

Instructions pour utilisation
du cryostat optique

Janis VNF-100

Travaux pratiques
Département de physique

IMPORTANT : Commencez par feuilleter le manuel du cryostat (optical exchange gas cryostat).

Section 1 : Vide d'isolation

Avant de mettre à froid le cryostat, il faut d'abord pomper le vide d'isolation entourant la chambre de l'échantillon, le bain d'azote liquide et la paroi externe du cryostat.

Il faut un vide d'environ 2×10^{-5} Torr pour éviter toute condensation.

Note : Le cryostat doit être à la température de la pièce pour effectuer les opérations suivantes :

ATTENTION : On ferme toujours les valves à vide du bout des doigts! Ne jamais serrer fort.

1.1 Pompage mécanique

- Mettre le système de pompage sous tension. À ce moment, l'électrovalve est activée et s'ouvre.
- Mettre en marche la pompe mécanique.
- Ouvrir la valve derrière la pompe turbo et la vanne principale.
- Ouvrir également la valve de vide primaire.
- Lorsque le vide est $< 10^{-2}$ Torr, ouvrir la valve du vide d'isolation du cryostat.
- Laisser pomper jusqu'à ce que le vide indiqué par la jauge thermocouple no 1 atteigne 10^{-2} Torr.
- Fermer la valve de pompage primaire.

1.2 Pompage avec la pompe turbo moléculaire

Une fois le vide primaire établi, on peut maintenant utiliser la pompe turbo pour obtenir un vide plus poussé.

La valve derrière la turbo doit être ouverte et la valve de vide primaire fermée.

- Mettre en marche la pompe turbo (bouton START).
- Lorsque le vide diminue sous les 10^{-4} Torr, la jauge ionique se met en fonction. Au début, elle peut afficher une valeur qui n'a pas de sens (10^{-8} Torr), mais après une minute ou deux elle donnera la bonne lecture.
- Laisser pomper jusqu'à obtention du vide nécessaire (2×10^{-5} Torr).
- Fermer doucement la valve du vide d'isolation du cryostat. Doucement veut dire du bout des doigts.

1.3 Comment cesser le pompage de la pompe turbo moléculaire

- Fermez la vanne principale. Il n'y a maintenant plus que la valve derrière la pompe turbo qui est ouverte pour assurer l'évacuation.
- Éteindre la pompe turbo en appuyant sur STOP.
- Laisser diminuer la vitesse de la pompe pendant 10 minutes.
- Isoler la pompe turbo sur elle-même en fermant la valve derrière elle.
- Vous pouvez maintenant utiliser la partie du système de pompage qui ne requiert que la pompe mécanique.

Note : En aucun temps vous ne devez ouvrir la valve derrière la pompe turbo de même que la vanne principale tant que la turbo n'a pas fini de tourner. Cela peut prendre jusqu'à 30 minutes. Pour passer outre cette mesure vous devez avoir une expérience approfondie du fonctionnement de ce genre de système.

Section 2 : Mise à froid du cryostat

Avant de remplir le cryostat d'azote liquide, il est impératif d'enlever l'air humide qu'il contient afin d'éviter toute condensation. Le pointeau risque de se coincer si de la glace se forme.

2.1 Évacuation de la chambre d'échantillon et du bain d'azote liquide

- Mettre en marche le système de pompage. Vous n'utiliserez que le pompage mécanique pour l'évacuation.
- Maintenir fermée la valve derrière la turbo ainsi que la vanne principale.
- Ouvrir la valve de pompage primaire.
- Ouvrir la valve de pompage de la chambre sur le cryostat et ouvrir le pointeau au maximum (2 tours).

Ne jamais manipuler le pointeau fermement. Lorsque vous le fermerez, faites-le doucement du bout des doigts.

- Le vide se fera très rapidement dans la chambre et très lentement dans le bain car le pointeau constitue une grande restriction.
- Une fois que le vide du bain a atteint 15 (po. de Hg), fermez la valve de pompage de la chambre.
- Faire entrer de l'azote gazeux par l'intermédiaire de la valve d'entrée d'azote sec. Attendre que la pression du bain soit de 1 PSI avant de fermer l'entrée d'azote gazeux.
- Purger de nouveau le système en répétant les étapes précédentes.

