ (10^{-10} m)	vitesse moyenne v_m ($m.s^{-1}$)	$P.\lambda$ (mm.Pa)
N ₂	3,77	470	6,41
O ₂	3,75	440	7,1
air(*)	3,75	459	6,7
H ₂	2,74	1754	12,2
Ar	3,66	391	6,9
He	2,18	1234	19,2
Hg	5,10	176	3,5

(*) Valeurs moyennes

2.4. Régimes d'écoulement

Dans une canalisation de diamètre D, on peut distinguer différents états d'un gaz selon la pression (et donc le libre parcours moyen) :

- l'état visqueux à haute pression où les chocs entre les molécules sont très nombreux ($\lambda \ll D$),

- l'état raréfié (régime moléculaire) à très basse pression, où l'on peut considérer les molécules comme individuelles et sans interaction ($\lambda \gg D$).

L'état visqueux peut se diviser lui-même en plusieurs régimes d'écoulement : le régime turbulent à la pression atmosphérique, le régime laminaire où le gaz se déplace par couches parallèles et un régime transitoire (ou de Knudsen). La différence entre ces différents régimes (tableau 6) fait intervenir non seulement la pression mais aussi la nature du gaz, sa viscosité⁴, sa vitesse et les dimensions des canalisations. Elle peut être caractérisée par le nombre de Knudsen $K_n = \lambda/D$. Compte tenu de la relation entre λ et la pression (10), on peut écrire :

$$K_n = \frac{6,7}{P.D} \text{ (P en Pa et D en mm)} = \frac{510^{-2}}{P.D} \text{ (P en torr et D en mm)}$$

Dans la pratique, on peut admettre les limites suivantes pour de l'air sec à 300 K (figure 2) :

Écoulement visqueux : $K_n < 0,01$ (soit $P.D > 700$ Pa.mm et $D > 100\lambda$)

Écoulement transitoire : $0,01 < K_n < 1$

Écoulement moléculaire : $K_n > 1$ (soit $P.D < 7$ Pa.mm et $D < \lambda$)

⁴ La viscosité η d'un gaz dépend de la température T, de la masse molaire M du gaz et de son diamètre de collision σ : $\eta = 2,710^{-26} \frac{\sqrt{MT}}{\sigma}$ (Pa.s)

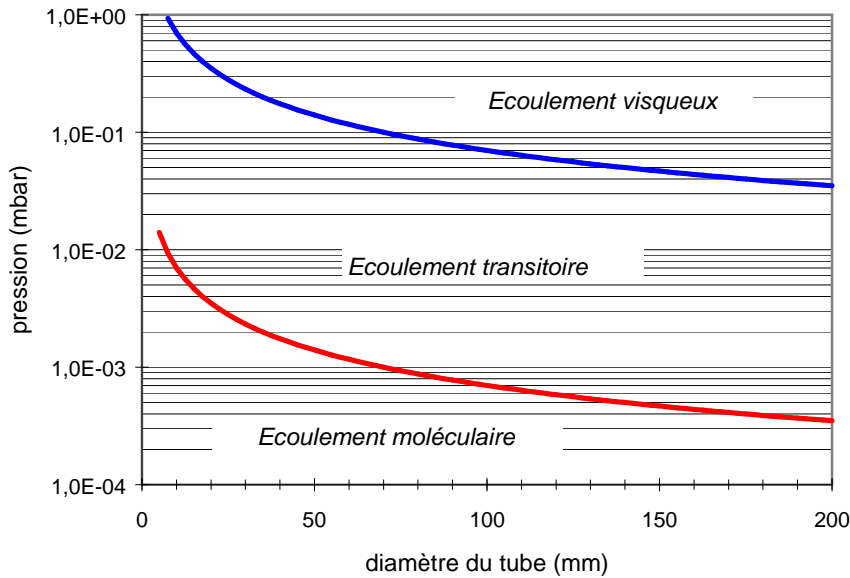


Figure 2 - Pressions limites d'écoulement en fonction du diamètre D du tube.

Tableau 6 - Limites des régimes d'écoulement (air sec, 300 K).

Pression (Pa)	domaine du vide	Etat du gaz	Régime d'écoulement
10^5 à 10^2	grossier	visqueux	turbulent
10^2 à 10^{-1}	moyen ou primaire		laminaire transitoire (Knudsen)
10^{-1} à 10^{-5}	poussé ou secondaire	raréfié	moléculaire
$<10^{-5}$	ultravide	ultra raréfié	phénomènes de surface

2.5. Notions de conductance

On définit le débit volumique Q_v comme étant le volume de gaz déplacé par unité de temps. Il s'exprime en $m^3.s^{-1}$ ou en $dm^3.s^{-1}$. Le débit massique μ est égal au produit du débit volumique par la masse volumique ρ ($\mu = Q_v.\rho$). Enfin, le flux gazeux Q est égal au produit du débit volumique par la pression. Cette grandeur (exprimée en $m^3.Pa.s^{-1}$ ou en $dm^3.mbar.s^{-1}$ ou en $dm^3.torr.s^{-1}$ etc.) est conservative.

Le flux gazeux Q qui s'écoule dans une canalisation soumise à une différence de pression ($p_1 - p_2$) (avec $p_1 > p_2$) est proportionnel à cette différence de pression. On peut introduire, par analogie avec la loi d'Ohm, la notion de conductance C :

$$C = \frac{Q}{p_1 - p_2} \quad (\text{en } m^3.s^{-1} \text{ ou litre}.s^{-1}) \quad (11)$$

Les règles d'association des conductances sont similaires à celles des conductances électriques :

- canalisations en série :
$$\frac{1}{C} = \sum_i \frac{1}{C_i} \quad (12)$$

- canalisations en parallèle :
$$C = \sum_i C_i \quad (13)$$

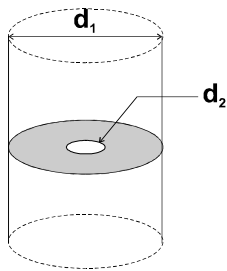
En régime laminaire, la conductance d'une canalisation dépend de ses caractéristiques géométriques (longueur, section, forme), mais aussi des pressions à ses extrémités. Ainsi pour une canalisation cylindrique de longueur L et de diamètre D, la conductance est donnée par :

$$C_{(\text{dm}^3.\text{s}^{-1})} = 1,36.10^{-4} \frac{D^4}{L} \frac{p_1 + p_2}{2} \quad (p \text{ en mbar, } D \text{ en mm et } L \text{ en m}) \quad (14)$$

En régime moléculaire, ce qui est le cas des enceintes des microscopes, le libre parcours moyen étant très supérieur aux dimensions de la colonne, le débit volume, donc la conductance, est indépendant de la différence de pression et de la viscosité du gaz. Le flux qui peut s'établir est donc uniquement lié à la différence du nombre de molécules (par échange statistique). La conductance ne dépend que des dimensions et de la forme de la canalisation. Pour une canalisation cylindrique de longueur L et de diamètre D, la conductance est alors donnée par :

$$C_{(\text{dm}^3.\text{s}^{-1})} = 1,2210^{-4} \frac{D^3}{L} \quad (D \text{ en mm et } L \text{ en m}) \quad (15)$$

La colonne d'un microscope électronique comporte de nombreux diaphragmes et limiteurs, ce qui correspond à un orifice de petit diamètre à l'intérieur d'un cylindre. Dans ce cas la conductance est donnée par :



$$C_{(\text{dm}^3.\text{s}^{-1})} = 0,0912 \frac{d_2^2}{1 - \left(\frac{d_2}{d_1}\right)^2} \quad (d_1 \text{ et } d_2 \text{ en mm}) \quad (16)$$

Lorsque d_2 est très petit devant d_1 , ce qui est souvent le cas dans la colonne, la conductance se réduit à $0,0912 d_2^2$. Pour un diaphragme de $100 \mu\text{m}$ de diamètre, la conductance est de l'ordre de $10^{-3} \text{ dm}^3.\text{s}^{-1}$ seulement. Une des conséquences sera de réduire les capacités de pompage. En effet, le débit volumique effectif Q_{eff} doit tenir compte du débit volumique réel de la pompe Q mais également de la conductance totale C , liée à la forme de l'enceinte (et éventuellement à celles des diverses canalisations annexes) :

$$\frac{1}{Q_{\text{eff}}} = \frac{1}{Q} + \frac{1}{C} \quad (17)$$

Pour maintenir un vide poussé dans l'ensemble de la colonne, il faudra donc multiplier les points de pompage le long de cette colonne. Par contre, on peut au contraire utiliser cette propriété pour obtenir un vide différentiel entre la colonne et la chambre objet d'un microscope environnemental (figure 3).

