Classification
Physics Abstracts
0.624 — 0.691 — 8.490

UN NOUVEAU CRYOSTAT POUR LE MICROSCOPE ÉLECTRONIQUE SUPRACONDUCTEUR 400 kV

A. LABERRIGUE, G. BALOSSIER, D. GENOTEL, J. C. HOMO et C. SEVERIN

Laboratoire de Microscopie Electronique (*)
Faculté des Sciences, B. P. 347, 51062 Reims Cedex, France

(Reçu le 28 novembre 1975, révisé le 12 avril 1976, accepté le 26 avril 1976)

Résumé. — Ce cryostat tout en ayant un réservoir de capacité accrue (1,8 l au lieu de 0,6 l) a une consommation propre extrêmement réduite (0,22 l/h d'hélium liquide au lieu de 1,2 l/h). Cette amélioration est presque essentiellement due à la diminution du rayonnement reçu grâce à un meilleur écrantage à 77 K. Un bidon de 25 l permet de travailler effectivement avec le microscope plus de 40 h par semaine.

Abstract. — The new cryostat has an increased capacity (1.8 l as opposed to 0.6 l) but a very low consumption (0.22 l/h as opposed to 1.2 l/h liquid helium). The reduced consumption results essentially from the inclusion of an improved radiation shield at 77 K. A 25 l container permits one to work effectively 40 hours by week with the microscope.

1. Introduction. — Nous avons présenté dans cette même revue les caractéristiques essentielles du microscope électronique 400 kV qui fonctionne avec cinq lentilles supraconductrices [1] et [2]. Nous pensons avoir montré, par la qualité des micrographies obtenues et publiées en [2] et [3], que des microscopes électroniques haute-tension à lentilles supraconductrices présentaient un très grand intérêt et que les phénomènes de vibrations mécaniques, tant redoutés en haute résolution, ne posaient pas de problèmes insurmontables. En recherchant les conditions de bon fonctionnement de notre microscope supraconducteur nous avons voulu aussi prouver sa bonne fiabilité. Dans cet esprit il était important de préciser le nombre global d'heures d'observation que l'on peut obtenir au cours d'une année de travail en utilisant rationnellement un tel appareil.

2. Construction du deuxième cryostat et prévisions. — En imposant à ce nouveau cryostat de pouvoir remplacer celui qui était alors dans la colonne optique il restait peu de changements possibles par rapport au premier. Nous avons cherché, en premier lieu, à accroître la capacité du réservoir d'autonomie d'hélium liquide. Ceci a été fait au détriment du grand réservoir d'azote liquide qui permet la thermalisation des écrans thermiques à 77 K. Les figures 1a et 1b montrent respecti-

vement le premier et le second cryostat en ce qu'ils ont d'essentiellement différent au point de vue des capacités en azote et hélium liquides. Le volume utile de la réserve d'hélium passe de 0,6 à 1,8 l et, par contre, la capacité du réservoir d'azote n'est plus que de 1 l au lieu de 2,5 l. Cette perte en volume est sans inconvénient car on peut très bien ne le remplir que toutes les 3 h et même fonctionner en vidant l'azote (avec cependant en contre partie une légère augmentation des pertes d'hélium). Par contre le gain sur le volume d'hélium liquide permettant le fonctionnement du cryostat sur lui-même sans alimentation par une bouteille extérieure est très intéressant. D'une part, l'autonomie est bien plus grande puisqu'à consommation égale cette durée est dans le rapport des volumes utiles. Ainsi de 20 mn l'autonomie devait passer à 60 mn. D'autre part, en améliorant les conditions de remise à niveau on pouvait espérer une durée de remplissage presque identique et, finalement, le microscope une fois mis en fonctionnement l'opérateur devait pouvoir prendre des microphotographies de qualité pendant 92 % du temps au lieu de 80 % dans la première réalisation. Nous allons voir que ces prévisions ont été très largement dépassées dans un sens très positif.

3. Résultats et performances relatifs au second cryostat. — Il nous était toujours apparu que la consommation propre du cryostat bien que le plaçant parmi les appareils similaires dans les mieux conçus, était, physiquement, excessive. Au cours du montage du

(*) Equipe de Recherche Associée au C. N. R. S. n° 376.

FIG. 1a.

second cryostat nous avons déterminé, dans la mesure du possible, les différentes contributions aux pertes calorifiques. Nous avons pu vérifier que le col du cryostat, les conducteurs métalliques permettant les alimentations en courant des bobines et des différents contrôles et commandes n'intervenaient qu'au second ordre dans ces pertes. Il en est de même pour les différents supports.

Ce sont les pertes par rayonnement qui contribuent pour l'essentiel à la consommation d'hélium. C'était prévisible et c'est la raison des écrans à 77 K et du soin apporté au cours de la fabrication pour obtenir des qualités de surface ayant des taux d'émissivité les plus bas possible. Mais nous avons obtenu une amélioration nouvelle et très conséquente en diminuant la surface

FIG. 1b.

FIG. 1a et b. — H. Respiration du cryostat. I. Point 77 K. J. Arrivée d'hélium liquide. K. Vanne trois voies. L. Jonctions électriques. M. Ecran thermique. N. Corps du cryostat. O. Vanne d'isolement. P. Condenseur 1. O. Condenseur 2. R. Déflectrices. S. Objectif. T. Emplacement possible pour une lentille supplémentaire. U. Lentille intermédiaire. V. Projecteur et chambre d'observation.

des lumières des différents interstices qui existaient dans les écrans à 77 K et qui s'expliquaient par le fait que le cryostat prototype devait être monté et démonté plusieurs fois. Dans la nouvelle version le résultat est assez exceptionnel et la consommation propre est réduite de près d'un facteur 5. Il en résulte que le cryostat peut fonctionner sur lui-même pendant plus de 7 h et que l'on peut considérer pratiquement qu'après un premier remplissage, il est utilisable 100 % du temps pour faire des microphotographies de qualité. Dans la mesure où la consommation propre du cryostat était relativement importante la quantité d'hélium liquide dépensée pour faire le premier refroidissement n'intervenait que faiblement dans le bilan général pourvu, évidemment, que le microscope soit utilisé un assez grand nombre d'heures de suite.

