

12

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22 Date de dépôt : 08.11.22.

30 Priorité :

43 Date de mise à la disposition du public de la
demande : 10.05.24 Bulletin 24/19.

56 Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

60 Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

○ Demande(s) d'extension :

71 Demandeur(s) : COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATO-
MIQUE ET AUX ENERGIES ALTERNATIVES Etablis-
sement public à caractère industriel et commercial —
FR.

72 Inventeur(s) : BOULEAU Eric et DE PAËPE Gaël.

73 Titulaire(s) : COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATO-
MIQUE ET AUX ENERGIES ALTERNATIVES Etablis-
sement public à caractère industriel et commercial.

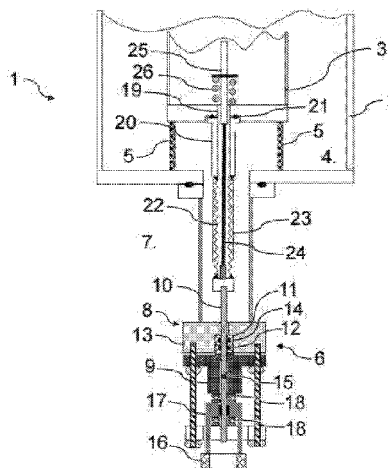
74 Mandataire(s) : Cabinet NONY.

54 Dispositif pour paramétrer une sonde à double enceinte hermétique, Application à l'analyse par spectroscopie par résonance magnétique nucléaire (RMN) à basse température.

57 Dispositif pour paramétrer une sonde à double en-
ceinte hermétique, Application à l'analyse par spectroscopie
par résonance magnétique nucléaire (RMN) à basse tempé-
rature.

L'invention concerne un dispositif (1), comprenant :- une
enceinte hermétique (2) comprenant un fourreau (6) débou-
chant à l'extérieur (7) de l'enceinte hermétique, - une boîte
cryogénique (3) agencée dans l'enceinte hermétique et
comprenant une ouverture (19) débouchant dans l'enceinte
hermétique, - une tige de réglage (25) montée en translation
dans la boîte cryogénique pour régler le positionnement
d'un élément logé dans la boîte cryogénique, - une barre
de transmission (10) traversant de manière étanche le four-
reau, et, étant déplaçable en translation selon l'axe longitu-
dinal du fourreau par un élément à l'extérieur du fourreau, la
barre de transmission étant reliée à la tige de réglage pour
transmettre la translation de la barre à la tige et vice-et-ver-
sa, - un soufflet ondulé (22) fixé de manière étanche à la
barre de transmission et autour de l'ouverture pour fermer
hermétiquement la boîte cryogénique.

Figure pour l'abrégé : Fig. 1



Description

Titre de l'invention : Dispositif pour paramétrer une sonde à double enceinte hermétique, Application à l'analyse par spectroscopie par résonance magnétique nucléaire (RMN) à basse température.

Domaine technique

- [0001] La présente invention concerne les systèmes à double enceinte, notamment les systèmes comprenant une boîte à basse température, dite boîte cryogénique, contenue dans une enceinte hermétique à vide.
- [0002] Bien que décrite pour une application de spectroscopie par résonance magnétique nucléaire (RMN), la présente invention peut être mise en œuvre pour tout système à double enceinte hermétique, c'est-à-dire pour tout système comprenant une enceinte hermétique agencée à l'intérieur d'une autre enceinte hermétique.

Technique antérieure

- [0003] La spectroscopie par résonance magnétique nucléaire (RMN) est une méthode d'analyse non-destructrice utilisant le phénomène de résonance magnétique nucléaire (RMN), notamment pour analyser les structures moléculaires. La RMN se produit lorsque des noyaux atomiques de spin non nuls sont placés dans un champ magnétique statique et qu'ils sont excités par un rayonnement électromagnétique. Cette méthode est particulièrement utilisée en chimie organique, en chimie inorganique, en biologie et en science des matériaux.
- [0004] Dans la spectroscopie par RMN solide, il est usuel de mettre en place l'échantillon à analyser sur un rotor afin de le faire tourner autour d'un axe incliné de $54^{\circ}44'$, dit angle magique, par rapport au champ magnétique statique.
- [0005] Il est également connu que l'augmentation de l'intensité du champ magnétique, l'augmentation de la fréquence de rotation du rotor, et/ou l'utilisation du phénomène de polarisation dynamique nucléaire (DNP) permettent d'améliorer la sensibilité et la résolution de la spectroscopie par RMN.
- [0006] Il a été prouvé que, lors d'une analyse par RMN, plus la température est basse plus le rapport signal sur bruit est important et plus le gain dû au phénomène de DNP est important. Ainsi, les spectromètres RMN haute résolution fonctionnent généralement à basse température, notamment autour de 100 K. L'article [1] décrit un spectromètre RMN utilisant le phénomène DNP et fonctionnant à des températures inférieures à 100 K.
- [0007] Afin d'obtenir des basses températures, par exemple autour de ou inférieures à 100 K, il est préférable que le spectromètre RMN fonctionne de manière autonome et en boucle fermée. Un dispositif fonctionnant de manière autonome est un dispositif qui ne