2.2 Remplissage d'azote liquide

- La valve de pompage de la chambre doit être fermée. Vous pouvez fermer le système de pompage.

- Ouvrir la valve d'entrée d'azote sec et ouvrir le pointeau au maximum (2 tours).
- Ouvrir la valve de remplissage d'azote liquide et insérez l'entonnoir. L'azote sec que vous faites entrer assure une pression positive dans le cryostat qui empêche l'air humide de pénétrer.
- Verser l'azote liquide dans l'entonnoir. Pour permettre, à l'azote qui tombe dans le bain et qui s'évapore, de s'échapper, maintenir ouverte la valve de surpression du bain en y insérant un petit morceau de plastique. Vous pouvez maintenant arrêter de faire circuler de l'azote sec.
- Ouvrir et fermer le pointeau régulièrement pour s'assurer qu'il ne se coince pas durant le transfert. Ne jamais le forcer.
- Vous devrez chauffer avec le « heat gun » la valve de remplissage d'azote liquide de même que la valve de surpression du bain sinon elles resteront gelées. Chauffez-les donc durant 20 à 30 secondes de façon répétée durant le transfert.
- Lorsque remplissage est terminé, fermez la valve de remplissage du bain (sans la forcer) et enlevez le morceau de plastique pour permettre à la valve de surpression du bain de fonctionner adéquatement.

Une fois ces deux valves refermées, la pression du bain devrait être de 4 PSI et celle de la chambre de 1PSI. Si la pression du bain est inférieure à 4 PSI, c'est que la valve de surpression du bain est encore gelée. Chauffez-la légèrement pour enlever le givre.

2.3 Refroidissement de la chambre d'échantillon

- Le passage de l'azote liquide du bain vers la chambre est dû à la différence de pression entre les deux enceintes et est régi par l'ouverture du pointeau.
- Deux températures sont affichées sur le contrôleur Lakeshore. Celle de gauche représente la température du porte échantillon et celle de droite donne la température du réservoir de vaporisation situé juste au fond de la chambre de l'échantillon.
- Lorsque le système se refroidit, une grande quantité d'azote est vaporisée, cela cause le sifflement provenant des valves de surpression, surtout celle de la chambre de l'échantillon. Vous noterez que la température descend rapidement au niveau du réservoir de vaporisation. Quand cette dernière atteindra 77K, l'azote liquide pourra commencer à s'accumuler au bas du porte échantillon.
- Utiliser le pointeau pour contrôler le niveau d'azote liquide dans la chambre de l'échantillon. Ne laissez jamais le niveau atteindre le porte échantillon car vous perdrez beaucoup de temps pour le redescendre à la position voulue. Typiquement, un quart de tour de pointeau suffit pour maintenir le niveau stable.

Section 3 : Fin de la manipulation

Lorsque vous avez terminé vos manipulations, fermez le contrôleur de température et laissez le pointeau ouvert d'un quart de tour. C'est tout! L'azote qui reste va s'évaporer doucement et sera évacuée par les valves de surpression qui se fermeront d'elles-mêmes lorsqu'il n'y aura plus de liquide. Le cryostat restera en légère surpression par rapport à la pièce empêchant ainsi toute entrée d'air pouvant causer de la condensation.

Cryostat à azote liquide VNF-100 de Janis Research Co.

