



Bruker BioSpin

NMR Magnet System •

UltraShield Magnets (French Version)
User Manual

Version 004

The information in this manual may be altered without notice.

BRUKER BIOSPIN AG accepts no responsibility for actions taken as a result of use of this manual. BRUKER BIOSPIN AG accepts no liability for any mistakes contained in the manual, leading to coincidental damage, whether during installation or operation of the instrument. Unauthorised reproduction of manual contents, without written permission from the publishers, or translation into another language, either in full or in part, is forbidden.

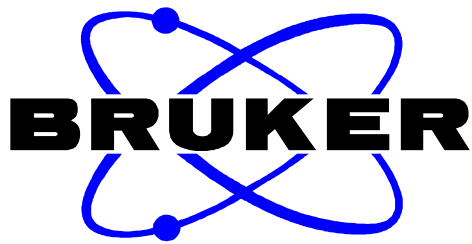
This manual was written by

Joerg Arnold / Daniel B. Baumann
magnetics@bruker.ch

© 04.11. 2004: BRUKER BIOSPIN AG

CH-8117 Faellanden, Switzerland

P/N: Z31366
DWG-Nr: 1074004



BRUKER BIOSPIN AG

Low Loss Cryostats

Superconducting Magnets

phone: ++41 44 825 91 11

fax: ++41 44 825 93 60

e-mail: magnetics@bruker.ch

service@magnetics.bruker.ch

sales@magnetics.bruker.ch

MODE D'EMPLOI pour

ULTRASHIELD™

AIMANT RMN

Procédure de Remplissage Azote

Procédure de Remplissage

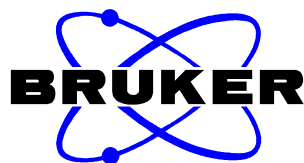
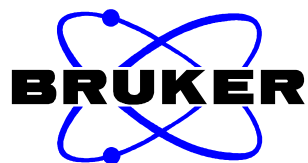


Table de matières

1	Sécurité lors du remplissage	3
1.1	Se protéger du flux magnétique	3
1.2	Se protéger des fluides cryogènes	3
1.3	Se protéger des gaz	4
1.4	Se protéger du risque d'incendie et d'explosion	4
1.5	Se protéger du risque d'explosion dû aux récipients de transport pressurisés	4
1.6	Caractéristiques physiques de l'azote	5
1.7	Caractéristiques physiques de l'hélium	6
1.8	Première aide en cas d'accident dû aux fluides cryogènes	6
1.9	Se protéger des risques mécaniques	6
2	Réservoir de transport d'azote liquide	7
2.1	Risque dû à la basse température	7
2.2	Caractéristiques du réservoir de transport d'azote	7
2.3	Composition	8
3	Aimant équipé d'un système de régulation de débit d'azote	9
4	Mesure du niveau de remplissage	10
4.1	Moyens de mesure du niveau	10
4.2	Mesure à l'aide du Dip Stick	10
4.3	Mesure à l'aide d'une tige en Epoxy	10
5	Préparations au transfert	11
5.1	Préparation du réservoir de transport	11
5.2	Préparation de l'aimant	11
6	Procédure de remplissage	12
6.1	Mise en place des liaisons et transfert de l'azote	13
6.2	Terminer la procédure de remplissage	14
6.3	Remise en l'état d'origine	14
6.4	Mettre à jour les documents de remplissage	15
7	Réservoir de transport d'hélium liquide	16
7.1	Risque dû à la basse température	16
7.2	Caractéristiques du réservoir de transport d'hélium	16
7.3	Composition	17
8	Canne de transfert	18
9	Aimant	19
10	Contrôle du niveau	21
10.1	Contrôle du niveau d'hélium dans l'aimant	21
10.2	Contrôle du niveau dans le réservoir de transport	21
11	Préparations au transfert	23



12	Procédure de remplissage	24
12.1	Refroidissement de la canne de transfert	25
12.2	Raccorder la canne de transfert	26
12.3	Mise en pression du réservoir de transport	26
12.4	Transférer l'hélium	26
12.5	Surveillance du transfert d'hélium	27
12.6	Arrêter la procédure de transfert et ôter la canne de transfert	28
12.7	Remise en l'état d'origine	28
13	Travaux de finition	29
13.1	Mettre à jour les documents de remplissage	29
13.2	Contrôles	29
14	Termes techniques	30
15	Panneaux de signalisation / pictogrammes	32

Sécurité

1 Sécurité lors du remplissage

Lors du remplissage vous vous trouvez dans la zone critique de l'aimant. Vous devez suivre les règles de sécurité pour prévenir tout risque.

1.1 Se protéger du flux magnétique

L'aimant génère un champ magnétique très intense. Il perturbe les systèmes électroniques, les supports magnétiques de données et les métaux ferromagnétiques. Respectez les règles de sécurité suivantes :



Attention

Pour les personnes porteuses de stimulateur cardiaque, l'accès à la zone délimitée ainsi que le remplissage est strictement interdit.



Attention

Risque de blessure suite à des déplacements incontrôlables de pièces métalliques. L'utilisation d'outillage ou tout autre objet magnétique est prohibée dans la zone délimitée. Ils pourraient se transformer en des projectiles très dangereux.



Précaution

Des données stockées sur des supports magnétiques tels que bandes magnétiques et cartes de crédit sont irrémédiablement perdues si vous pénétrez dans la zone délimitée de l'aimant.

1.2 Se protéger des fluides cryogènes

La température de l'azote liquide est à -196°C et celle de l'hélium liquide à -269°C . Le contact d'éclaboussures de fluides cryogènes avec la peau, peut provoquer des gelures graves.



Attention

Un jet d'azote liquide peut provoquer de graves brûlures aux yeux. Portez des lunettes de protection lors de la procédure de remplissage.



Attention

Des gelures graves peuvent être provoquées par simple contact de la peau avec les fluides cryogènes ou avec les pièces métalliques froides. Portez des gants de protection et des habits fermés lors de la procédure de remplissage.



Précaution

Les joints toriques de l'aimant sont également sensibles aux basses températures. Prenez soin, lors du remplissage, de ne pas projeter de l'hélium ou de l'azote liquide sur les joints toriques. Les plus exposés se trouvent aux parties hautes et basses du tube central de l'aimant.

1.3 Se protéger des gaz

L'évaporation des fluides cryogènes comme l'hélium et l'azote peut provoquer des risques d'étouffement si elle diminue, de façon trop importante, la densité de l'oxygène dans l'air.

L'hélium à l'état gazeux est très léger et se concentre sous le plafond. Le risque d'étouffement dû à l'hélium est donc plus important si on travaille en hauteur sur un escabeau ou sur une plate-forme.

L'azote à l'état gazeux est très lourd et se concentre au niveau du plancher. Le risque d'étouffement dû à l'azote est important si on travaille au niveau du sol ou dans des fosses.



Attention

Risque d'étouffement après un renversement des fluides cryogènes ou après un Quench. Prenez soin de ventiler suffisamment la pièce et évitez de travailler à hauteur du plafond après un Quench.

1.4 Se protéger du risque d'incendie et d'explosion

Les températures extrêmes des fluides cryogènes condensent l'oxygène de l'air sur les conduites froides. L'oxygène condensé qui goutte peut, d'une part s'auto-allumer s'il entre en contact avec de l'huile ou des graisses, et d'autre part provoquer des étincelles explosives s'il entre en contact avec un feu vif (cigarette etc.).



Attention

Risque d'auto-allumage ou d'explosion. Il est strictement interdit de fumer pendant la procédure de remplissage. Eloignez de la zone de remplissage tout feu vif et maintenez les environs de l'aimant propre (chiffons graisseux et autres).

1.5 Se protéger du risque d'explosion dû aux récipients de transport pressurisés

Dans des récipients bien isolés, les liquides cryogéniques restent à température constante. Tant qu'il y a du liquide, celui-ci s'évapore continuellement et sa température se maintient au point d'ébullition qui dépend fortement de la pression.

Le processus d'évaporation et le réchauffement du gaz jusqu'à température ambiante sont accompagnés d'une augmentation massive du volume. Pour l'hélium et l'azote, le volume augmente environ d'un facteur 700. Par conséquent :



Précaution

N'utilisez en aucun cas des liquides cryogéniques qui sont stockés sous pression dans des récipients pressurisés! Si aucun autre récipient n'est disponible, il est indispensable de relâcher la pression complètement avant de relier le récipient au cryostat. Autrement, le risque d'explosion est énorme pour le cryostat. La surpression peut sérieusement l'endommager, voire le détruire !