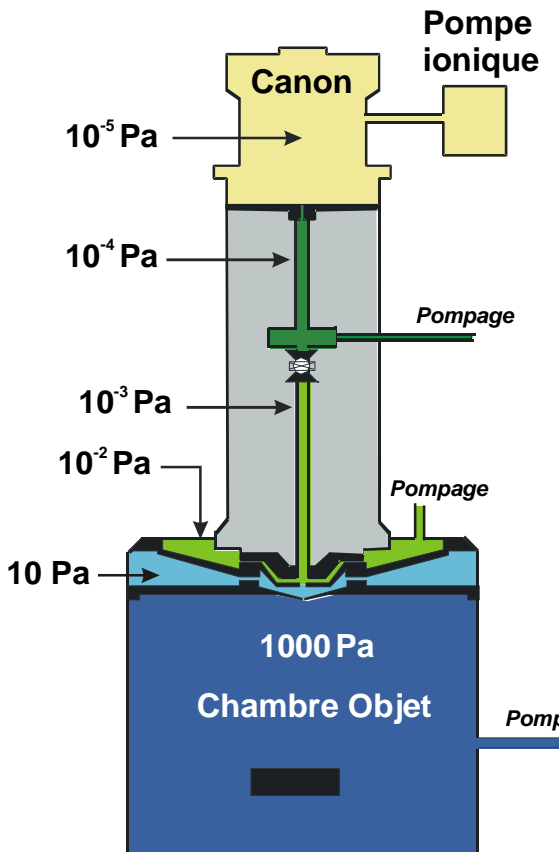


Figure 3 - Schéma de la colonne d'un microscope électronique à chambre environnementale. Les différents niveaux de vide sont obtenus par des diaphragmes de faibles dimensions.
(d'après un document Electroscan)

3. Les phénomènes de surface

3.1. La pression de vapeur saturante

Selon la température et la pression, les corps peuvent se présenter sous différents états : solide, liquide et gazeux (Figure 4). La fusion, l'évaporation et la sublimation sont des processus endothermiques, donc qui exigent la fourniture d'une certaine quantité d'énergie (chaleur latente). Si elle ne peut provenir de l'extérieur, cette énergie sera prise au système, ce qui provoquera une baisse de la température. Ainsi la détente d'un gaz est utilisée pour produire du froid.

A une température donnée, tout corps pur, solide ou liquide, est en équilibre avec lui-même à l'état gazeux à une certaine pression partielle P^* , dite « pression de vapeur saturante ». La variation de cette pression avec la température est assez bien représentée par la formule de Clapeyron (figure 5) :

$$\ln P^* = A - \frac{B}{T} \quad (18)$$

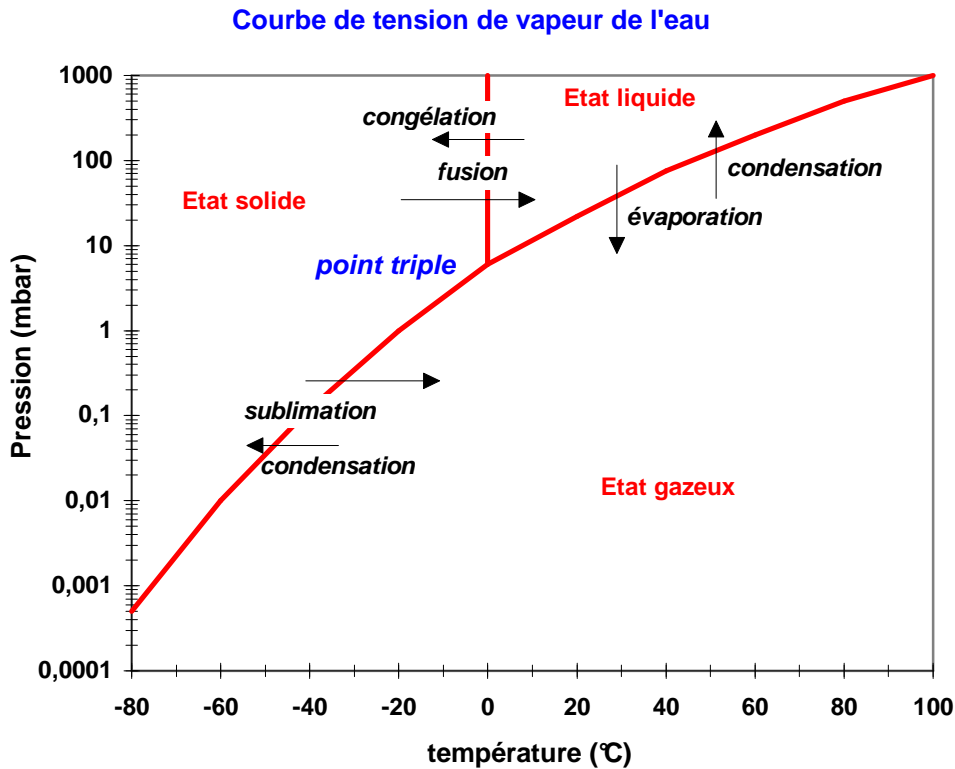


Figure 4 - Diagramme de phase de l'eau.

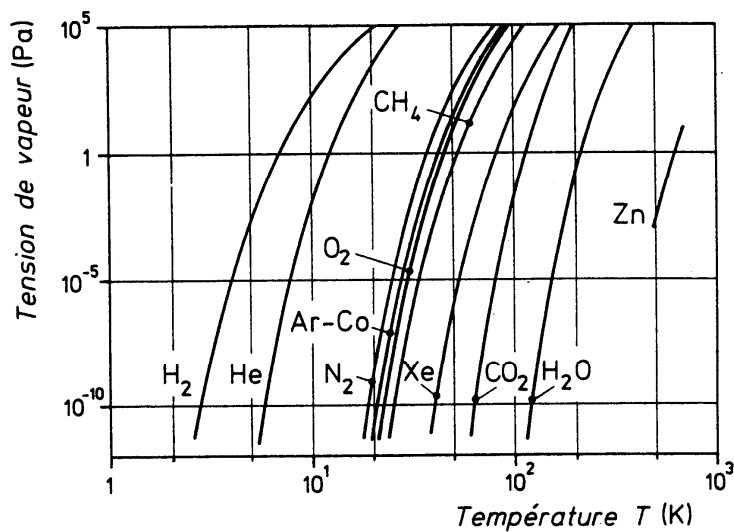


Figure 5 - Pression de vapeur saturante pour différents corps.

Si la pression partielle est inférieure à cette pression, il y aura évaporation ; dans le cas contraire, il y aura condensation. La température d'équilibre correspond à la température d'ébullition à la pression donnée. On peut ainsi dégazer un produit en le mettant sous vide (réduction du potentiel d'oxygène en métallurgie sous vide, déshydratation par lyophilisation, dégazage des parois du microscope, de l'échantillon etc.). Certaines techniques de pompage (pompage cryogénique, pièges froids) utilisent des parois suffisamment refroidies pour que la pression de l'enceinte, même très faible, soit supérieure à la pression de vapeur saturante d'un des constituants gazeux, entraînant ainsi sa condensation et donc sa disparition du mélange

gazeux. Ce procédé est utilisé également pour réduire la teneur en vapeur d'huile de pompes des enceintes des microscopes électroniques (pièges froids ou anticontamination).

3.2. Interactions avec la surface

La nature des interactions d'une molécule gazeuse et d'une paroi solide dépend de la nature de la molécule et de la surface, ainsi que de la température. La molécule peut être simplement réfléchiée par la surface ou s'y fixer (sorption). Dans le cas de la réflexion, la molécule vient heurter la surface, y reste un court instant (« temps de séjour ») puis, est réémise de façon aléatoire et diffuse selon la loi de Lambert (loi en cosinus, figure 6).



Figure 6 - Réflexion d'une molécule sur une paroi fixe. : $n_{\alpha} = n_0 \cdot \cos \alpha$.

Bien que très bref, ce temps de séjour peut permettre la formation d'une monocouche moléculaire permanente en surface (environ 10^{14} molécules/cm²). Le temps τ nécessaire à cette formation dépend du flux moléculaire ν (et donc de la pression et de la température, Cf. formule 8) et du diamètre effectif des molécules σ :

$$\tau = \frac{1}{\nu \sigma^2} = \frac{\sqrt{2\pi}}{n \sigma^2} \sqrt{\frac{m}{kT}} \quad (\text{sec}) \quad (19)$$

avec n la densité moléculaire ($n = 7,244 \cdot 10^{24} \text{ P/T mbar} \cdot \text{K}^{-1}$) et σ le diamètre effectif de la molécule (Cf. tableau 5). Pour l'azote sec à 300 K, le temps de formation d'une monocouche est de $2,4 \cdot 10^{-9}$ sec à la pression atmosphérique et de 2,4 sec pour une pression de 10^{-6} mbar (tableau 7).

Tableau 7 - temps de formation d'une monocouche pour l'azote sec.