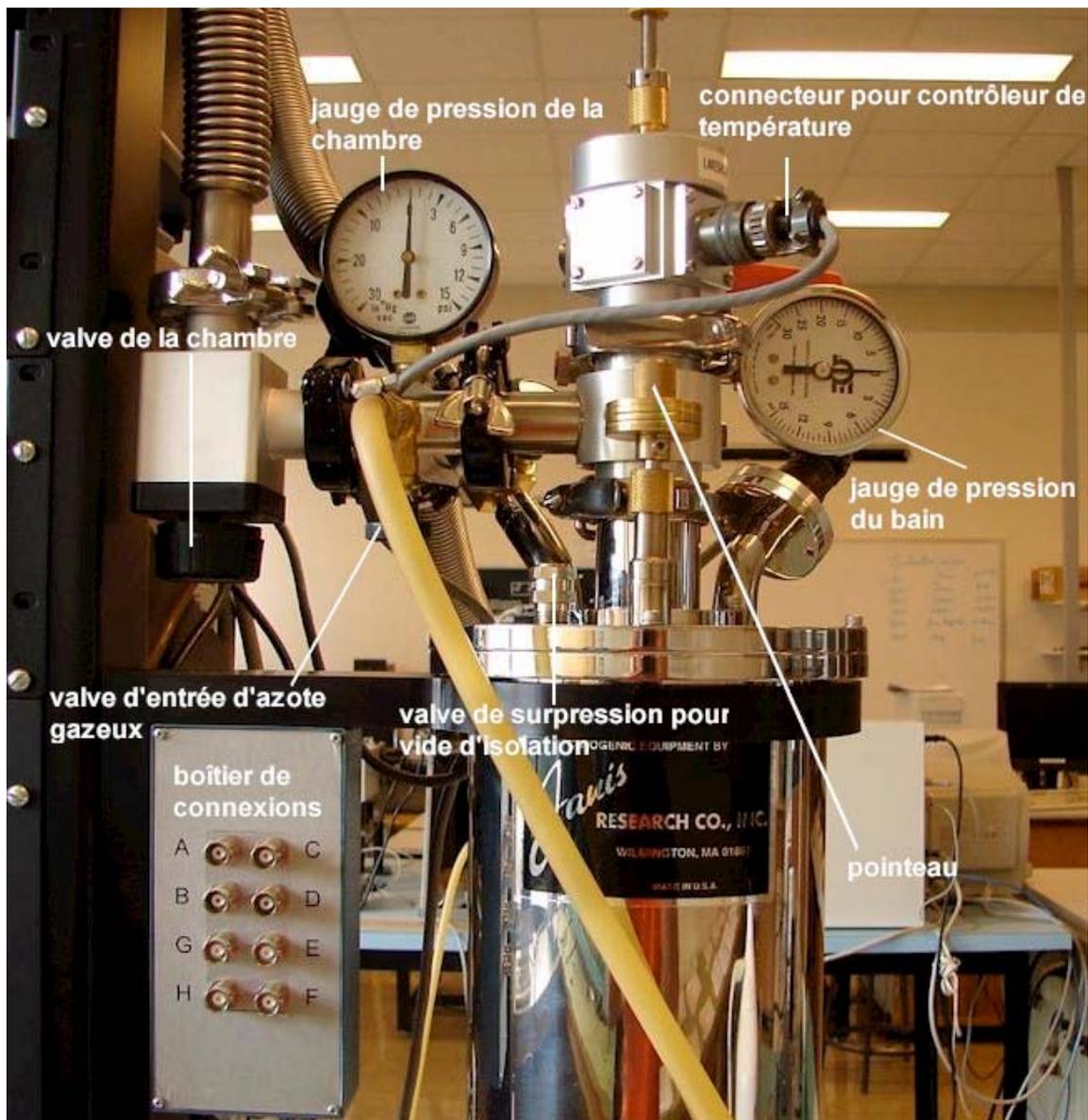


Figure 1

Accès optique à l'échantillon