Augmentation de la

La surpression dans les récipients de transport pressurisés mène à

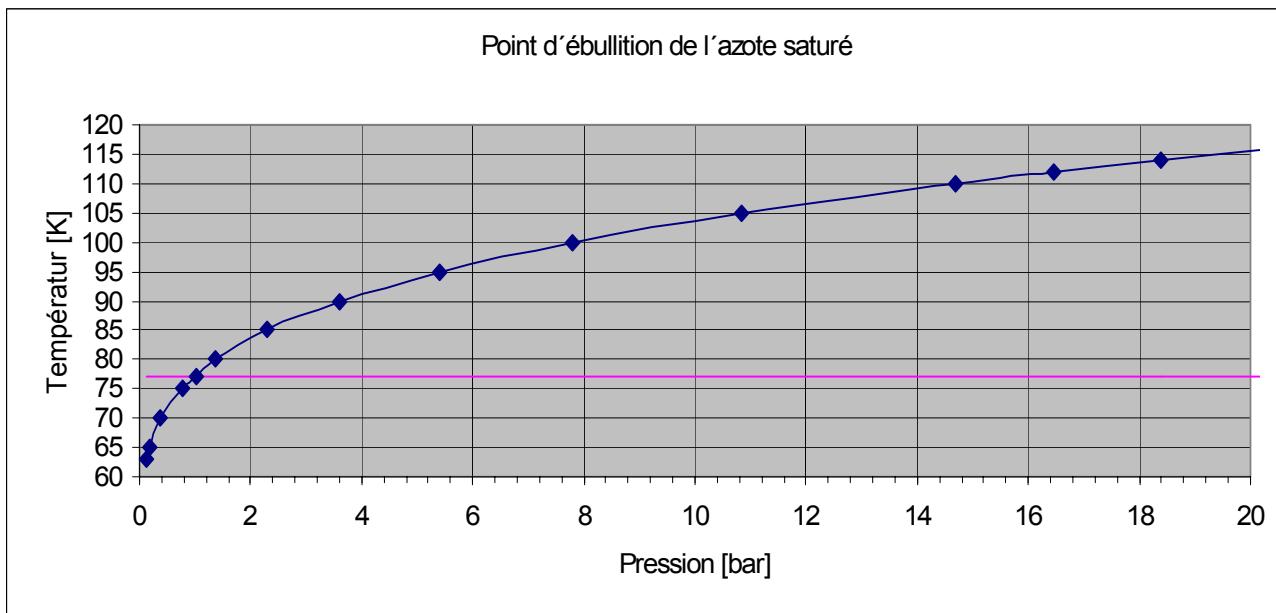
température

une grande augmentation de la température d'ébullition du liquide. Lors du transfert d'un tel liquide surchauffé dans un cryostat low loss, on assiste à une évaporation importante accompagnée de fortes oscillations du gaz. Ce processus continue jusqu'au moment où le liquide s'est suffisamment refroidi et a atteint la température d'ébullition à pression atmosphérique.



Graphique de la température

Le graphique ci-dessous montre la relation entre la pression et la température d'ébullition de l'azote liquide et est en particulier valable pour un récipient de transport. Dès que la surpression est relâchée, l'azote bout violemment et réduit sa température à 77 K où sa pression est égale à la pression atmosphérique:



Attention

Ne fermez jamais hermétiquement un récipient de transport de liquides cryogéniques car la pression augmenterait considérablement à l'intérieur du récipient. Cette augmentation de pression présente un important danger d'explosion et mène à des pertes massives de liquide cryogénique au moment où la pression est relâchée !

1.6 Caractéristiques physiques de l'azote

L'azote liquide est incolore, inodore et ininflammable. Il condense à -196°C.

Signe de reconnaissance :

22
1977

Le réchauffement entraîne une surpression et des risques de fissuration. Le liquide très froid qui entre en contact avec un élément à température ambiante s'évapore brutalement. Le liquide provoque des gelures très graves sur la peau et les yeux. L'azote peut provoquer l'étouffement sans signes prévenants. L'azote est plus lourd que l'air et se répand au sol en provoquant un brouillard au contact de l'air humide.

1.7 Caractéristiques physiques de l'hélium

L'hélium liquide est incolore, inodore et ininflammable et condense à -269°C.

Signe de reconnaissance:

22
1963

Le réchauffement entraîne une surpression et des risques de fissuration. Le liquide très froid qui entre en contact avec un élément à température ambiante s'évapore brutalement. Le liquide provoque des gelures très graves sur la peau et les yeux. L'hélium peut, dans une pièce fermée, provoquer l'étouffement sans signes prévenants. L'hélium est plus léger que l'air et se répand, dans une pièce fermée, au plafond en provoquant un brouillard au contact de l'air humide.

1.8 Première aide en cas d'accident dû aux fluides cryogènes

Evacuer les blessés de la zone dangereuse, les installer confortablement et desserrer les habits qui risquent de gêner la respiration.

Pratiquer immédiatement la respiration artificielle s'il y a des signes d'étouffement.

Enlever immédiatement les habits gelés et rechauffer les parties du corps touchées avec de l'eau.

Ne pas frotter les parties du corps qui sont gelées, mais les recouvrir avec des bandages stériles.

Pourvoir le plus rapidement possible à une aide médicale.

1.9 Se protéger des risques mécaniques

Afin de protéger l'aimant contre les chocs mécaniques on utilise des amortisseurs gonflables ou des amortisseurs caoutchouc. Ces éléments antivibratoires sont très efficaces pour protéger l'aimant mais le rendent très sensible aux forces latérales.



Précaution

Risque de basculement lors du déplacement ou de l'escalade de l'aimant. Respectez, pour le déplacement de l'aimant, les instructions décrites dans le manuel de l'aimant. Il est interdit de grimper sur l'aimant.

Remplissage en Azote

2 Réservoir de transport d'azote liquide

Pour le transport de l'azote liquide - symbole chimique N₂ - il existe différents types de réservoirs de transport. Les caractéristiques décrites se rapportent à tous les types de réservoirs et doivent être prises en compte pour effectuer un remplissage en toute sécurité.

2.1 Risque dû à la basse température

Le réservoir de transport contient de l'azote liquide -196°C. Respectez, lors de la manipulation du réservoir, les recommandations du chapitre 1, „Sécurité lors du remplissage“, page 3.

2.2 Caractéristiques du réservoir de transport d'azote

Pour que le réservoir de transport d'azote soit adapté au remplissage, il doit répondre aux caractéristiques suivantes :

- Il doit être non magnétique de façon à ne pas être attiré par les forces magnétiques de l'aimant.



Attention

Risque de détérioration de l'aimant. Un réservoir de transport magnétique est attiré par les forces magnétiques et peut endommager l'aimant.

- Il doit être équipé d'une soupape de sécurité de surpression qui permet l'évacuation de l'azote en évaporation.
- Pour l'extraction du liquide il nécessite un tuyau de transfert protégé par un treillis métallique ou en Téflon ou PTFE (polytétrafluoroéthylène).



Attention

Risque de blessures dû aux éclats de tuyaux en plastique qui éclatent sous l'effet de très basses températures. N'utilisez que les tuyaux de transfert prescrits.

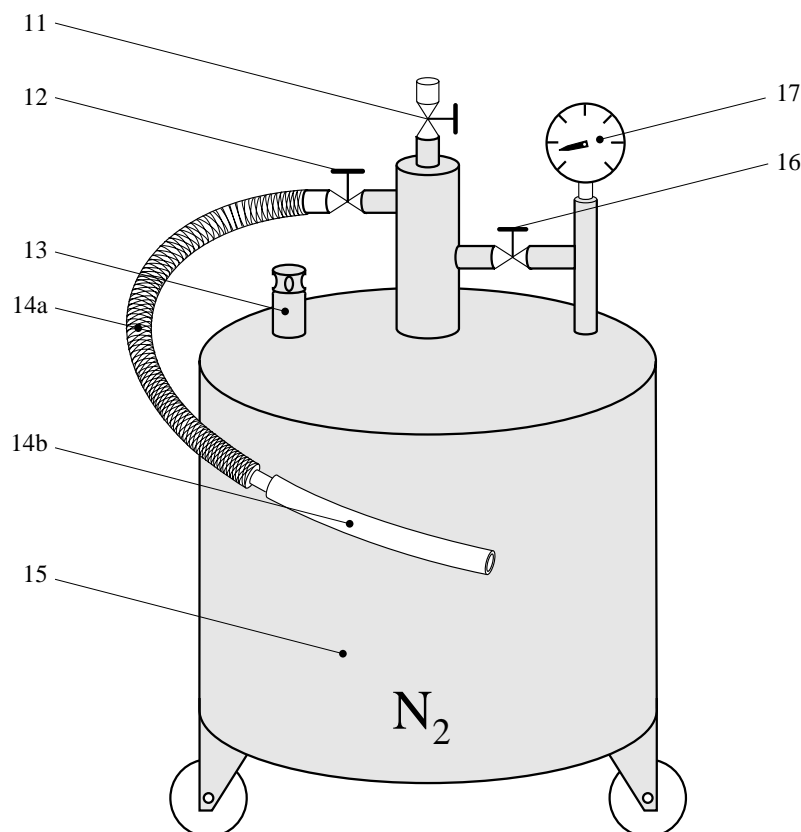


Remarque

Un jeu complet de remplissage avec tuyaux PTFE et raccords est disponible chez BRUKER BIOSPIN AG sous la référence Z53144.