nécessite pas d'alimentation en fluide cryogénique. Un dispositif en boucle fermée est un dispositif dans lequel un fluide de travail circule sans exposition au milieu extérieur et sans transfert de fluide hors de la boucle.

- [0008] Dans un spectromètre RMN autonome et à fonctionnement en boucle fermée, il est important de maintenir une grande pureté du fluide de travail, c'est-à-dire qu'il soit exempt le plus possible d'impuretés quelles que soient leurs natures (gazeuses, solides sous forme de particules, issues d'hydrocarbures, etc.).
- [0009] Les spectromètres RMN fonctionnant de manière autonome et en boucle fermée comprennent généralement une sonde à double enceinte hermétique, c'est-à-dire comprenant une enceinte hermétique à vide, par exemple à une pression inférieure ou égale à 10^{-5} mbar, et une boîte étanche, agencée dans l'enceinte hermétique, pressurisée, par exemple jusqu'à 4 bar, et à température cryogénique, par exemple autour voir inférieure à 100 K. Cet agencement de la boîte cryogénique dans l'enceinte hermétique à vide garantit une excellente isolation thermique et donc permet la réalisation de spectrométrie RMN à basse voire très basse température.
- [0010] Par ailleurs, le champ magnétique du spectromètre RMN peut être modifié légèrement en fonction du noyau atomique du matériau à analyser. Pour cela, la sonde comprend plusieurs composants appelées capacités d'accord qui sont logées dans la boîte cryogénique. Chacune des capacités d'accord comprend un noyau mobile qui permet d'ajuster précisément l'impédance d'une bobine de la sonde en fonction de la position du noyau dans la bobine.
- [0011] L'agencement des capacités d'accord dans la boîte cryogénique de la sonde les rend difficilement accessibles et donc complexifie leur réglage.
- [0012] De même, dans de tels spectromètres RMN, le stator, qui permet de faire tourner l'échantillon monté sur un rotor à une inclinaison sous l'angle magique, est agencé dans la boîte cryogénique étanche de la sonde. Le stator est donc difficilement accessible.
- [0013] Une méthode envisagée pour le réglage des capacités d'accord et/ou de l'angle d'inclinaison du stator consiste à démonter puis à remonter à température ambiante l'enceinte hermétique et la boîte cryogénique. Une telle méthode s'avère fastidieuse, chronophage et nécessite une purification de la boîte cryogénique après remontage afin de faire fonctionner le spectromètre RMN de manière autonome et en boucle fermée. En outre, une telle méthode est également complexe à mettre en œuvre car nécessite l'anticipation des modifications électroniques et mécaniques des capacités d'accord et/ou du stator engendrées par la descente à très basse température.
- [0014] Il existe donc un besoin pour un dispositif permettant de régler facilement et rapidement les capacités d'accord et/ou l'angle d'inclinaison du stator d'un spectromètre RMN comprenant une sonde à double enceinte hermétique.

[0015] Plus généralement, il existe un besoin pour un dispositif adapté pour régler et déplacer facilement et rapidement des éléments logés dans une boîte fonctionnant à des températures cryogéniques, elle-même agencée dans une enceinte hermétique.

[0016] Le but de l'invention est de répondre, au moins en partie, à ce(s) besoin(s).

Exposé de l'invention

[0017] Pour ce faire, l'invention concerne un dispositif, comprenant :

- une enceinte hermétique comprenant au moins un fourreau débouchant à l'extérieur de l'enceinte hermétique,
- une boîte cryogénique agencée dans l'enceinte hermétique et comprenant au moins une ouverture débouchant dans l'enceinte hermétique,
- au moins une tige de réglage montée en translation dans la boîte cryogénique de sorte à régler le positionnement d'un élément logé dans la boîte cryogénique,
- au moins une barre de transmission traversant de manière étanche le fourreau, la barre de transmission étant déplaçable en translation selon l'axe longitudinal du fourreau par un élément agencé à l'extérieur du fourreau, la barre de transmission étant reliée à la tige de réglage de sorte que la translation de la barre soit transmise à la tige et vice-et-versa,
- au moins un soufflet ondulé fixé de manière étanche à la barre de transmission et autour de l'ouverture de sorte à fermer hermétiquement la boîte cryogénique.