Pression		densité moléculaire (molécules.cm ⁻³)	Libre parcours moyen (m)	temps de formation d'une monocouche (sec)
Pa	Torr			
$1,013 \cdot 10^5$	760	$2,5 \cdot 10^{19}$	$6,3 \cdot 10^{-8}$	$2,4 \cdot 10^{-9}$
$1,33 \cdot 10^2$	1	$3,3 \cdot 10^{16}$	$4,8 \cdot 10^{-5}$	$1,8 \cdot 10^{-6}$
1	$7,5 \cdot 10^{-3}$	$2,47 \cdot 10^{14}$	$6,4 \cdot 10^{-3}$	$2,4 \cdot 10^{-4}$
$1 \cdot 10^{-4}$	$7,5 \cdot 10^{-7}$	$2,47 \cdot 10^{10}$	64	2,4
$1 \cdot 10^{-7}$	$7,5 \cdot 10^{-10}$	$2,47 \cdot 10^7$	$6,4 \cdot 10^4$	$2,4 \cdot 10^3$ (40mn)
$1 \cdot 10^{-10}$	$7,5 \cdot 10^{-13}$	$2,47 \cdot 10^4$	$6,4 \cdot 10^7$	$2,4 \cdot 10^6$ (27 jours)
$1 \cdot 10^{-13}$	$7,5 \cdot 10^{-16}$	24,7	$6,4 \cdot 10^{10}$	$2,4 \cdot 10^9$ (75 ans)

En microscopie Auger où l'on cherche à analyser des surfaces fraîchement créées sous vide par fracturation, le vide doit au moins être de l'ordre de 10^{-7} Pa (10^{-9} mbar ou $7,5 \cdot 10^{-10}$ torr) pour pouvoir les observer assez longtemps avant qu'elles ne soient polluées.

Lorsque la molécule (le « sorbat ») se fixe en surface (le « sorbant »), il y a « sorption ». On distingue *l'adsorption*, où la molécule reste piégée en surface (on parle d'adatom ou d'admolécule) et *l'absorption* où la molécule pénètre et diffuse en volume.

L'adsorption peut faire intervenir soit de simples forces de Van der Waals de faible intensité ($<8 \text{ kcal.mol}^{-1}$) (physisorption), soit une véritable liaison chimique (plusieurs centaines de kcal/mol) (chimisorption). Par migration et diffusion superficielle, on peut former une monocouche ($10^{14} \text{ molécules.cm}^{-2}$). *L'adsorption* croît avec la pression mais diminue avec la température.

Dans le cas de *l'absorption*, il y a d'abord dissolution puis diffusion. Cette propriété est utilisée pour absorber certains gaz ou vapeurs dans une enceinte. Ces absorbants sont caractérisés par leur surface spécifique, c'est-à-dire la surface réelle d'absorption par unité de masse. On peut citer :

- les charbons actifs, réalisés à partir de bois de pin ou de coquille de noix de coco, et qui présentent, grâce à une très forte porosité, une surface spécifique importante ($1000 \text{ à } 1700 \text{ m}^2.\text{g}^{-1}$),
- les zéolithes (ou tamis moléculaire), qui sont des aluminosilicates doubles ; peu efficaces pour les très grosses molécules d'huile, elles offrent une surface spécifique moyenne ($500 \text{ m}^2.\text{g}^{-1}$),
- le silicagel (gel de silice déshydraté) est utilisé comme desséchant (surface spécifique : $700 \text{ à } 800 \text{ m}^2.\text{g}^{-1}$).

A l'inverse, lors de la mise sous vide, les molécules adsorbées ou absorbées peuvent être réémises et limiter ainsi les capacités de pompage, c'est la *désorption* ou le *dégazage*. Le taux de désorption est indépendant de la pression mais augmente très fortement avec la température. Il dépend également de l'état de surface de la paroi.

Le phénomène de désorption limite les capacités de pompage. La pression limite P que l'on peut obtenir dépend du débit-volume q_v (en $\text{m}^3.\text{s}^{-1}$) de la pompe, du taux de désorption Q_{GU} et de la surface S.

$$P = \frac{Q_{GU}}{q_v} S \quad (20)$$

En ultravide, pour accélérer le dégazage (essentiellement de H_2O), on chauffe les parois de l'enceinte jusqu'à des températures de 300°C (étuvage)⁵.

Les molécules de gaz peuvent traverser une paroi (phénomène de perméation) soit par diffusion simple, soit par diffusion capillaire (« transporisation »).

3.3. En résumé...

La figure 7 résume les principales caractéristiques physiques d'un gaz liées à la pression.

⁵ Dans le cas de joints polymères, la température d'étuvage doit naturellement être plus faible !

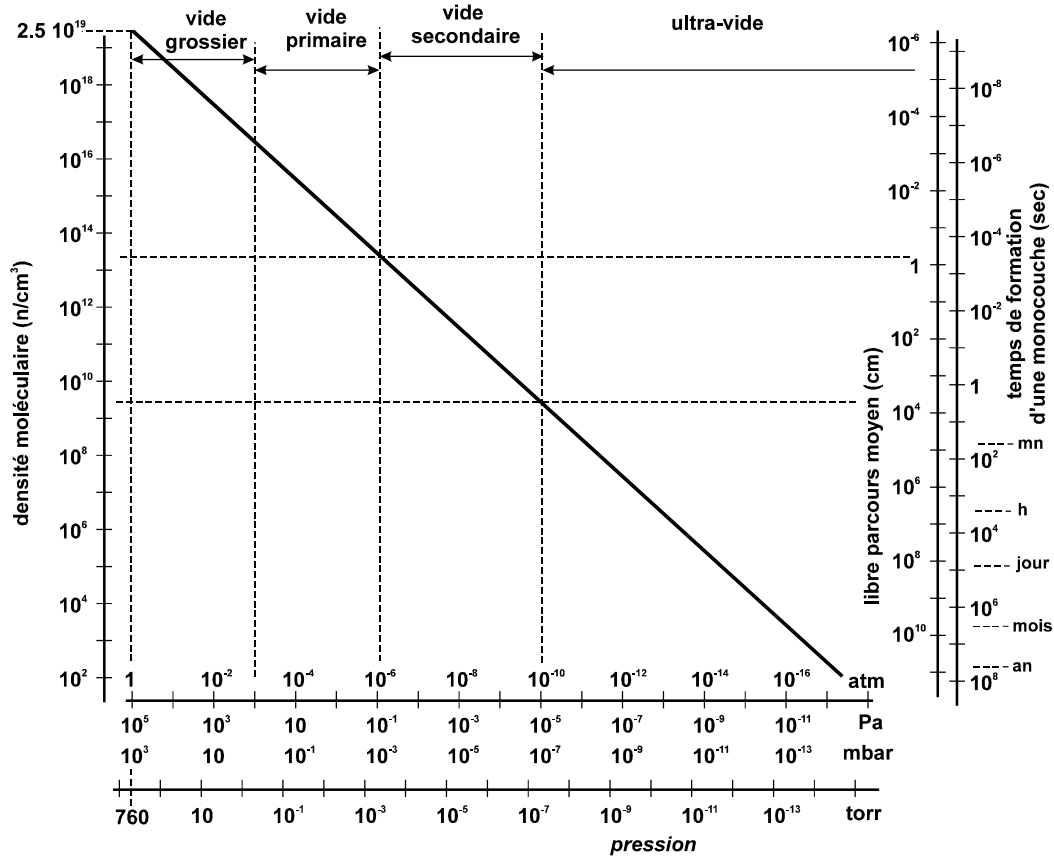


Figure 7 - Schéma récapitulatif des différentes grandeurs associées à la pression.

La figure 8 résume les exigences de pression nécessaires dans un microscope électronique à balayage, selon le type de l'instrument, ainsi que les différents phénomènes physiques qui interviennent.

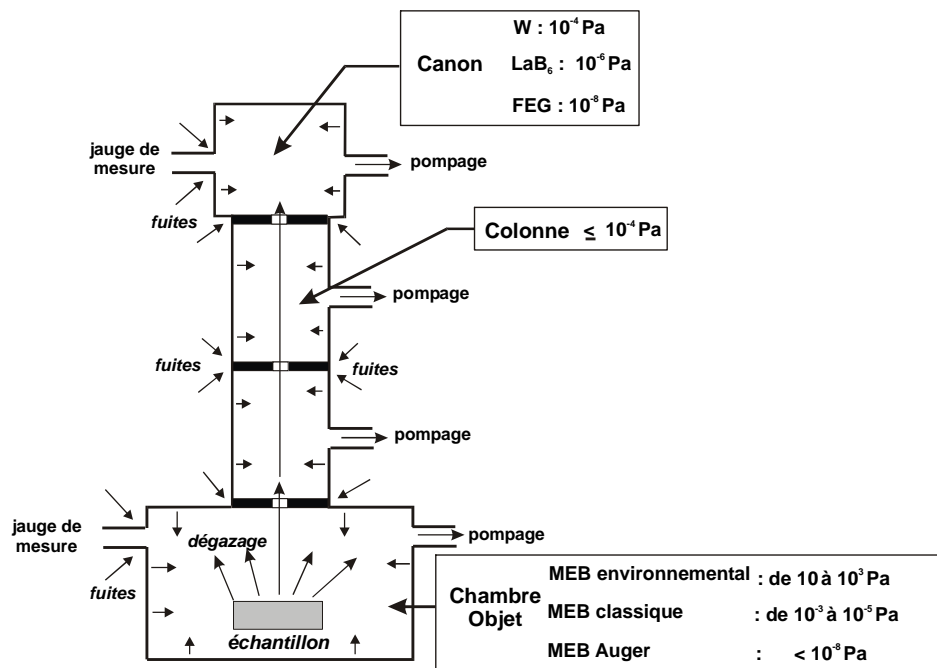


Figure 8 - Schéma simplifié d'un microscope électronique à balayage, et indication des niveaux de vide (en Pa) nécessaires selon le type du microscope.