2.3 Composition

Un réservoir de transport d'azote liquide se compose des éléments suivants :



Réservoir de transport d'azote liquide

Légende

- 11 Vanne d'évacuation du gaz
- 12 Raccord du tuyau de transfert d'azote liquide + vanne de soutirage
- 13 Soupape de surpression
- 14a Tuyau de transfert à treillis métallique
- 14b Tuyau de transfert Téflon ou PFA
- 15 Réservoir de transport
- 16 Système de mise en pression
- 17 Manomètre

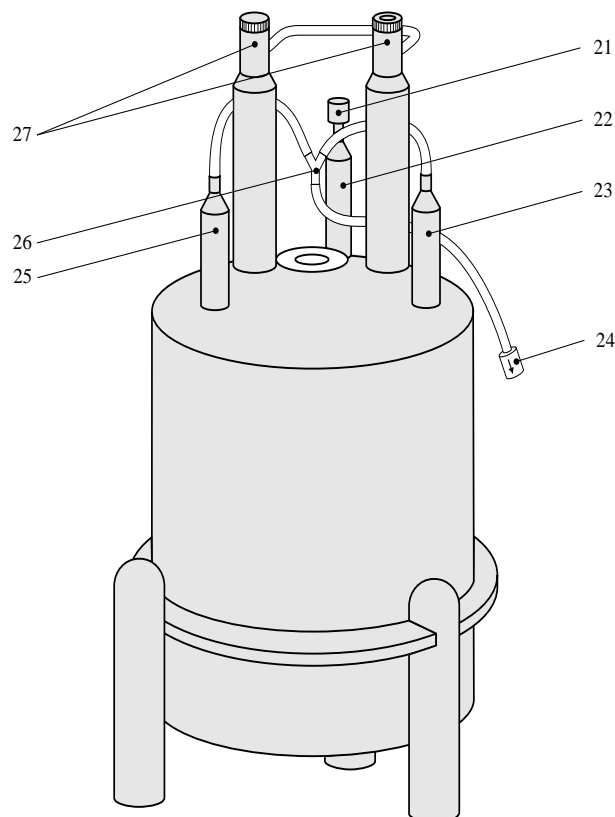
3 Aimant équipé d'un système de régulation de débit d'azote

Vous trouvez ci-après tous les éléments que vous devez connaître pour effectuer un transfert d'azote liquide sans risque si l'aimant est équipé d'un système de régulation de débit d'azote.



Précaution

L'aimant contient de l'azote liquide et génère un champ magnétique très intense. Respectez les recommandations du chapitre 1, „Sécurité lors du remplissage“, page 3.



Aimant équipé d'un système de régulation de débit d'azote

Légende

- | | |
|----|--|
| 21 | Soupape de sécurité |
| 22 | Cheminée d'azote arrière |
| 23 | Cheminée d'azote droite |
| 24 | Vanne anti-retour |
| 25 | Cheminée d'azote gauche |
| 26 | Système de régulation de débit d'azote |
| 27 | Cheminées d'hélium |

4 Mesure du niveau de remplissage

La mesure du niveau de l'azote dans l'aimant vous donne un aperçu de la quantité à remplir et vous permet d'en déduire le temps moyen du remplissage qui se situe entre 5 et 15 minutes.

4.1 Moyens de mesure du niveau

Le meilleur moyen de mesurer le niveau d'azote est d'utiliser le Dip Stick. C'est un long tube fin qui se termine à une extrémité par un petit entonnoir, on peut s'en procurer chez Bruker sous la référence Z27451. Si le Dip Stick n'est pas disponible, la mesure peut également se faire à l'aide d'une tige en Epoxy.

4.2 Mesure à l'aide du Dip Stick

Pour la mesure à l'aide d'un Dip Stick procédez comme suit :

1. Introduire doucement le Dip Stick dans la cheminée d'azote droite (23) en observant son extrémité.



Attention

Risque pour les yeux suite à un jet d'azote. Portez les lunettes de protection.

2. Stopper l'introduction dès que l'azote jaillit par l'extrémité du Dip Stick.
Les jets d'azote apparaissent lorsque l'embout chaud du Dip Stick entre en contact avec l'azote liquide. L'effet d'évaporation de l'azote ainsi provoqué pousse l'azote liquide à travers le tube du Dip Stick.
3. Marquer la position du Dip Stick en le maintenant au niveau du haut de la cheminée d'azote puis l'extraire du réservoir.
4. Relever le niveau actuel de l'azote en maintenant le Dip Stick verticalement sur le côté de l'aimant. Le bout du Dip Stick indique le niveau.

4.3 Mesure à l'aide d'une tige en Epoxy

Pour la mesure à l'aide d'une tige en Epoxy procédez comme suit :

1. Introduire doucement la tige dans la cheminée d'azote (23) droite jusqu'à ce qu'elle touche le fond du réservoir.
2. Laisser refroidir la tige d'Epoxy et marquer sa position en la maintenant au niveau du haut de la cheminée d'azote puis l'extraire du réservoir.
3. Appliquer à la tige un mouvement de balancier.



Remarque

La tige givre le long de la partie qui était plongée dans l'azote liquide.

4. Mesurer le niveau en maintenant la tige sur le côté de l'aimant. Le début de la partie givrée indique le niveau actuel de l'azote dans le réservoir.

5 Préparations au transfert

5.1 Préparation du réservoir de transport

Préparez le réservoir de transport au transfert d'azote de la façon suivante :

1. Réduire la pression à 0,35 bar au maximum en ouvrant la vanne d'évacuation du gaz (11).
2. Fermer toutes les autres vannes.

5.2 Préparation de l'aimant

Préparez l'aimant au transfert d'azote de la façon suivante :

3. Si l'aimant est posé sur des amortisseurs gonflables : Faire reposer l'aimant au sol en évacuant l'air des amortisseurs. Mettre l'interrupteur qui se trouve sur le pied de l'aimant sur position DOWN.
4. Oter, des cheminées d'azote droite et gauche, les tuyaux du système de régulation de débit d'azote (26) et enlever éventuellement les radiateurs.



Remarque

Tous les aimants ne sont pas équipés de radiateurs. Les radiateurs sont placés sur les cheminées d'azote pour éviter leur givrage.

5. Vérifier le passage des deux cheminées d'azote (23, 25). Vous pouvez vérifier le passage des cheminées en observant l'évacuation de l'azote gaz. On peut également introduire une tige dans les cheminées pour vérifier le passage.



Précaution

Ne débouchez jamais les cheminées d'azote sans avoir, préalablement prévenu votre service Bruker le plus proche.

6. Fixer un tuyau en Téflon sur la cheminée d'azote gauche (25) et éloigner son extrémité de l'aimant.



Remarque

Utilisez le tuyau du système de régulation de débit d'azote.