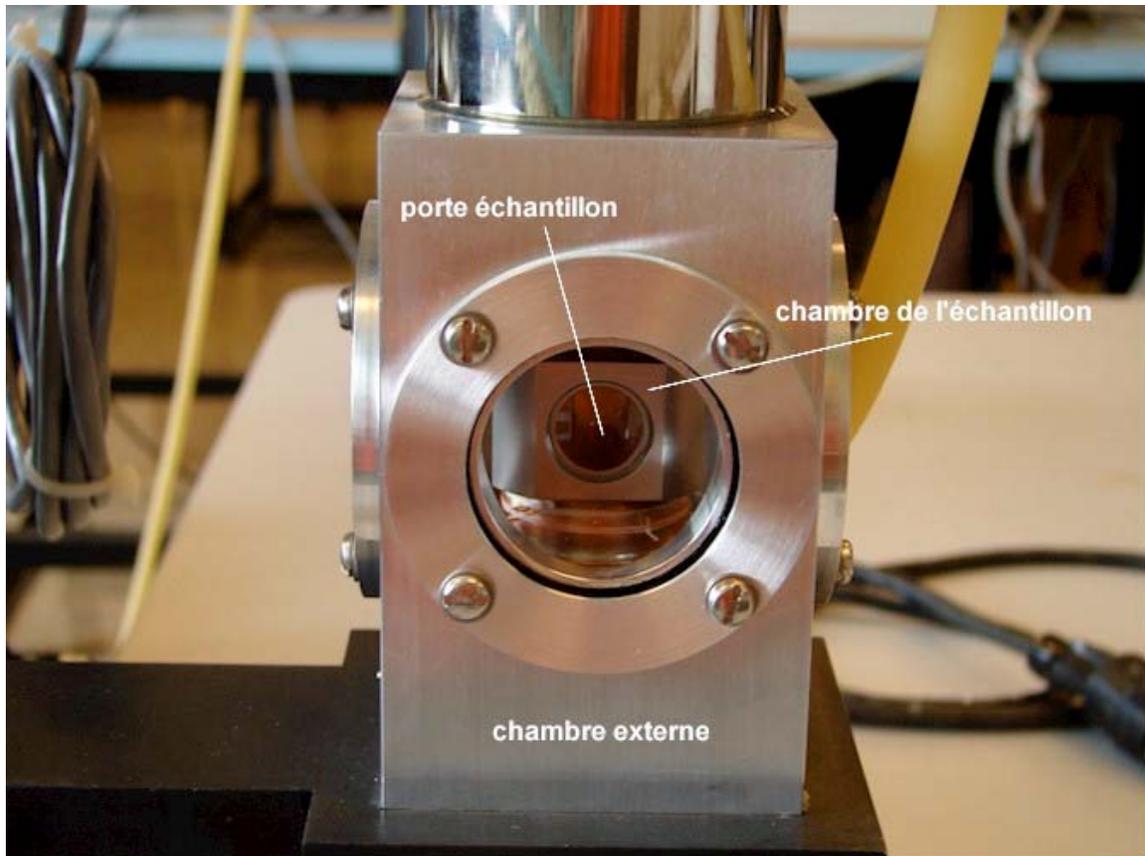


Figure 2

Valves et connecteurs pour vide d'isolation et remplissage