Il faut tenir compte également du vide différentiel introduit par les différents diaphragmes ou limiteurs placés dans la colonne, des phénomènes de dégazage des parois du microscope et surtout de l'échantillon, ainsi que des fuites, même infimes, au niveau des joints d'isolation des éléments de la colonne et des accessoires (jauges à vide).

Voyons maintenant de quelles manières on peut obtenir ces faibles pressions.

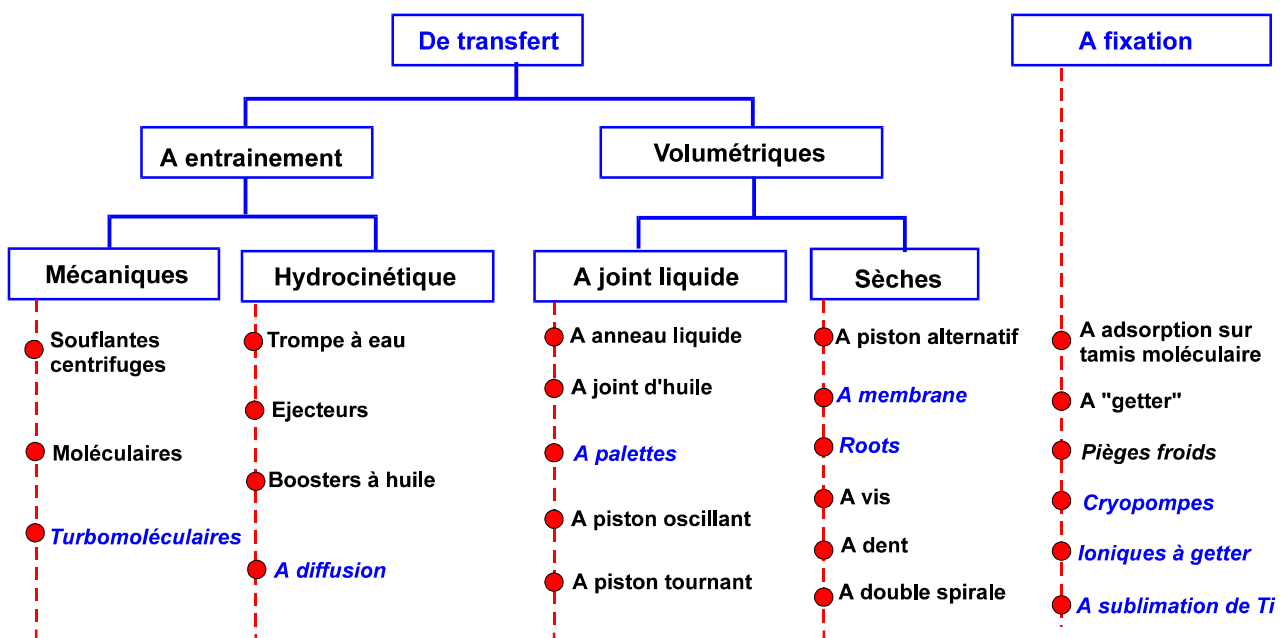
4. Les différents types de pompes

4.1. Généralités

En pratique, les pressions recherchées vont de 10^5 Pa à 10^{-10} Pa. On peut distinguer :

- le vide grossier, de 10^5 à 10^2 Pa (750 à 1 torr)⁶
- le vide moyen (ou primaire), de 10^2 à 10^{-1} Pa (1 à 10^{-3} torr)
- le vide poussé (ou secondaire), de 10^{-1} à 10^{-5} Pa (10^{-3} à 10^{-7} torr)
- l'ultravide, $<10^{-5}$ Pa ($<10^{-7}$ torr)

Une pompe pouvant fonctionner dès la pression atmosphérique est dite « primaire », et « secondaire » lorsqu'elle nécessite un vide moyen pour s'amorcer. Lorsque le gaz est aspiré, comprimé puis refoulé, la pompe est dite « d'extraction » ou de « transfert » (par compression et réduction de volume ou par compression et entraînement moléculaire). Certaines pompes utilisent les propriétés de sorption ou de condensation, ce sont les pompes à fixation. Le synoptique suivant résume les principaux moyens de pompage utilisés.



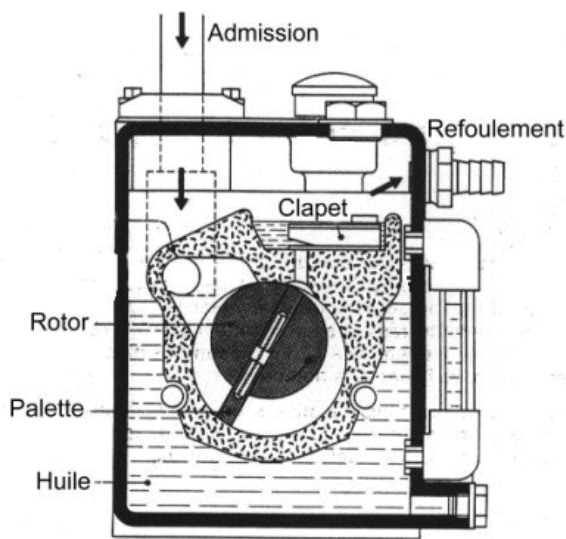
Les différents types de pompes

⁶ Ces limites ne sont qu'approximatives et on peut ainsi assimiler mbar et torr

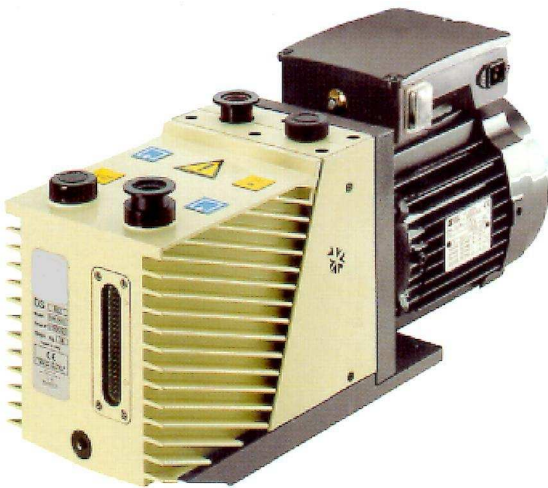
Une pompe sera caractérisée par sa pression d'amorçage, son vide limite, son débit volumique (exprimé en $\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$, $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$, $\text{dm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ ou $\text{m}^3 \cdot \text{mn}^{-1}$) et son taux de compression dans le cas des pompes d'extraction.

4.2. Les pompes volumétriques

Appelée également « pompe à palettes », la pompe volumétrique rotative est constituée d'un stator cylindrique, d'un rotor excentré sur lequel se trouvent deux palettes coulissantes, d'une vanne d'admission reliée à l'enceinte et d'une vanne de refoulement munie d'une soupape (figure 9). Un ressort intérieur applique l'extrémité des palettes sur la surface intérieure du stator. Un film d'huile assure l'étanchéité et limite les fuites. Le vide limite peut atteindre 0,5 Pa (et même 0,05 Pa dans le cas des pompes à 2 étages). Le débit volumique est assez important, de 0,5 à $70 \text{ dm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$. Certaines pompes peuvent être munies de plus de 2 palettes.



(a) Schéma de principe.



(b) Aspect extérieur d'une pompe à palette.

Figure 9 - La pompe volumétrique à palettes.