7. Vérifier le niveau actuel de l'azote (chapitre 4, „Mesure du niveau de remplissage“, page 10).



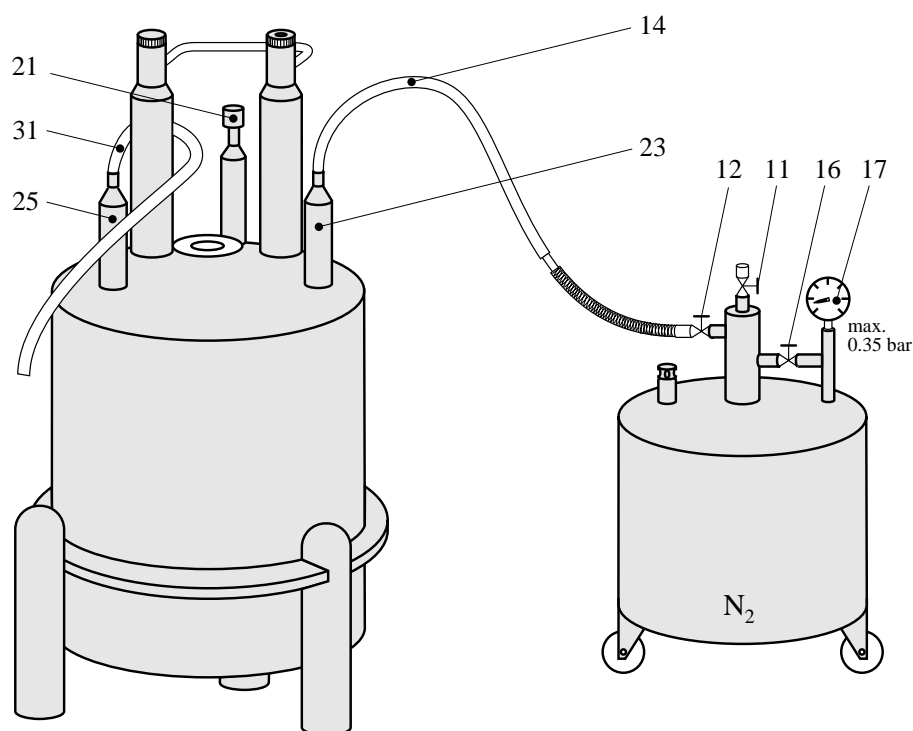
Précaution

Risque de fissuration du l'aimant par surpression. Laissez impérativement la soupape de sécurité (21) à sa place.

6 Procédure de remplissage

Pour la procédure de remplissage il faut relier l'aimant au réservoir de transport avec le tuyau de transfert. Le transfert s'effectue grâce à une légère surpression (0,35 bar maximum) dans le réservoir de transport. L'éjection d'azote liquide par la cheminée d'azote gauche, indique la fin de la procédure de remplissage.

La liaison entre l'aimant et le réservoir de transport est assurée par le tuyau de transfert (14).



Système prêt pour la procédure de remplissage d'azote.

Légende

- 11 Vanne d'évacuation du gaz
- 12 Raccord du tuyau de transfert d'azote liquide + vanne de soutirage
- 13 Soupape de surpression
- 14 Tuyau de transfert
- 15 Réservoir de transport
- 16 Système de mise en pression
- 17 Manomètre
- 21 Soupape de sécurité
- 23 Cheminée d'azote droite (Fill-in port)
- 25 Cheminée d'azote gauche.
- 31 Tuyau Téflon

6.1 Mise en place des liaisons et transfert de l'azote



Remarque

1. Fixer l'embout libre du tuyau de transfert (14) sur la cheminée d'azote droite (23).

La mise en place s'effectue par simple pression. Aucun outil n'est nécessaire pour la fixation.

2. Surveiller toute la procédure pour pouvoir immédiatement intervenir lorsque la pression dépasse les 0,35 bar ou lorsque le remplissage est terminé.
3. Faire monter la pression à 0,35 bar et la maintenir dans le réservoir de transport en ouvrant la vanne d'évacuation (11) lorsque la pression augmente, ou en actionnant la vanne de mise en pression (16) lorsqu'elle diminue.



Précaution

Risque d'explosion des réservoirs dû à une surpression. Respectez les pressions maximales autorisées.

4. Ouvrir la vanne de sortie d'azote liquide (12) et vérifier si le liquide est bien transféré quelques instants après l'ouverture de la vanne.



Remarque

En utilisant un tuyau de transfert en Téflon, il est très facile de vérifier si le transfert s'effectue correctement.

5. Contrôler si le tuyau en Téflon (31) n'est pas gelé en vérifiant si de l'azote gaz s'échappe par la cheminée azote gauche de l'aimant.



Attention

Risque de brûlures dû aux jets d'azote liquide. Eloignez toute personne de la zone de transfert.

6. Contrôler pendant toute la procédure de remplissage la pression de transfert sur le manomètre (17) ainsi que le bon passage du liquide (échappement de gaz de la cheminée azote gauche).
7. Contrôler pendant le transfert si le réservoir de transport contient toujours assez d'azote liquide.



Remarque

Le réservoir est vide lorsque la pression au manomètre (17) tombe brutalement.



Remarque

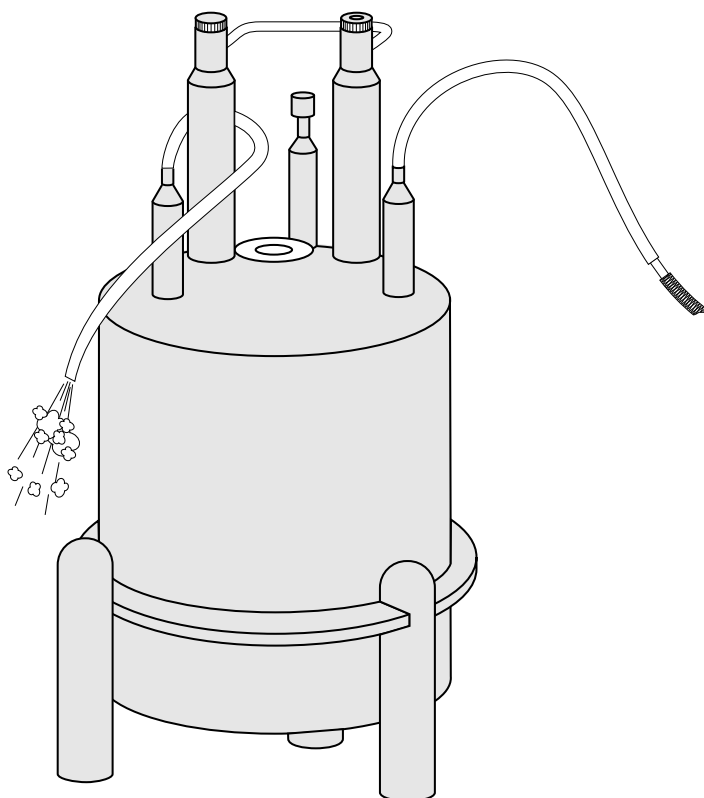
La procédure de remplissage est terminée lorsque de l'azote liquide gicle par l'extrémité du tuyau en Téflon fixé sur la cheminée d'azote gauche de l'aimant.

**Précaution**

Le jet d'azote doit être dirigé de façon à ne pas toucher l'aimant.

6.2 Terminer la procédure de remplissage

Vous terminez la procédure de remplissage dès que l'azote liquide gicle par l'extrémité du tuyau en Téflon fixé sur la cheminée d'azote gauche de l'aimant.



Fin de la procédure de remplissage

1. Terminer la procédure en fermant la vanne d'évacuation de l'azote liquide (12) et/ou
2. en lâchant la pression du réservoir de transport par l'ouverture de la vanne d'évacuation de l'azote gaz (11).
3. Fermer la vanne de mise en pression du réservoir.

6.3 Remise en l'état d'origine

Après avoir terminé la procédure de remplissage vous remettez le système en l'état d'origine de la façon suivante :

1. Laisser dégivrer le tuyau de transfert (14) en attendant une dizaine de minutes.

2. Réchauffer précautionneusement le bout du tuyau de transfert à l'aide d'un pistolet à air chaud.
3. Oter le tuyau de transfert (14) de la cheminée d'azote droite (23) de l'aimant.
4. Oter le tuyau en Téflon (31) de la cheminée d'azote gauche (25).
5. Vérifier le passage des cheminées d'azote de l'aimant (échappement d'azote gaz ou en introduisant le Dip Stick).
6. Rebrancher le système de régulation de débit d'azote (26).



Précaution

Ne débouchez jamais les cheminées d'azote sans avoir, préalablement prévenu votre service Bruker le plus proche.



Remarque

Notez que la vanne anti-retour (24) doit être montée dans le sens du flux de l'azote gaz, c'est à dire la flèche dans la même direction que ce flux.

7. Si l'aimant est posé sur des amortisseurs gonflables : Réactiver le système en mettant l'interrupteur qui se trouve sur le pied de l'aimant sur position UP.

6.4 Mettre à jour les documents de remplissage

Par la procédure de remplissage on remplace la partie de l'azote qui s'est évaporée. En relevant systématiquement les quantités transférées vous pouvez déterminer la consommation moyenne de votre aimant. Une déviation importante de cette valeur peut vous indiquer un dysfonctionnement de l'aimant.