d'azote liquide

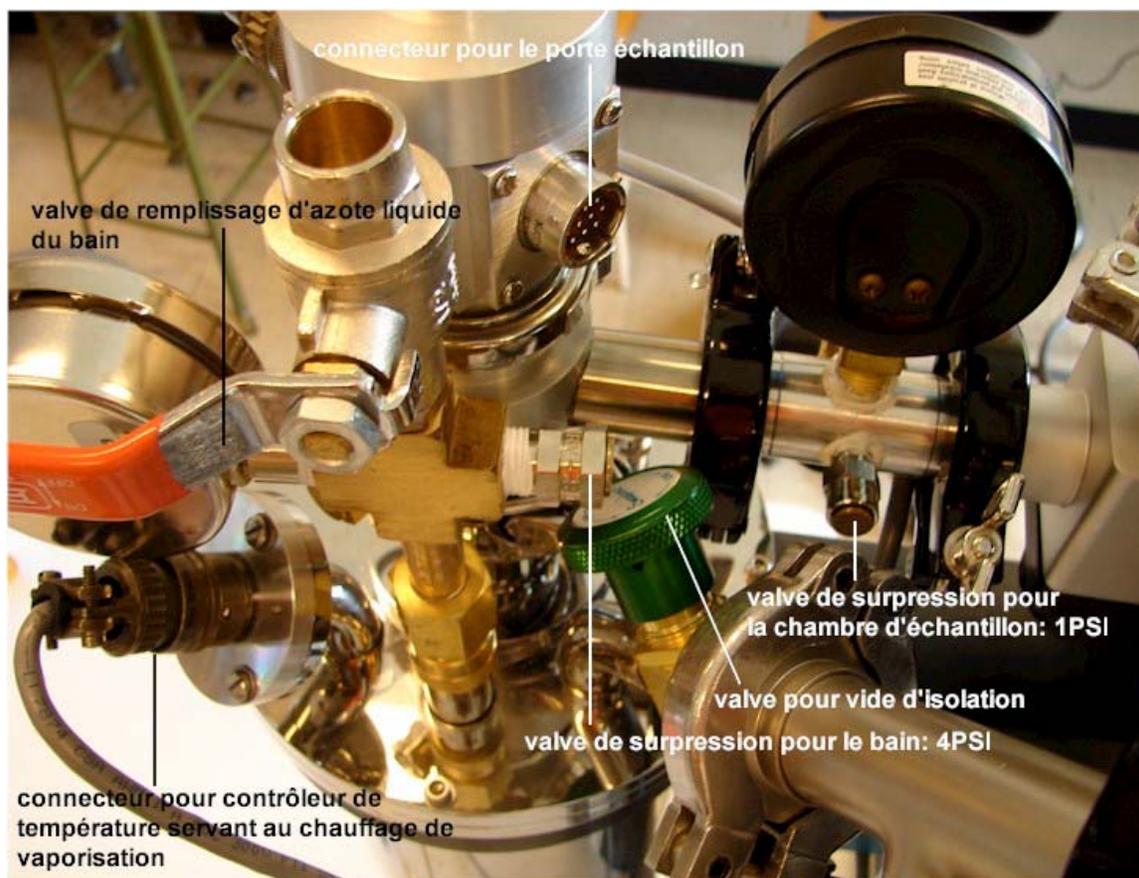


Figure 3

Système de pompage (mécanique-turbomoléculaire) Varian

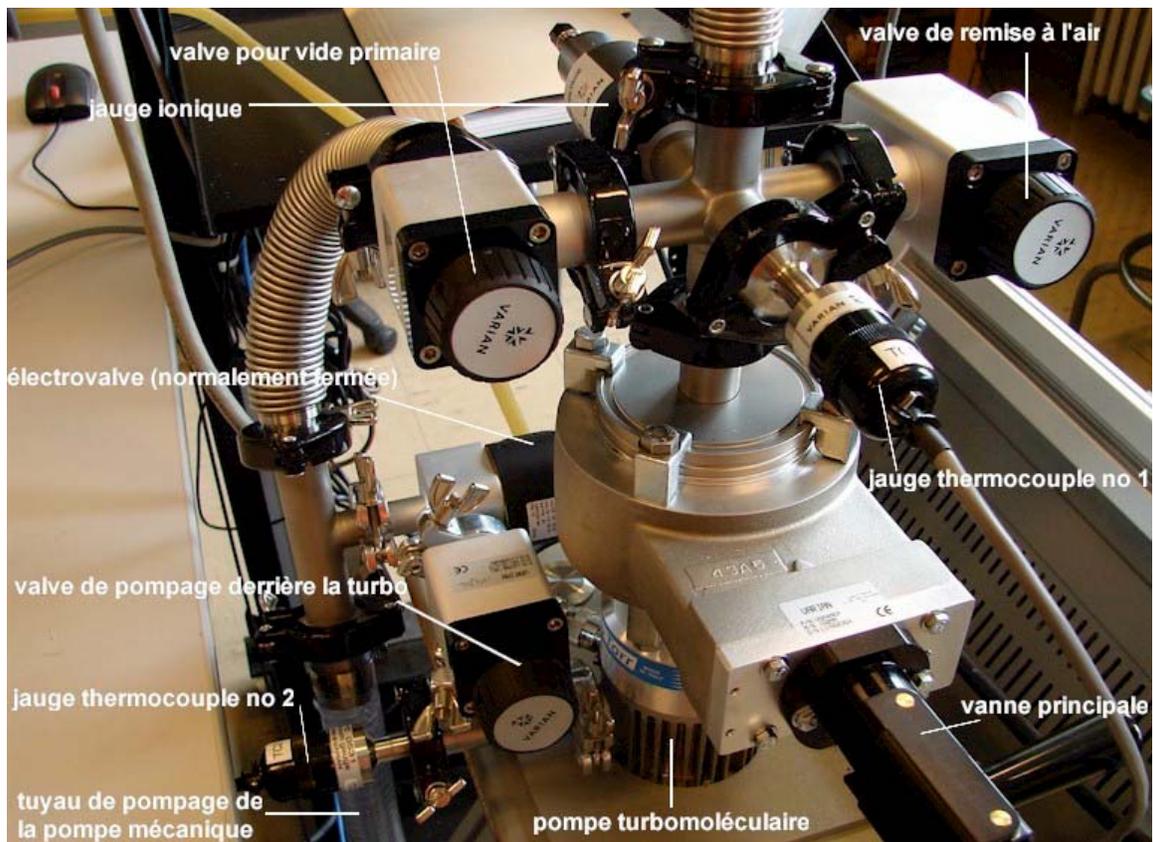


Figure 4