L'air contient généralement des vapeurs condensables et en particulier de la vapeur d'eau ; lorsque dans la chambre de compression, la pression devient égale à la pression de vapeur saturante, il y a condensation et la pression limite est alors incapable de soulever la soupape de refoulement. Pour remédier à ce problème, on introduit dans la chambre de compression une certaine quantité d'air qui permettra d'atteindre la pression d'ouverture sans

qu'il y ait condensation, c'est le « lest d'air ». La présence d'un film d'huile à l'intérieur de la pompe à palettes provoque une rétrodiffusion de vapeurs d'huile vers l'enceinte. C'est la source principale de la contamination que l'on observe dans les microscopes électroniques. Il existe cependant des pompes primaires sèches n'utilisant donc aucun fluide : les pompes à membranes et les pompes « Roots » en particulier (Figure 10). Les premières ont des débits très faibles ($5 \text{ dm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ maximum et une pression limite de 100 Pa) et sont généralement associées aux pompes à fixation. Les secondes sont beaucoup plus performantes mais pour un coût très élevé.

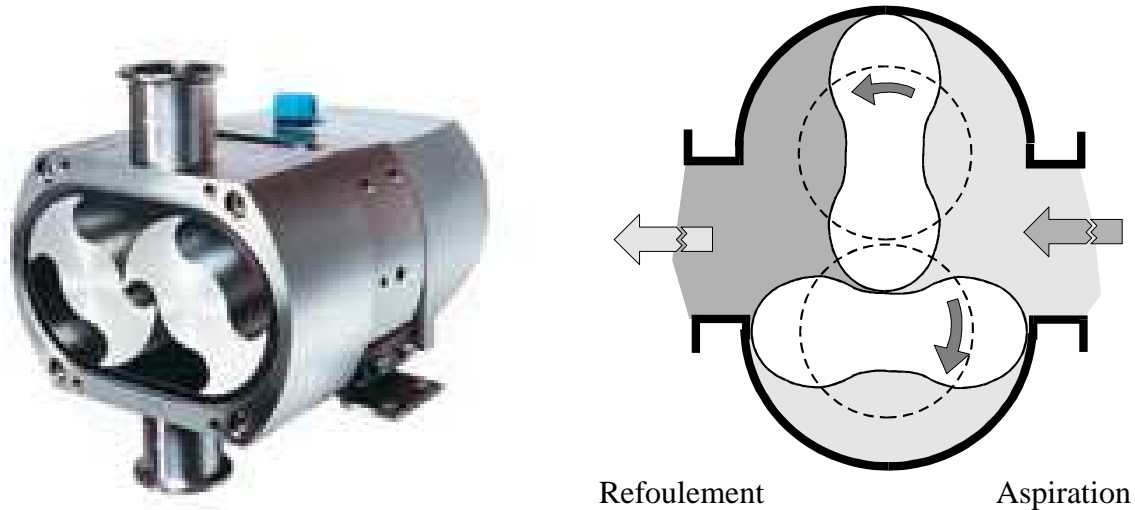


Figure 10 - Schéma d'une pompe Roots.

4.3. Les pompes à entraînement

Deux types de pompes à entraînement sont utilisés en microscopie : les pompes à diffusion d'huile et les pompes turbomoléculaires.

4.3.1. Les pompes à diffusion d'huile

Une pompe à diffusion d'huile (Figure 11) est constituée d'un cylindre métallique (le corps de pompe) refroidi extérieurement par une circulation d'eau et contenant une série de tubes coaxiaux de hauteurs décroissantes à partir du centre (les collecteurs) ; ces collecteurs sont surmontés d'un chapeau formant tuyère. Le fond de la pompe, rempli d'une huile spéciale, est muni d'un élément chauffant. Cette huile possède une masse molaire élevée (> 250), une très faible pression de vapeur saturante à température ambiante (10^{-5} Pa) mais assez élevée à 200°C (10^2 Pa). Sous l'action de la chaufferette, l'huile est vaporisée, monte dans les collecteurs et se trouve projetée à des vitesses supersoniques par les tuyères vers la paroi. Sur la paroi refroidie, l'huile se condense et coule vers le bas où elle se vaporise de nouveau dans un cycle continu. Durant son trajet, elle entraîne avec elle vers le bas les molécules du gaz à pomper (aspiration). Ce gaz est libéré lors de la re-vaporisation de l'huile et extrait par une pompe primaire (refoulement).

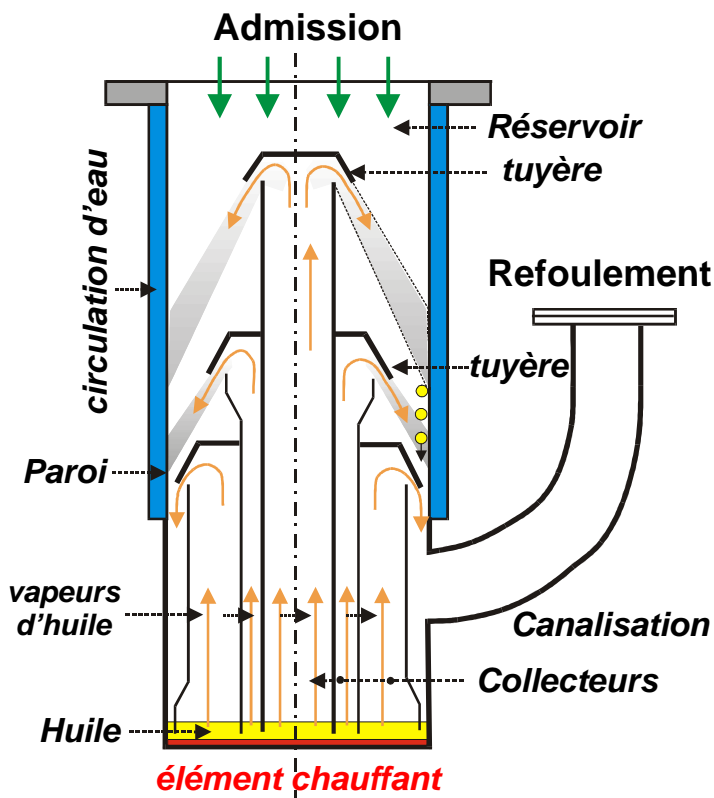


Figure 11 - Schéma d'une pompe à diffusion d'huile.

Ces pompes se caractérisent par un débit volumique important qui dépend directement de la taille de la pompe. Pour des pompes de dimensions standard (100 mm de diamètre) le débit volume est de l'ordre de $250 \text{ dm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$; il peut atteindre $10000 \text{ dm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ pour les plus grandes. Ces pompes ne peuvent fonctionner à partir de la pression atmosphérique (pompe secondaire). La pression d'amorçage est de l'ordre de 30 à 50 Pa et sera obtenue à l'aide d'une pompe primaire. La pression limite est de l'ordre de $2 \cdot 10^{-5} \text{ Pa}$ ($2 \cdot 10^{-7} \text{ mbar}$). En utilisant des huiles spéciales, on peut les utiliser en ultravide (vide limite de 10^{-7} à 10^{-9} Pa).

Malgré la direction des tuyères, une faible fraction des vapeurs d'huile est dirigée vers le haut et peut polluer l'enceinte. Ce phénomène de rétrodiffusion d'huile est l'une des principales sources de contamination des microscopes électroniques, avec les vapeurs d'huile en provenance de la pompe primaire. Sous l'effet du faisceau électronique, les macromolécules d'huile se « cassent » (« cracking ») et un dépôt de carbone se forme aussi bien dans la colonne du microscope que sur l'échantillon. Pour réduire ce phénomène, on place au-dessus de la pompe un piège destiné à arrêter ces vapeurs. Ce piège (baffle) est généralement constitué par des chevrons optiquement étanches et refroidis soit à l'eau soit à l'azote liquide. L'efficacité n'est pas absolue et on complète souvent ce dispositif par d'autres pièges froids à l'intérieur de l'enceinte, à proximité de l'échantillon lui-même.

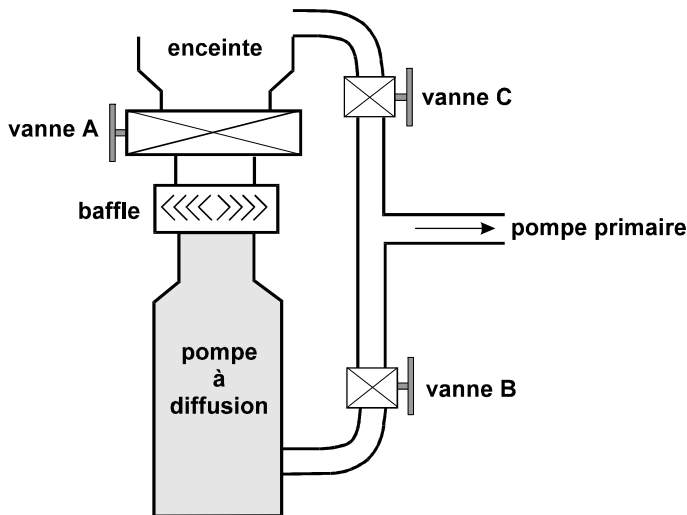


Figure 12 - Schéma de montage d'une pompe à diffusion d'huile, et mise en œuvre du groupe de pompage.

Vanne A : vanne d'isolation enceinte - pompe secondaire.