1. Relever la date et la quantité transférée.

Remplissage d'Hélium

7 Réservoir de transport d'hélium liquide

Pour le transport de l'hélium liquide - symbole chimique He - il existe différents types de réservoirs de transport. Les caractéristiques décrites se rapportent à tous les types de réservoirs et doivent être prises en compte pour effectuer un remplissage en toute sécurité.

7.1 Risque dû à la basse température

Le réservoir de transport contient de l'hélium liquide à la température de -269°C . Respectez, lors de la manipulation du réservoir, les recommandations du chapitre 1, „Sécurité lors du remplissage“, page 3.

7.2 Caractéristiques du réservoir de transport d'hélium

Pour que le réservoir de transport d'hélium soit adapté au remplissage, il doit répondre aux caractéristiques suivantes :

- Il doit être non magnétique de façon à ne pas être attiré par les forces magnétiques de l'aimant.



Attention

Risque de blessures dues à des chocs. Les réservoirs de transport ferromagnétiques sont attirés par l'aimant et peuvent blesser des personnes.

- Il doit être équipé d'une soupape de sécurité de surpression fixe et non réglable.
- Il doit être équipé d'une vanne de surpression qui permet l'évacuation continue de l'hélium en évaporation.

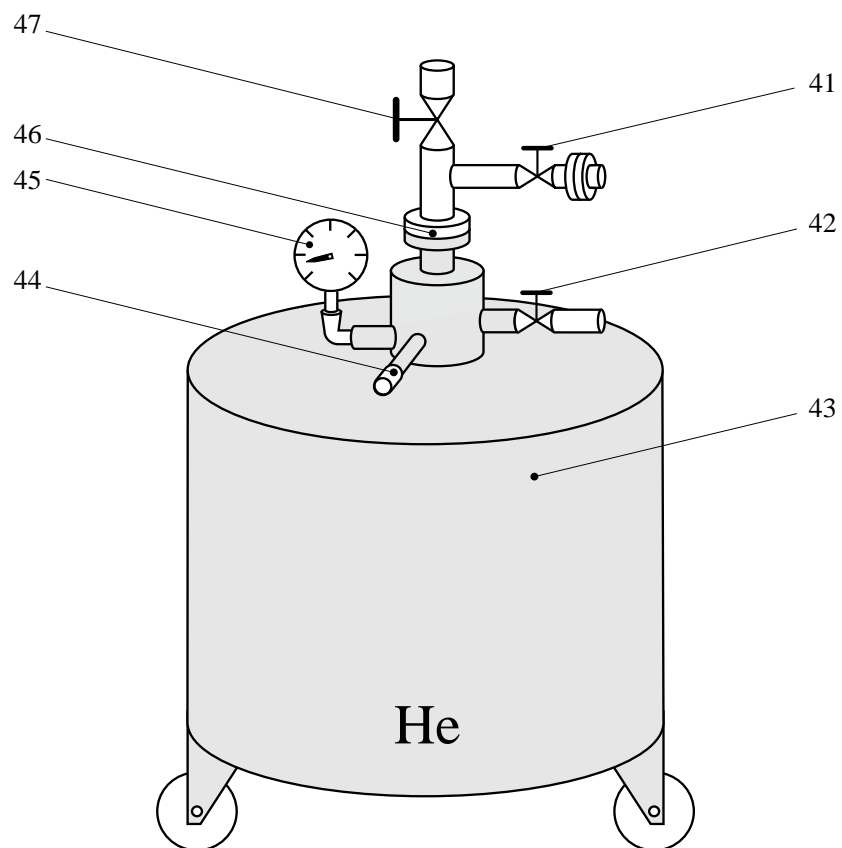


Précaution

Risque de détérioration de l'aimant. Un réservoir de transport magnétique est attiré par les forces magnétiques et peut endommager l'aimant.

7.3 Composition

Un réservoir de transport d'hélium liquide est composé des éléments suivants :



Réservoir de transport d'hélium

Légende

- 41 Vanne d'évacuation du gaz et/ou de mise en pression.
- 42 Vanne de surpression avec robinet de fermeture.
- 43 Réservoir de transport
- 44 Soupape de sécurité
- 45 Manomètre
- 46 Raccord à joint torique
- 47 Vanne de soutirage d'hélium liquide

8 Canne de transfert

Vu les très basses températures, une canne de transfert spécifique pour l'hélium liquide est nécessaire. Elle est à double paroi, isolée et sous vide.

**Remarque**

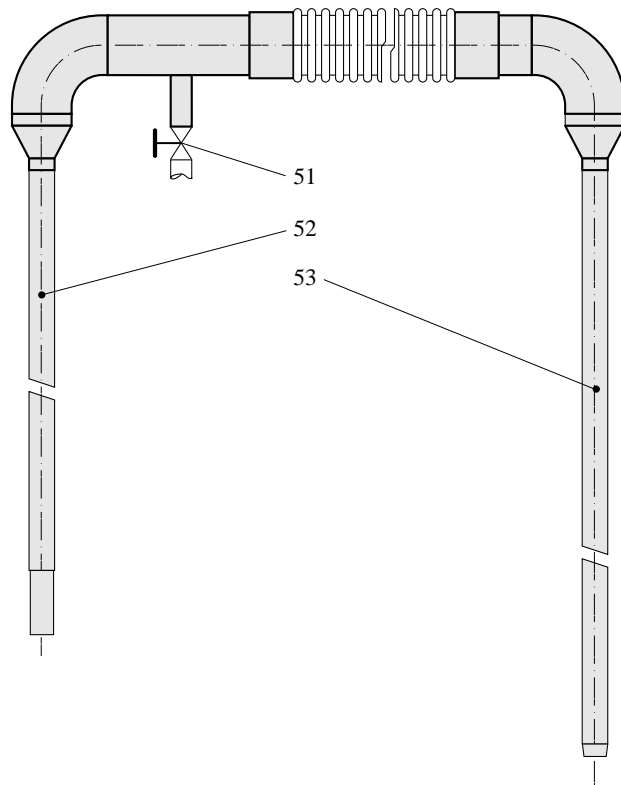
N'utilisez aucun autre mode de transfert ni une canne endommagée. La canne de transfert gèlerait et l'hélium s'évaporerait.

**Précaution**

En cas de problème avec la canne de transfert, contactez votre service Bruker le plus proche.

**Remarque**

On reconnaît une canne de transfert défectueuse lorsqu'elle givre fortement à l'endroit non isolé.



Canne de transfert

Légende

- 51 Vanne de pompage de la canne de transfert
- 52 Tube de raccord côté aimant
- 53 Tube de raccord côté réservoir de transport

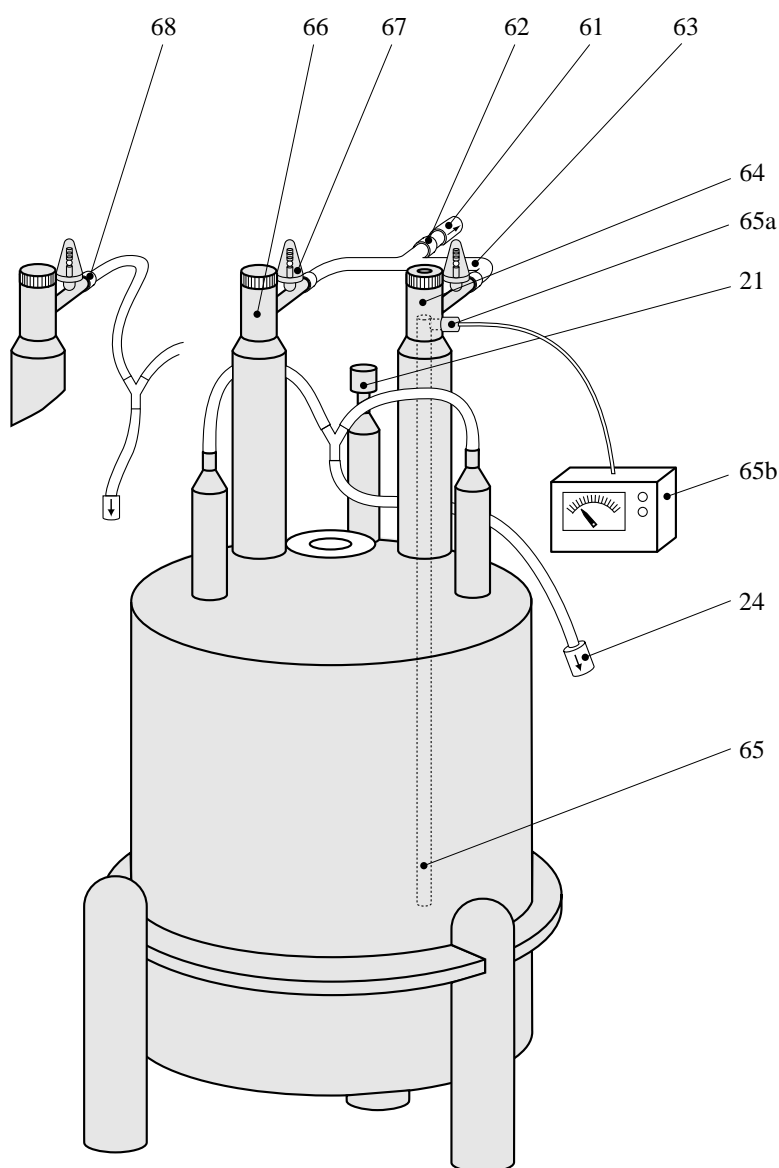
9 Aimant

Vous trouvez ci-après tous les éléments que vous devez connaître pour effectuer un transfert d'hélium liquide sans risque.