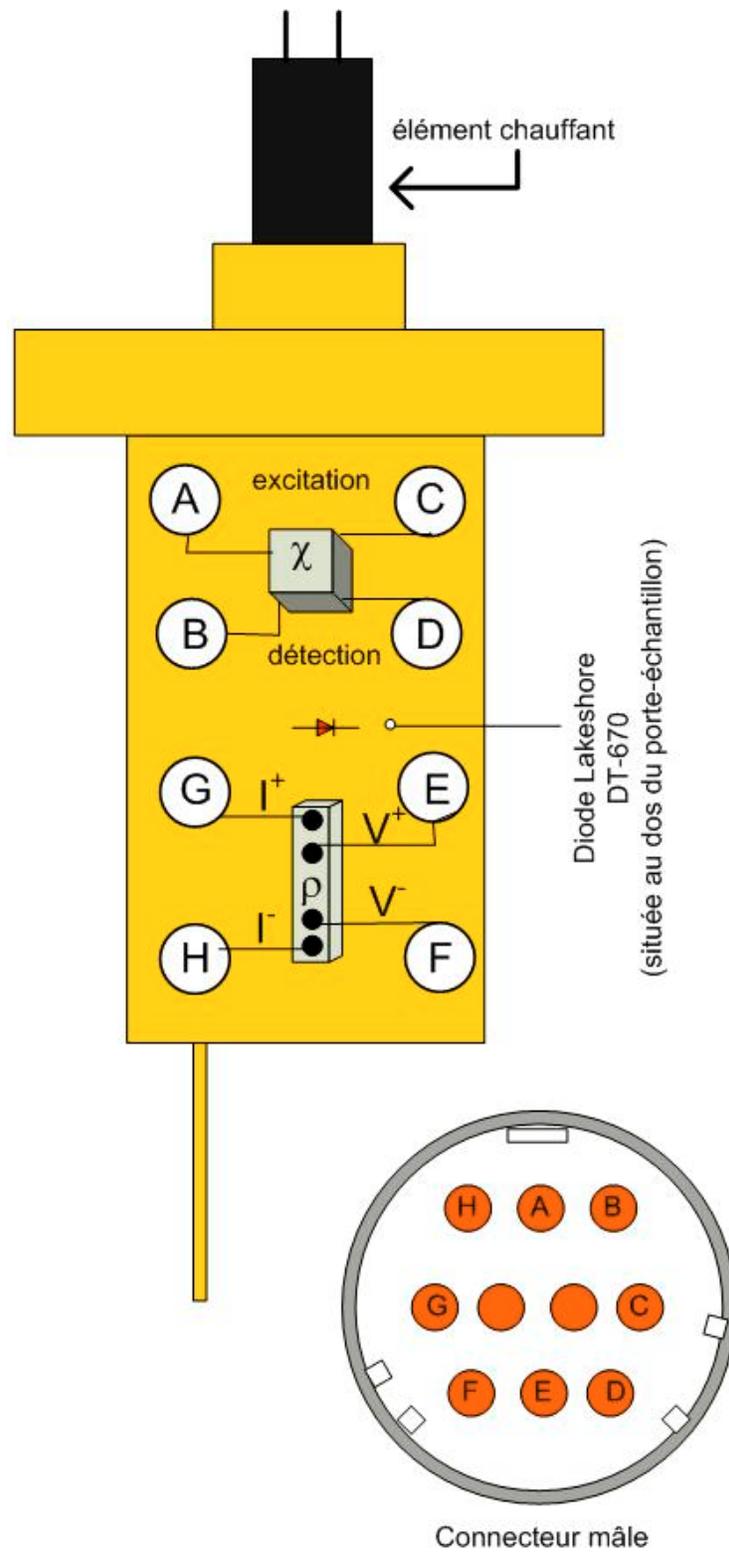


Figure 5

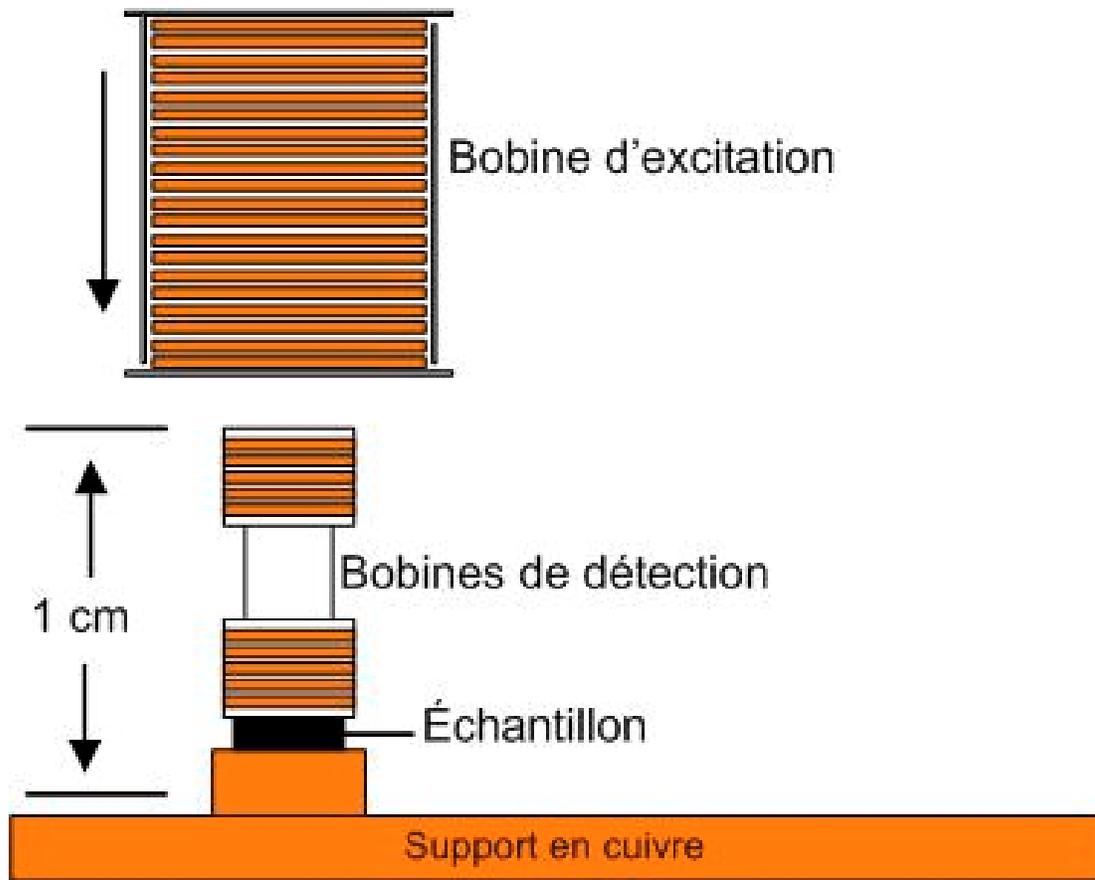


Figure 6