Vanne B : vanne d'isolation pompe secondaire - pompe primaire.

Vanne C : vanne d'isolation enceinte - pompe primaire.

Baffle : dispositif anti-rétrodiffusion.

La mise en œuvre de la pompe à diffusion d'huile se fait en plusieurs étapes :

- 1 - vannes A et C fermées, on ouvre B et on fait le vide primaire dans le corps de pompe, avant de mettre celle-ci en chauffe,
- 2 - on ferme la vanne B et on ouvre la vanne C pour faire le vide dans l'enceinte,
- 3 - une fois la pression d'amorçage atteinte, on ferme C, on ouvre B puis enfin A

4.3.2. Les pompes turbomoléculaires

Bien que leur principe soit connu depuis plus d'un siècle, leur utilisation est assez récente (1960). Les pompes turbomoléculaires ressemblent à des turbocompresseurs axiaux mais avec un profilage des aubes différent. L'absence d'huile et donc de rétrodiffusion a favorisé leur pénétration dans les groupes de pompage des microscopes électroniques depuis quelques années. L'absence éventuelle d'alimentation en eau est également un avantage. Cependant, les risques de vibration, leur coût ainsi que la fragilité apparente de ces pompes en limite encore leur emploi.

Une pompe turbomoléculaire (figure 13) est constituée d'un rotor muni d'aubes (disques à ailettes inclinées) insérées dans des aubes fixes, inclinées dans l'autre sens. La vitesse de rotation élevée des aubes (jusqu'à $70\,000\text{ tr.mn}^{-1}$) et leur profilage entraînent les molécules de gaz vers la canalisation de refoulement, reliée à une pompe primaire. Il faut pour cela atteindre des vitesses de rotation voisine de celle des molécules, soit plusieurs centaines de m.s^{-1} aux extrémités des aubes. Le temps de séjour (par adsorption-désorption) doit être bref. Le taux de compression atteint est considérable mais diffère selon les molécules. Les molécules légères comme l'hydrogène sont en effet moins bien pompées que les molécules lourdes (taux de compression de 10^3 pour H_2 , 10^{12} pour N_2 et 10^{36} pour une masse molaire de 250). Le débit volume est assez grand (quoique plus faible à taille égale que celui d'une pompe à diffusion d'huile) et dépend également de la taille de la pompe. Il peut varier de 100 à $3000\text{ dm}^3.\text{s}^{-1}$. La pression d'amorçage est de l'ordre de $0,1\text{ Pa}$ mais il n'est pas nécessaire d'isoler la pompe de l'enceinte à la pression atmosphérique, ce qui simplifie le montage. La pression limite peut atteindre 10^{-10} Pa (10^{-12} mbar). En fonctionnement, cette pompe est un barrage efficace à la rétrodiffusion. Par contre à l'arrêt, elle doit être remise à la pression atmosphérique pour éviter les remontées d'huile en provenance de la pompe primaire par rétrodiffusion.

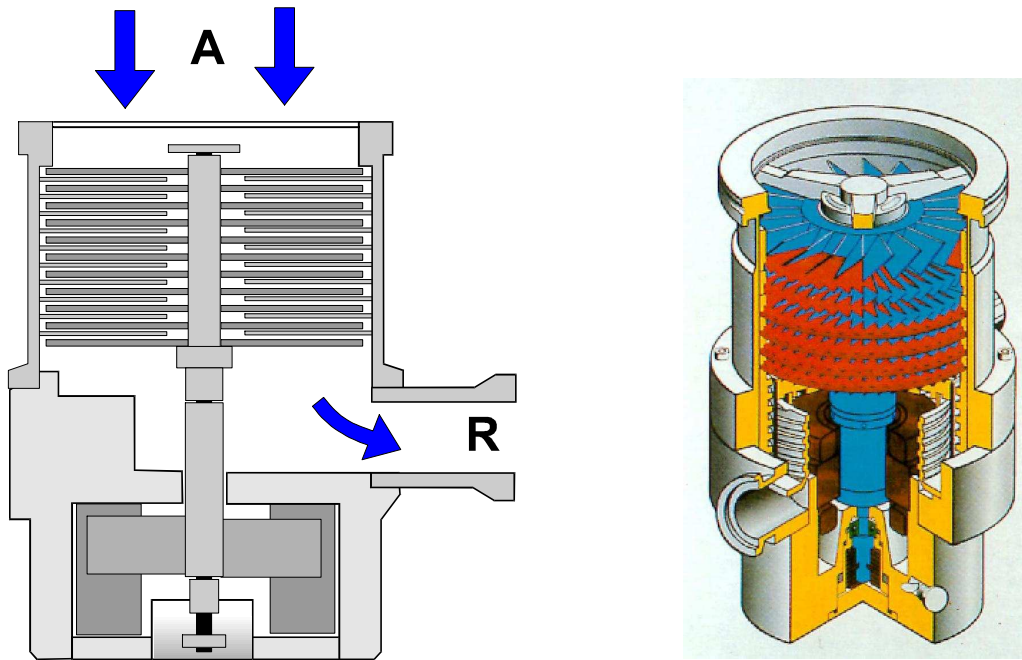
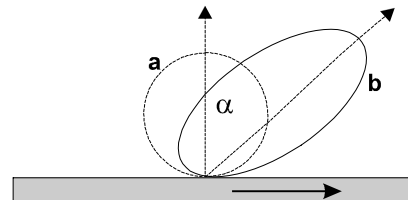


Figure 13 - Schéma de principe d'une pompe turbomoléculaire.

A : admission
R : refoulement



Distribution des directions de réflexion d'une molécule sur une paroi :
-a : fixe -b : en mouvement

4.4. Les pompes à fixation

Il existe des pompes primaires utilisant les propriétés de sorption des zéolithes (Cf. § 3.3), mais qui ne sont utilisées généralement qu'en complément d'autres pompes, en particulier pour l'adsorption de certains gaz (légers en particulier).

4.4.1. Les pompes à sorption

Ces pompes primaires sont constituées d'une enceinte contenant un matériau de forte surface spécifique (charbon actif, zéolithes...). Elles sont régénérées partiellement par chauffage (250°C sous atmosphère). Elles possèdent un faible débit-volume (2 à $3 \text{ dm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$) et sont utilisables pour des enceintes de faible volume (30 à $50 \text{ dm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$).

4.4.2. La pompe à sublimation de titane

La pompe à sublimation de titane utilise le phénomène de chimisorption, c'est-à-dire l'adsorption des molécules du gaz par une surface recouverte d'une couche de titane qui possède une forte activité chimique avec certains gaz, comme l'oxygène (avec formation d'oxydes), l'azote (nitrures) et l'hydrogène (dont la solubilité est très élevée, jusqu'à 1 %). Ce mécanisme n'est valable uniquement que pour des gaz chimiquement actifs.

La couche de titane est renouvelée régulièrement par évaporation sous vide (filament de W ou évaporation par bombardement électronique). La surface de l'enceinte est refroidie à l'air, à l'eau ou à l'azote liquide.

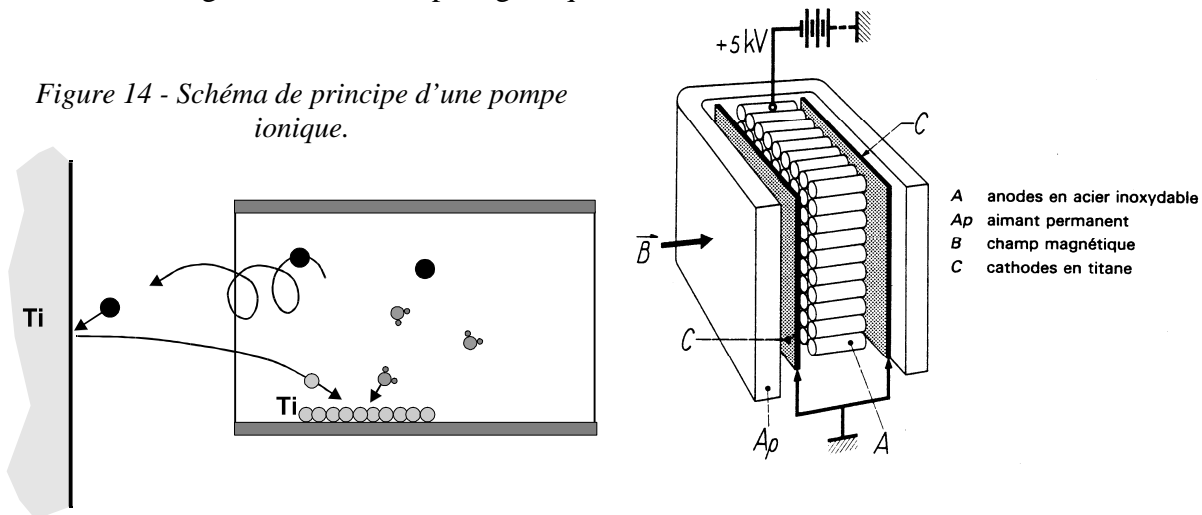
Le débit-volume, pour un puits de sublimation Ti de diamètre 300 mm et 450 mm de hauteur (soit un volume de 32 dm^3) est de $3 \cdot 10^3 \text{ dm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ (refroidissement air) et de $5 \cdot 10^3 \text{ dm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ (refroidissement à l'azote liquide).