Précaution

L'aimant contient de l'hélium liquide et génère un champ magnétique très intense. Respectez les recommandations du chapitre 1, „Sécurité lors du remplissage“, page 3.



Aimant

Légende

- 21 Soupape de sécurité (azote)
- 24 Vanne anti-retour (azote)
- 61 Vanne anti-retour (hélium)
- 62 Réducteur d'oscillation du bain d'hélium
- 63 Tube en U (collecteur)
- 64 Cheminée d'hélium droite avec siphon
- 65 Sonde de niveau d'hélium
- 65a Connecteur de branchement de la sonde de niveau d'hélium
- 65b Appareil de mesure du niveau d'hélium
- 66 Cheminée d'hélium gauche
- 67 Soupape de Quench
- 68 Adaptateur avec tuyau



Remarque

Tous les aimants ne sont pas équipés du tube en U (63). Ils sont alors équipés d'adaptateurs avec leur tuyau (68) qui sont respectivement reliés aux deux cheminées d'hélium. Ils sont assemblés par un raccord en Y et mis à l'air par la vanne anti-retour (61).

10 Contrôle du niveau

La mesure du niveau d'hélium dans l'aimant vous permet de déterminer la quantité d'hélium qu'il faut transférer lors de la procédure de remplissage. Une mesure de niveau dans le réservoir de transport vous permet de déterminer la quantité effectivement transférée ou encore de vérifier s'il contient toujours de l'hélium.

10.1 Contrôle du niveau d'hélium dans l'aimant

L'aimant est équipé, pour la mesure du niveau d'hélium, d'une sonde de mesure électrique (63). Vous pouvez brancher, sur le connecteur normé de la sonde (65a), tout appareil de mesure du marché. Respectez les recommandations d'utilisation de votre appareil de mesure.

10.2 Contrôle du niveau dans le réservoir de transport

La mesure du niveau dans le réservoir de transport n'est possible que avant ou après la procédure de remplissage. Il est cependant possible de contrôler pendant le transfert, s'il reste de l'hélium dans le réservoir.



Remarque

Pour la mesure du niveau il vous faut le Dip Stick. C'est un long tube fin qui se termine à une extrémité par un petit entonnoir. On peut s'en procurer chez Bruker sous la référence Z27451.

Mesurer le niveau

Pour mesurer le niveau dans le réservoir de transport il vous faut, au sens propre du terme, un minimum de doigté. Procédez comme suit :

1. Dépressuriser le réservoir de transport en ouvrant la vanne d'évacuation du gaz (41).
2. Ouvrir la vanne de soutirage d'hélium liquide (47) et introduire avec précaution le Dip Stick jusqu'au fond du réservoir.
3. Marquer la position du Dip Stick en le maintenant juste sur le haut de la vanne de sortie.
4. Fermer le bout du Dip Stick en y posant le pouce légèrement humecté, ou un morceau de plastique, de façon à entendre distinctement et à sentir le bouillonnement de l'hélium (très basse fréquence).
5. Sortir lentement le Dip Stick du réservoir jusqu'à ce que la fréquence de bouillonnement de l'hélium change brutalement.



Remarque

La fréquence de bouillonnement de l'hélium s'accélère très distinctement lorsque le bout du Dip Stick sort de l'hélium liquide. Si vous pensez avoir manqué le changement de fréquence, il suffit de replonger le Dip Stick dans le réservoir et de recommencer la manoeuvre.

6. Repérer, sur le Dip Stick, la position du changement de fréquence en le pinçant avec l'autre main au niveau du haut de la vanne de soutirage d'hélium.
7. Mesurer, sur le Dip Stick, la distance entre les deux marquages et déduire la quantité d'hélium disponible à l'aide de l'abaque se trouvant sur le réservoir.
8. Fermer la vanne d'évacuation du gaz (41) et la vanne de soutirage d'hélium liquide (47).

Contrôler le niveau

Pendant le transfert d'hélium, on ne peut contrôler qu'indirectement le niveau d'hélium restant dans le réservoir de transport.



Remarque

La sonde d'hélium est très sensible au givrage. Elle indique alors une valeur constante erronée. Certains appareils de mesure sont équipés d'un système de dégivrage. Reportez-vous au manuel d'utilisation.



Attention

Si le dégivrage ne peut pas être réalisé, contactez votre service Bruker le plus proche.

La méthode la plus simple est le contrôle du niveau à l'aide de l'appareil de mesure (65b). Si le niveau continue d'augmenter progressivement, il y a certainement encore du liquide dans le réservoir.

Si vous utilisez un ballon pour la mise en pression du réservoir, celui-ci ne se gonfle plus complètement par manque d'hélium liquide.

Si vous utilisez un cylindre d'hélium gaz pour la mise en pression du réservoir vous pouvez procéder comme suit :

1. Fermer la vanne de mise en pression (41) et ôter le tuyau provenant du cylindre d'hélium gaz.
2. Ouvrir la vanne de mise en pression (41) et observer si le réservoir est franchement sous pression.



Remarque

La pression ne peut pas s'établir dans un réservoir vide parce que le gaz s'évacue directement vers l'aimant à travers la canne de transfert.

3. Rebrancher le tuyau provenant du cylindre d'hélium gaz et ouvrir la vanne de mise en pression (41).

11 Préparations au transfert

Préparez l'aimant au transfert comme suit :

1. Si l'aimant est posé sur des amortisseurs gonflables : Faire reposer l'aimant au sol en évacuant l'air des amortisseurs. Mettre l'interrupteur qui se trouve sur le pied de l'aimant sur position DOWN.
2. Contrôler si les cheminées d'azote sont raccordées à une vanne anti-retour. Si ce n'est pas le cas, les fermer avec des bouchons en caoutchouc.



Précaution

L'utilisation de bouchons en caoutchouc entraîne une surpression dans l'aimant. N'oubliez pas de les enlever après la procédure de remplissage.

Par la fermeture du réservoir d'azote de l'aimant on évite les migrations d'air qui sont provoquées par l'abaissement de la température dû au transfert d'hélium.

3. Vérifier que la soupape de sécurité N2 (21) est bien montée sur la cheminée d'azote arrière.

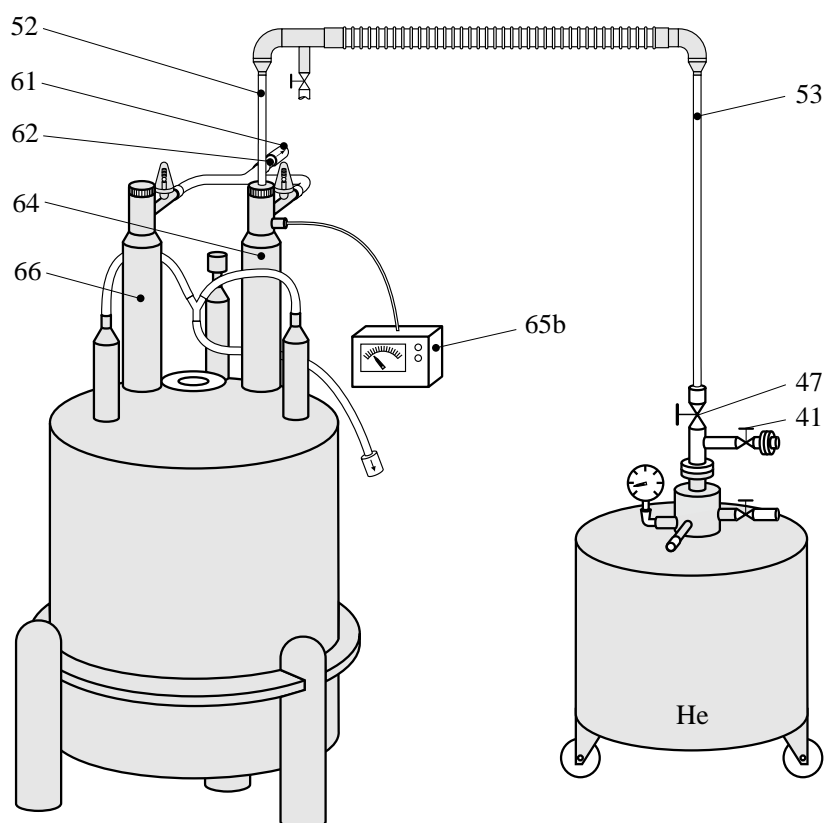


Précaution

Risque de fissuration de l'aimant. Laissez impérativement les soupapes de sécurité et de Quench à leur place respective.