Ainsi pour le premier cryostat, on pouvait travailler 7 h avec 14 l ou 12,5 l suivant qu'il s'agisse du premier ou du 2^e jour et la quantité prise par le refroidissement était respectivement 28 et 20 % de ces consommations globales. Maintenant on peut travailler pendant ces mêmes 7 h avec une consommation propre inférieure à 2 l et il devient donc intéressant de maîtriser le mieux possible les problèmes de refroidissement et de remplissage du cryostat. Nous avons mis au point une méthode de prérefroidissement à 77 K qui utilise un balayage par du gaz hélium refroidi à cette température. Cette opération peut se faire la nuit précédant une première journée de travail. Il faut après cela 2 heures et demie pour remplir le cryostat et une dépense de 3 l d'hélium liquide. Le(ou les) jour(s) suivant(s) il est inutile de prérefroidir le cryostat car il reste très longtemps à une température de 77 K (ou inférieure) pourvu que le vide

FIG. 2. — Deux exemples d'utilisation de l'hélium liquide contenu dans un (ou 2) bidon(s) de 25 l. Les courbes du haut et du bas sont, respectivement, relatives au premier et au second cryostat. Les segments a_i b_i sont relatifs à un i -ième remplissage et représentent l'hélium dépensé pour refroidir compte tenu de celui qui remplit la partie inférieure du cryostat et qui, entre deux journées d'expérience, contribue à maintenir le cryostat à une très basse température. À l'extrémité de la courbe du 2^e cryostat on a reporté, en pointillés, le segment c d qui correspond aux pertes propres de la bouteille de stockage pendant la semaine de travail.

soit maintenu dans la colonne et que les écrans thermiques restent eux-mêmes à 77 K grâce au remplissage automatique du réservoir d'azote liquide. Dans la figure 2 nous avons représenté une des nombreuses façons d'utiliser au cours d'une semaine, 24 l d'hélium

liquide contenus dans le récipient de stockage. On voit que l'on peut aisément disposer du microscope plus de 40 heures par semaine sans dépasser cette consommation de 24 l d'hélium liquide. A titre de comparaison, une hypothèse de travail est proposée à partir d'une utilisation du premier cryostat et l'on peut noter l'économie qui est faite grâce au nouveau cryostat. Il faut aussi faire remarquer que rien n'empêche d'utiliser plus intensément le microscope et de le rendre exploitable soixante heures par semaine pour différentes équipes de recherche (il faudrait pratiquement 36 l d'hélium pour ces 60 h effectives d'observation

4. Conclusion. — A l'occasion de la mise en œuvre d'un nouveau cryostat pour le fonctionnement du microscope 400 kV supraconducteur nous avons pu améliorer considérablement les conditions d'exploitation de l'enthalpie de l'hélium liquide contenu dans un bidon de stockage. La consommation propre du cryostat est passée de 1,2 l/h à 0,22 l/h. La réserve d'hélium de 1,8 l (au lieu de 0,6 l) permet une utilisation pendant 7 h sans aucun nouveau remplissage. On peut ainsi désaccoupler le cryostat du bidon de stockage et éliminer des causes de vibrations mécaniques toujours gênantes en microscopie électronique.

Il est intéressant aussi de signaler que la consommation propre de 0,22 l/h d'hélium liquide correspond à une puissance dépensée par toute la colonne optique pendant les heures d'observation quasiment nulle (0,16 watt à 4,2 K). On peut ainsi faire une comparaison du bilan global d'énergie dépensée pour 40 h d'utilisation d'un microscope supraconducteur et d'un microscope de type classique.

Dans le premier cas les 25 l d'hélium liquide pratiquement dépensés et compte tenu des très mauvais rendements des liquéfacteurs actuels, correspondent à une énergie perdue de 80 kWh. Cette énergie est à comparer à celle dépensée par effet Joule dans les lentilles d'un microscope 1 MV ou 3 MV. Pour ce dernier cas, la puissance dépensée va de 17 à 20 kW et permet de préciser une consommation comprise entre 680 et 800 kWh, pendant 40 h. Or, la colonne du microscope supraconducteur 400 kV peut déjà servir pour des électrons de 1,5 MeV et on peut avancer, pour un microscope 3 MV que le bilan global d'énergie de 80 kWh n'est à majorer que de 20 %.

Bibliographie

- [1] LABERRIGUE, A., LEVINSON, P. et HOMO, J. C., *Revue Phys. Appl.* 6 (1971) 453. Microscope électronique 400 kV à lentilles supraconductrices. 1. Description générale du cryostat et du montage.
- [2] SEVERIN, C., GENOTEL, D., GIRARD, M. et LABERRIGUE, A., *Revue Phys. Appl.* 6 (1971) 459. 2. Caractéristiques électro-optiques et fonctionnement du microscope 400 kV supraconducteur.
- [3] LABERRIGUE, A., GENOTEL, D., GIRARD, M., SEVERIN, C., BALOSSIER, G. et HOMO, J. C., Third Int. Conf. High voltage E. M. Oxford 1974, 108. A 400 kV superconducting electron microscope : performance, viability and possibilities in the 3 MV range.