4.4.3. La pompe ionique

La pompe ionique, comme la pompe à sublimation de titane, est basée sur les propriétés de chimisorption du titane. Dans la pompe ionique, il y a d'abord ionisation, puis pulvérisation du titane qui forme le dépôt actif alors que dans la pompe à sublimation, ce dépôt est obtenu par sublimation thermique.

Une pompe ionique est constituée d'une anode (polarisation +5000 volts) réalisée par un assemblage de tubes en acier inoxydable et de deux cathodes en titane (figure 14). L'ensemble baigne dans un champ magnétique axial.

Figure 14 - Schéma de principe d'une pompe ionique.



A faible pression, le gaz est rendu conducteur et s'ionise. Le mouvement des électrons et des ions est allongé (trajectoire spiralée) sous l'effet du champ magnétique, ce qui amplifie les ionisations par chocs. Les cathodes en titane subissent un bombardement ionique qui provoque une pulvérisation cathodique. Le titane vient se déposer sur les parois des tubes en acier et forme un revêtement adsorbant par chimisorption. La pompe ionique a un débit volumique faible (quelques $\text{dm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$) et possède un rendement très variable selon la nature du gaz ; elle est peu efficace pour des gaz neutres (He, Ne, A... environ $0,1$ à $0,01 \text{ dm}^3 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$) en raison de leur faible efficacité d'ionisation due à un potentiel d'ionisation élevé ; par contre elle est particulièrement bien adaptée au pompage de l'hydrogène (de l'ordre de $3 \text{ dm}^3 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$). Elle ne se régénère pas et sa durée de vie dépend de la pression de travail (c'est à dire du flux moléculaire et donc de la pulvérisation de la cathode) : de quelques semaines à 10^{-3} Pa à plusieurs années en dessous de 10^{-6} Pa .

4.4.4. La pompe cryogénique

Le pompage cryogénique utilise les propriétés de la paroi froide. Si dans une enceinte la pression partielle d'un gaz est supérieure à la pression de vapeur saturante à la température de la paroi, ce gaz va se condenser sur la paroi jusqu'à ce que les pressions s'équilibrent. A la température de l'hélium liquide (4,2 K) tous les gaz (sauf l'hydrogène) ont une pression de vapeur saturante inférieure à 10^{-11} Pa (10^{-13} mbar). On réalise une pompe cryogénique à l'aide d'une surface absorbante refroidie à l'hélium liquide.

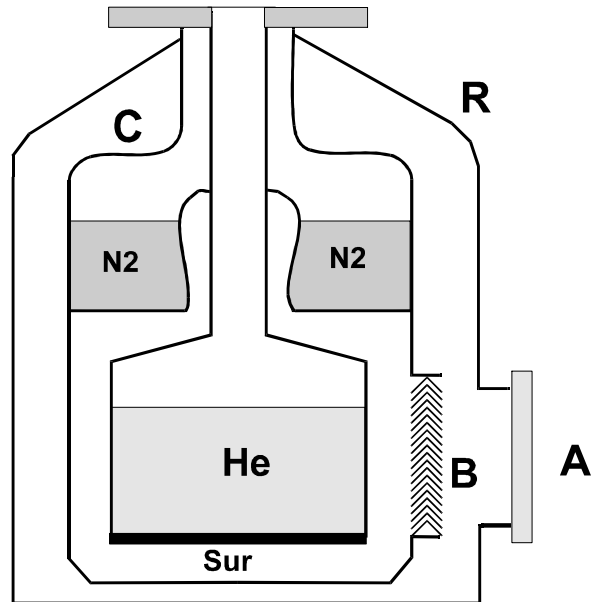
La pression limite P_L dépend des températures respectives T_1 et T_2 de l'enceinte et de la paroi froide et de la pression de vapeur saturante P_S :

$$P_L = P_s \sqrt{\frac{T_1}{T_2}} \quad (21)$$

Compte tenu du coût élevé de l'hélium liquide, on réduit les pertes en refroidissant les parois de la pompe avec de l'azote liquide (figure 15). Les capacités de pompage étant faibles pour l'hydrogène et nulle pour l'hélium, on ajoute des charbons actifs.

Figure 15 - Pompe cryogénique à bain d'hélium.

- A : aspiration
- N2 : azote liquide (77 K)
- He : hélium liquide (4 K)
- Sur : surface absorbante
- B : baffle
- C : paroi refroidie à l'azote liquide
- R : réservoir à température ambiante



Le débit volume est relativement élevé :

$$q_v = 1,15 \cdot 10^3 A \sqrt{\frac{T}{M}} \quad (\text{en } \text{dm}^3 \cdot \text{s}^{-1}) \quad (22)$$

Avec A la surface absorbante (en m²), T la température de la surface (en K) et M la masse molaire du gaz absorbante (en kg).

En réalité, ce type de pompe est peu utilisé et l'on rencontre plutôt des pompes à cryoréfrigérateur. Ces pompes (figure 16) utilisent le même principe que les réfrigérateurs : elles sont constituées d'un compresseur qui comprime de l'hélium, d'un échangeur pour éliminer les calories dues à la compression, d'un détendeur pour refroidir le gaz et d'un échangeur froid pour le pompage. Les cryoréfrigérateurs sont à deux étages, le premier à 77 K le second à 20 K.

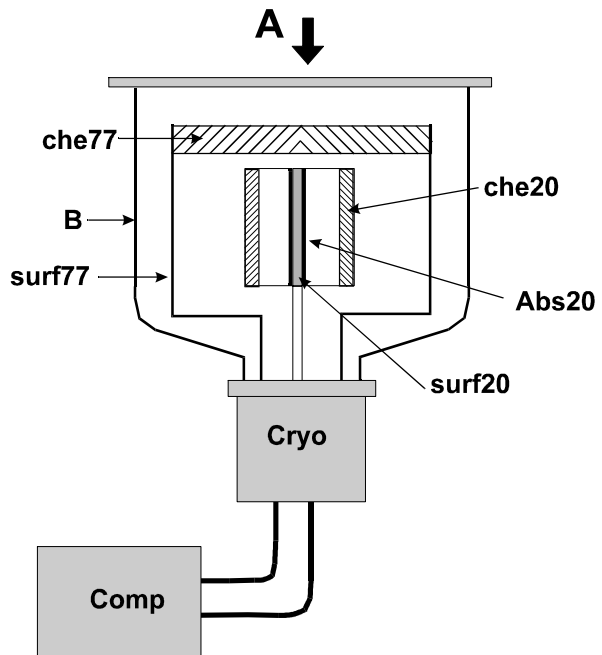
La mise en route de ces pompes est longue (plusieurs heures), le temps d'atteindre la température désirée. Les débits volumiques sont sélectifs mais peuvent être très importants (plusieurs milliers de dm³.s⁻¹) :

$$\begin{aligned} \text{Ar} &: 5 \cdot 10^7 \text{ Pa} \cdot \text{dm}^3 \\ \text{H}_2 &: 3 \cdot 10^5 \text{ Pa} \cdot \text{dm}^3 \\ \text{He} &: 3 \cdot 10^3 \text{ Pa} \cdot \text{dm}^3 \end{aligned}$$

Elles ont une capacité de pompage limitée (quoique élevée) et doivent être régénérées régulièrement par réchauffage.

Figure 16 - Pompe à cryoréfrigérateur.

- A : aspiration
- B : enceinte à température ambiante
- Comp : compresseur
- Cryo : cryogénérateur
- surf77 : surface à 77K
- che77 : chevrons à 77 K
- surf20 : surface à 20 K
- che20 : chevrons à 20 K
- Abs20 : absorbant à 20 K



5. Mesure du vide

On peut distinguer deux types de manomètres, les manomètres mécaniques (le plus souvent destinés à la mesure du vide primaire) et les jauges électriques, destinées au vide secondaire et à l'ultravide.

5.1. Les manomètres mécaniques

Une différence de pression pouvant entraîner une déformation mécanique, on peut utiliser cette déformation, soit directement (de type « bourdon » ou « à capsule anéroïde »), soit indirectement par une variation de capacité (« à capacitance ») ou de résistivité électrique (« à jauge de contrainte ») pour mesurer la pression dans l'enceinte. Le tableau 8 résume les caractéristiques essentielles de ces manomètres.

Tableau 8 - Manomètres mécaniques.