12 Procédure de remplissage

Refroidissez tout d'abord la canne de transfert avant de relier le réservoir de transport à l'aimant. Le transfert de l'hélium s'effectue par une légère surpression dans le réservoir de transport. La fin de la procédure est atteinte lorsque de l'hélium liquide s'échappe de l'ouverture d'évacuation de l'aimant.



Système lors de la procédure de remplissage

Légende

- 41 Vanne d'évacuation du gaz et/ou de mise en pression.
- 47 Vanne de soutirage d'hélium liquide
- 61 Vanne anti-retour (hélium)
- 62 Réducteur d'oscillation du bain d'hélium
- 64 Cheminée d'hélium droite avec siphon
- 65b Appareil de mesure du niveau d'hélium
- 66 Cheminée d'hélium gauche

12.1 Refroidissement de la canne de transfert

Le refroidissement de la canne de transfert est obligatoire afin de pouvoir transférer de l'hélium liquide dans l'aimant. Procédez comme suit :



Important

Lisez attentivement les instructions suivantes avant de les exécuter :

1. Oter la vanne anti-retour (61) et le réducteur d'oscillation du bain d'hélium (62) si l'aimant en est équipé.
2. Oter l'adaptateur avec son tuyau (68) de la cheminée d'hélium gauche (66).
3. Refermer l'ouverture en la bouchant à l'aide d'un mouchoir en papier.



Remarque

De cette façon vous évitez toute migration d'air dans le réservoir d'hélium. L'air dans le réservoir d'hélium gèle immédiatement.

4. Dépressuriser le réservoir de transport en ouvrant momentanément la vanne d'évacuation du gaz (41).
5. Fermer toutes les vannes du réservoir de transport.
6. Introduire le tube de raccord (53) de la canne de transfert dans la vanne de soutirage d'hélium (47) jusqu'à ce qu'elle bute sur la bille de fermeture.
7. Préparer au transfert la cheminée d'hélium droite de l'aimant (64). Oter l'ensemble : bouchon, écrou de blocage, rondelle et joint torique, et reboucher immédiatement la cheminée en reposant le bouchon dans l'orifice de façon à éviter toute migration d'air dans le réservoir d'hélium.
8. Préparer la canne de transfert pour le raccord à l'aimant en montant l'écrou de blocage, la rondelle et le joint torique sur le tube (52) de la canne de transfert.
9. Ouvrir la vanne de soutirage d'hélium (47). Enfoncer progressivement la canne de transfert dans le réservoir de transport jusqu'à ce que l'hélium gaz s'échappe par l'autre bout de la canne.
10. Laisser refroidir la canne de transfert jusqu'à éjection d'hélium liquide.



Remarque

On peut très facilement reconnaître l'hélium liquide au bout de la canne. Le jet prend la forme d'une flamme de bougie.

12.2 Raccorder la canne de transfert

Dès que la canne de transfert est refroidie on peut établir la liaison entre le réservoir de transport et l'aimant pour commencer la procédure de transfert.



Précaution

Risque de quench dû à l'introduction d'une canne de transfert pas suffisamment refroidie. Refroidir la canne de transfert jusqu'à éjection d'hélium liquide.

11. Introduire avec précaution le tube de raccord (52) de la canne de transfert (sans son prolongateur) dans la cheminée d'hélium droite et fixer avec l'écrou de blocage.



Important

Le tube de la canne de transfert ne doit en aucun cas être introduit dans le siphon du réservoir d'hélium. Si celle-ci bute sur le siphon, retirez la de 2 à 3 cm et bloquez la à l'aide de l'écrou.

12.3 Mise en pression du réservoir de transport

L'hélium est transféré grâce à une légère surpression dans le réservoir de transport. Elle ne doit en aucun cas dépasser 0,35 bar de pression. La pression peut être établie de la façon suivante :

12. Raccorder un cylindre d'hélium gaz de bonne qualité à la vanne de mise en pression (41) et ouvrir légèrement la vanne pour établir progressivement la surpression, ou
13. Raccorder un ballon en caoutchouc à la vanne de mise en pression (41) et écraser le ballon. L'échange d'hélium chaud ainsi provoqué dans le réservoir de transport suffit à créer la surpression désirée.



Remarque

Pour certains réservoirs de transport mal isolés la surpression s'établit naturellement par l'évaporation de l'hélium liquide.



Remarque

La durée de la procédure de remplissage peut être de une heure si vous attendez d'avoir atteint la limite basse du niveau d'hélium dans l'aimant avant de faire l'appoint.

12.4 Transférer l'hélium



Remarque

Le transfert débute dès que vous introduisez le tube de raccord (52). On s'en rend compte par le fait que le mouchoir en papier est éjecté de la cheminée d'hélium gauche.

14. Introduire le tube de raccord (53) à fond dans le réservoir de transport puis remonter d'environ trois centimètres. On évite ainsi que la canne ne se bouche pendant le transfert.
15. Activer en continu le système de mesure du niveau d'hélium dans l'aimant (65b)
16. Maintenir la surpression dans le réservoir de transport (cf. chapitre 12.3, „Mise en pression du réservoir de transport“, page 26.

12.5 Surveillance du transfert d'hélium

17. Surveiller toute la procédure de remplissage et veiller à garder la surpression à 0,35 bar maximum.



Précaution

Risque d'explosion des réservoirs suite à une surpression. Respectez impérativement la pression maximale de 0,35 bar.



Remarque

50 à 100 mbar suffisent pour un transfert correct.

18. Vérifier lors du transfert si le réservoir de transport contient encore de l'hélium liquide (cf. 10.2, „Contrôle du niveau dans le réservoir de transport“, page 21.



Remarque

Une augmentation progressive de la mesure d'hélium dans l'aimant (65b) indique la présence d'hélium liquide dans le réservoir de transport.



Remarque

La sonde d'hélium est très sensible au givrage. Elle indique alors une valeur constante erronée. Certains appareils de mesure sont équipés d'un système de dégivrage. Reportez-vous au manuel d'utilisation.



Attention

Si le dégivrage ne peut pas être réalisé, contactez votre service Bruker le plus proche.

19. Arrêter le transfert dès que le réservoir d'hélium de l'aimant est plein.

On reconnaît un réservoir plein aux points suivants :

- La sonde de mesure indique 100%.
- De l'air liquide (azote et oxygène) goutte du tube en U.



Remarque

Respectez les recommandations de prudence décrites au chapitre 1.4, „Se protéger du risque d'incendie et d'explosion“, page 4

- De l'hélium liquide, reconnaissable par sa flamme, s'échappe de l'ouverture d'évacuation.

12.6 Arrêter la procédure de transfert et ôter la canne de transfert

La procédure s'arrête lorsque de l'hélium liquide, reconnaissable par sa flamme, s'échappe de l'ouverture d'évacuation.

Pour arrêter la procédure de remplissage procédez comme suit :

1. Fermer la vanne de mise en pression (41) et enlever le cylindre d'hélium gaz externe.
2. Dépressuriser le réservoir de transport en ouvrant la vanne de mise en pression (41).
3. Dévisser l'écrou de blocage et extraire simultanément la canne de transfert des deux réservoirs.



Précaution

Risque de gelures en touchant la canne de transfert qui est à très basse température. Portez des gants de protection lors de la manoeuvre.

4. Refermer immédiatement la cheminée d'hélium droite en y posant provisoirement le bouchon.



Remarque

Dégivrez toutes les pièces givrées à l'aide d'un pistolet à air chaud.

5. Oter le joint torique, la rondelle et l'écrou de blocage de la canne de transfert dès qu'ils sont dégivrés. Vérifier la qualité du joint torique.

12.7 Remise en l'état d'origine

Après la procédure de remplissage on remet le système en l'état d'origine.

1. Refermer toutes les vannes du réservoir de transport.
2. Ouvrir la vanne de surpression (42) du réservoir de transport.
3. Refermer définitivement la cheminée d'hélium droite (64) avec le joint torique, la rondelle, le bouchon et l'écrou de blocage.
4. Monter la vanne anti-retour (61) sur la sortie du tube en U de l'aimant avec la flèche dans le sens de circulation de l'hélium gaz, c'est à dire vers la sortie de l'aimant.

13 Travaux de finition

Vous terminez la procédure de remplissage d'hélium en contrôlant si l'aimant est à nouveau dans les conditions normales de fonctionnement, et en mettant les documents de remplissage à jour.

13.1 Mettre à jour les documents de remplissage

Par la procédure de remplissage on remplace la partie de l'hélium qui s'est évaporée. En relevant systématiquement les quantités transférées vous pouvez déterminer la consommation moyenne de votre aimant. Une déviation importante de cette valeur peut vous indiquer un dysfonctionnement de l'aimant.

1. Déterminer les quantités transférées par pesée ou mesure du niveau au Dip Stick.
2. Relever la date et la quantité transférée dans l'aimant et prélevée du réservoir de transport.
3. Vérifier que les cheminées d'azote sont équipées de soupapes anti-retour et ôter éventuellement les bouchons.



Précaution

Risque de surpression dans l'aimant en cas d'oubli des bouchons en caoutchouc. Enlevez impérativement les bouchons.

4. Si l'aimant est posé sur des amortisseurs gonflables : Réactiver le système en mettant l'interrupteur qui se trouve sur le pied de l'aimant sur position UP.

13.2 Contrôles

Contrôlez les points suivants pour s'assurer des bonnes conditions de fonctionnement de l'aimant :

5. Contrôler immédiatement après le remplissage que le tube en U dégivre progressivement. Aider éventuellement au dégivrage en utilisant avec précaution un pistolet à air chaud.
6. Contrôler après quelques heures que l'azote gaz s'évacue bien par les cheminées d'azote.



Précaution

Risque de fissuration de l'aimant si les cheminées d'azote sont gelées. Vérifiez que le passage est assuré.



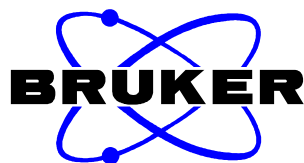
Remarque

Si après quelques heures il n'y a toujours pas d'échappement d'azote gaz cela peut provenir du fait que les cheminées sont gelées. Contrôlez la qualité du passage en vous référant au chapitre 5.2, „Préparation de l'aimant“, page 11.



Précaution

Ne débouchez jamais les cheminées d'azote sans avoir, préalablement prévenu votre service Bruker le plus proche.

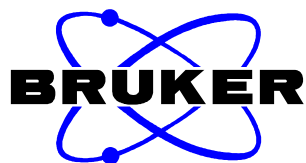


Annexe

14 Termes techniques

Dans ce glossaire sont énumérés les termes techniques les plus importants.

Aimant	Aimant supraconducteur plongé dans un réservoir d'hélium liquide qui est, pour des raisons d'isolation, entouré d'un réservoir d'azote liquide.
Amortisseurs gonflables	Amortisseurs antivibratoires. Ils sont montés sur ou dans le pied de l'aimant.
Amortisseur du bain d'hélium	Système monté sur le tube en U pour amortir les oscillations thermo-acoustiques du l'hélium gaz.
Azote	Gaz incolore et inodore de symbole chimique N ₂ Azote liquide -196°C
Canne de transfert	Conduite avec paroi d'isolation sous vide pour hélium liquide.
Dip Stick	C'est un long tube fin qui se termine à une extrémité par un petit entonnoir pour la mesure du niveau de l'hélium liquide.
Flamme	Forme visible de l'hélium liquide en sortie d'une conduite.
Fluide cryogène	Gaz liquéfié à très basse température.
Hélium	Gaz incolore et inodore de symbole chimique He.
Manomètre	Appareil de mesure de pression des gaz.
Quench	Décharge brutale de l'aimant par perte de l'état supraconducteur Lors d'un quench, l'énergie de l'aimant est transformée en chaleur, ce qui entraîne l'évaporation d'une grande quantité d'hélium et d'azote.
Réservoir de transport	Réservoir avec paroi d'isolation sous vide pour le transport de fluides cryogènes.
Siphon	Entonnoir métallique avec un tube qui va jusqu'au fond du réservoir d'hélium de l'aimant.



Sonde Hélium	Sonde de mesure électrique du niveau d'hélium.
Soupape de quench	Soupape de surpression à grand débit.
Système de régulation de débit d'azote	Ensemble monté sur l'aimant qui permet la mise à l'air de l'azote gaz tout en empêchant la migration de l'air dans le réservoir d'azote liquide.
Tige en Epoxy	Longue tige en fibre de verre pour la mesure du niveau d'azote.
Tube en U	Raccord de liaison des deux cheminées d'hélium de l'aimant.

15 Panneaux de signalisation / pictogrammes

Attention : Champs magnétiques intenses.



Danger : Entrée interdite aux personnes porteuses de stimulateur cardiaque.



Danger : Entrée interdite aux personnes porteuses



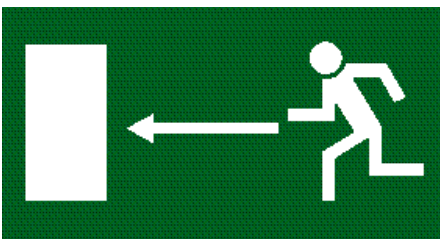
Attention : Risque d'endommagement des montres, appareils électroniques, etc...

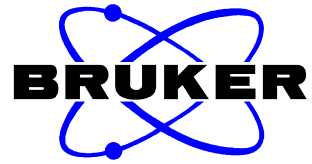


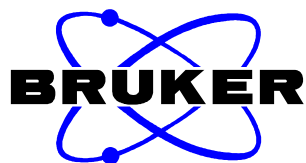
Attention : Risque d'endommagement des cartes de crédit, supports magnétiques, etc...



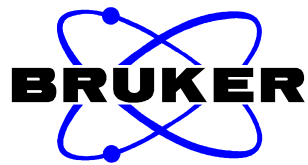
Remarque : Issue de secours du laboratoire.







A	aimant 9 arrêter la procédure de remplissage 28 Augmentation de la température 4
C	Canne de transfert 18 Contrôle du niveau 21 Contrôle du niveau d'hélium dans l'aimant 21 Contrôle du niveau dans le réservoir de transport 21
D	Danger pour les personnes porteuses de stimulateur cardiaque 3 Dip Stick 10
E	Evaporation importante 5
F	Fortes oscillations du gaz 5
G	gelures 3
L	Liquide surchauffé 5
M	mesure à l'aide d'un Dip Stick 10 Mesure à l'aide d'une tige en Epoxy 10 Mesurer le niveau 21 Mise en pression du réservoir de transport 26 Moyens de mesure du niveau 10
O	ôter la canne de transfert 28
P	Préparation du réservoir de transport 11 Procédure de remplissage (azote) 12 Procédure de remplissage (Helium) 24 Processus d'évaporation 4
R	Raccorder la canne de transfert 26 Récipient de transport 5 Récipients pressurisés 4 Réducteur d'oscillation du bain d'hélium 20 refroidissement de la canne de transfert 25 Remplissage Hélium 16 Réservoir de transport d'azote liquide 7 Réservoir de transport d'hélium liquide 16 Risque d'auto-allumage ou d'explosion 4 Risque d'étouffement 4 Risque de basculement 6
S	



	Se protéger des fluides cryogènes 3
	Se protéger des gaz 4
	Se protéger des risques mécaniques 6
	Se protéger du flux magnétique 3
	Se protéger du risque d'explosion dû aux récipients de transport pressurisé 4
	Se protéger du risque d'incendie et d'explosion 4
	système de flux N2 9
T	
	Temperatur Diagram 5
	Terminer la procédure de remplissage (azote) 14
	Transférer l'hélium 26
	transfert de l'azote 13
	Tube en U 20
	tuyau de transfert 12
V	
	Vérifier le passage des deux embouchures d'azote 11



Notes:

Bruker BioSpin **your solution partner**

Bruker BioSpin provides a world class, market-leading range of analysis solutions for your life and materials science needs

● **Bruker BioSpin Group**

info@bruker-biospin.com
www.bruker-biospin.com