Type	gamme de pression	principe	caractéristiques
bourdon	1000 à 10 mbar	déformation d'un tube	- dépend de la pression atmosphérique
capsule anéroïde	1000 à 0,5 mbar	déformation d'une capsule	- indépendante de la pression atmosphérique et du gaz
capacitance	1000 à 10^{-6} mbar	variation de la capacité d'un condensateur	- indépendante de la pression atmosphérique et du gaz
jauge de contrainte	1000 à 1 mbar	modification de la résistance électrique	- indépendante de gaz

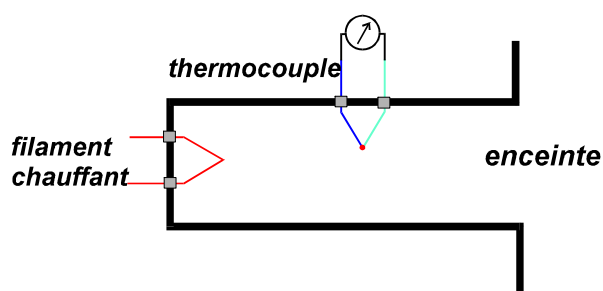
5.2. Les jauges électriques

Ces jauges utilisent les propriétés de conductibilité thermique ou électrique des gaz sous faible pression et, de ce fait, ne peuvent fonctionner à la pression atmosphérique. Elles sont destinées à la mesure des vides secondaires et de l'ultravide.

5.2.1. Jauges à « thermocouple »

Un thermocouple est placé à proximité d'une sonde de température (figure 17). La conductivité thermique du gaz dépend directement de la pression. La différence de potentiel mesurée aux bornes du thermocouple est convertie en indication de pression. La gamme de pression va de 5 à 10^{-3} mbar. La mesure est fonction de la nature du gaz.

Figure 17 - Jauge de mesure à thermocouple.



5.2.2. Jauge de type « Pirani »

Un filament chauffant possède une résistance électrique dont la valeur dépend de la température. A pression élevée, elle est correctement refroidie, mais lorsque la pression diminue, le refroidissement diminue et la résistance varie. On la mesure à l'aide d'un pont de Wheatstone (figure 18).

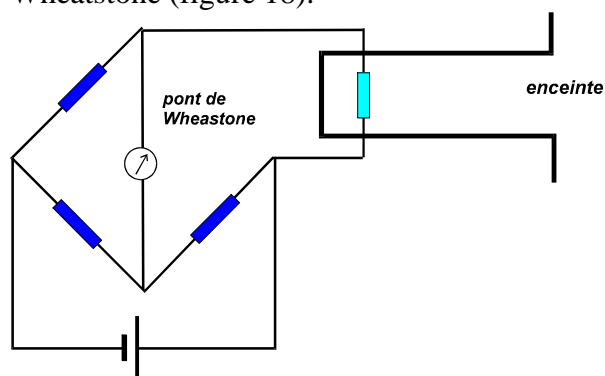


Figure 18 - Jauge « Pirani ».

La gamme de pression va de 100 à 10^{-3} mbar, l'indication est également dépendante de la nature du gaz.

5.2.3. Jauges de type « Penning »

On applique entre deux électrodes, distantes d'environ 10 mm, une différence de potentiel de 2300 volts. Le gaz s'ionise et devient conducteur. On mesure le courant de décharge. Pour améliorer l'ionisation à de très faibles pressions, on ajoute un aimant afin d'allonger la trajectoire des électrons. La gamme de mesure va de 0,01 à 10^{-8} mbar. Si la mesure est assez imprécise, elle est par contre très bien reproductible (tant que la jauge reste propre).

5.2.4. Jauges de type ionique (ou « Bayard-Alpert »)

Ce type de jauge appartient à la famille des « jauges triodes » et est destinée à la mesure des très faibles pressions (ultravide). Un filament chauffé (potentiel nul) produit une émission d'électrons provoquant l'ionisation du gaz, favorisée par la présence d'une grille accélératrice portée à un potentiel positif de 200 V. Une électrode, à un potentiel négatif de 20 à 30 V, collecte les ions (figure 19). Plus forte sera la pression, plus importante sera l'ionisation et le courant détecté. La gamme de mesure va de 10^{-3} à $5 \cdot 10^{-11}$ mbar et dépend de la nature du gaz. Le filament chauffé à 1500°C est fragile et doit être protégé contre toute remontée de pression.

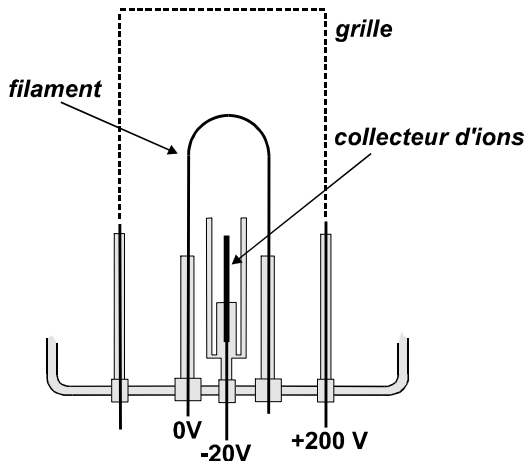


Figure 19 - Manomètre de Bayard-Alpert à collecteur caché de Groszkowski.

6. Recommandations (en guise de conclusions...)

Fonctionnant le plus souvent de manière totalement automatisée, les systèmes de vide des microscopes sont très souvent ignorés par l'utilisateur jusqu'à ce qu'ils tombent en panne ! Et pourtant, la qualité du vide est un élément essentiel dans la qualité des images ou des analyses obtenues. Cette qualité dépend pour une bonne part d'un entretien régulier, mais aussi dans la prise en compte des phénomènes annexes, tels que le dégazage des parois du microscope et de l'échantillon. En utilisant des sas d'introduction, en employant de l'azote pur sous pression pour les entrées d'air, on réduira l'adsorption et donc le dégazage ultérieur. Un étuvage est souvent nécessaire dans le cas de l'ultravide. En ce qui concerne l'échantillon, un dégazage préalable dans une enceinte extérieure est souvent recommandé, ainsi que l'usage de gants lors de toute manipulation d'objets qui doivent être mis sous vide. On ne saurait trop conseiller de bien connaître le fonctionnement de son installation et d'en assurer un entretien régulier : niveaux et qualité de l'huile, régénération ou changement des éléments consommables (zéolithes, pompes ioniques etc.), refroidissement correct, soins et propreté dans la préparation et la manipulation des échantillons etc.

Bibliographie sommaire

- P. DUVAL - *Le vide et ses applications* - Que sais-je n°430 - Presse Universitaire de France (1975)
- P. DUVAL - *Les pompes à vide mécaniques* - Technique moderne (1971)
- A. L. REINAN - *Technique du vide* - Dunod (1956)
- R.W. ROBERTS, T.A. VANDERSLICE - *L'ultravide et ses applications* - Dunod (1967)
- G. ROMMEL - *Technique du vide* - Les Techniques de l'Ingénieur - B 4020-4030-4031
- W.C. BIGELOW - *Practical methods in electron microscopy*, volume 15, Editeur A.M. Glaubert, Portland Press, Londres et Chapel Hill (1994)

1. INTRODUCTION.....	1
2. QUELQUES RAPPELS THEORIQUES UTILES	1
2.1. Les unités utilisées	1
2.2. Lois des gaz parfaits.....	2
2.3. Libre parcours moyen.....	5
2.4. Régimes d'écoulement	6
2.5. Notions de conductance	7
3. LES PHENOMENES DE SURFACE	9
3.1. La pression de vapeur saturante.....	9
3.2. Interactions avec la surface	11
3.3. En résumé... ..	12
4. LES DIFFERENTS TYPES DE POMPES.....	14
4.1. Généralités	14
4.2. Les pompes volumétriques	15
4.3. Les pompes à entraînement.....	16
4.3.1. Les pompes à diffusion d'huile.....	16
4.3.2. Les pompes turbomoléculaires	18
4.4. Les pompes à fixation.....	19
4.4.1. Les pompes à sorption.....	19
4.4.2. La pompe à sublimation de titane.....	19
4.4.3. La pompe ionique.....	20
4.4.4. La pompe cryogénique	20
5. MESURE DU VIDE	22
5.1. Les manomètres mécaniques.....	22
5.2. Les jauges électriques	23
5.2.1. Jauges à « thermocouple »	23
5.2.2. Jauge de type « Pirani ».....	23
5.2.3. Jauges de type « Penning ».....	23
5.2.4. Jauges de type ionique (ou « Bayard-Alpert »).....	24
6. RECOMMANDATIONS (EN GUISE DE CONCLUSIONS..)	24

Mots clefs

Jauges à vide
Pompe à sorption
Pompe à sublimation de titane
Pompe cryogénique
Pompe ionique
Pompe primaire
Pompe secondaire
Pompe turbomoléculaire
Ultra-vide
Unités
Vide primaire
Vide secondaire