[0018] De préférence, le fourreau comprend un presse-étoupe configuré pour être compressé avec étanchéité sur la barre de transmission tout en la laissant déplaçable en translation.

[0019] De préférence, le presse étoupe comporte au moins un, de préférence au moins deux, joint(s) d'étanchéité, et des bagues de serrages, la (les) bague(s) de serrage(s) étant configurée(s) pour compresser le(s) joint(s) d'étanchéité sur la barre de transmission.

[0020] De préférence, le presse-étoupe comprend une chambre annulaire dans laquelle est(sont) logé(s) en partie le(s) joint(s) d'étanchéité, la chambre annulaire étant à une pression inférieure ou égale à 1.10^{-3} mbar.

[0021] De préférence, le fourreau comprend un manchon de guidage configuré pour guider la barre de transmission en translation et au moins un moyen de blocage pour bloquer en rotation la barre de transmission.

[0022] De préférence, le dispositif comprend une molette accessible de l'extérieur du fourreau et un mécanisme de transformation configuré pour transformer la rotation de la molette en une translation de la barre de transmission selon l'axe du fourreau. De préférence la barre de transmission comprend une portion filetée et le mécanisme de transformation comprend un écrou ou une roue dentée pour former, avec la portion filetée, un vérin à vis, respectivement un système pignon-crémaillère.

- [0023] De préférence, le dispositif comporte des roulements à billes configurés pour faciliter la rotation de la molette.
- [0024] La rotation de la molette peut se faire manuellement et/ou de manière motorisée. Le mécanisme de transformation peut comprendre un réducteur de vitesse configuré pour transmettre la rotation de la molette en une rotation de sortie, le rapport entre la vitesse de rotation de sortie sur la vitesse de rotation de la molette étant inférieur à 1/15, le mécanisme de transformation étant configuré pour transformer la rotation de sortie en une translation de la barre de transmission.
- [0025] De préférence, le soufflet ondulé est métallique.
- [0026] De préférence, le soufflet ondulé est soudé hermétiquement à la barre de transmission.
- [0027] De préférence, le dispositif comprend un joint annulaire assurant l'étanchéité de la fixation du soufflet ondulé autour de l'ouverture.
- [0028] Selon une première alternative, le dispositif peut comprendre un câble de transmission dont une de ses extrémités est fixée à la barre de transmission et l'autre de ses extrémités est fixée à la tige de réglage.
- [0029] De préférence, le dispositif comprend un tube de guidage configuré pour guider le coulisement du câble de transmission. De préférence, le tube de guidage s'étend le long d'une courbe, de préférence sous la forme d'un S.
- [0030] De préférence, le dispositif comprend un ressort de rappel monté autour de et fixé à la tige de réglage de sorte à la faire translater vers l'intérieur de la boîte cryogénique, lorsque le câble est détendu par une translation de la barre de transmission vers l'intérieur de la boîte cryogénique.
- [0031] Selon une deuxième alternative, la tige de réglage peut être fixée directement à la barre de transmission.
- [0032] De préférence, le dispositif comprend au moins une capacité d'accord agencée dans la boîte cryogénique, la capacité d'accord comprenant un noyau mobile en translation pour faire varier la capacité d'accord, l'extrémité de la tige de réglage opposée à celle reliée à la barre de transmission étant reliée, de préférence fixée, au noyau.
- [0033] De préférence, le dispositif comprend un stator agencé dans la boîte cryogénique et monté en rotation autour d'un axe transversal la tige de réglage étant reliée, de préférence fixée, au stator de sorte que la translation de la tige de réglage mette le stator en rotation autour de l'axe transversal.
- [0034] De préférence, l'enceinte hermétique est à une pression inférieure à 10^{-5} mbar.
- [0035] De préférence, la boîte cryogénique est à une pression comprise entre 1000 et 4000 mbar et/ou à une température inférieure à 30 K.
- [0036] De préférence, le dispositif constitue une sonde d'un spectromètre à résonance magnétique nucléaire (RMN). De préférence, la sonde comprend un stator et au moins

une tige de réglage dont la translation modifie l'inclinaison du stator, et/ou, au moins une tige de réglage dont la translation modifie une capacité d'accord de la sonde.

[0037] La présente invention consiste donc essentiellement en un dispositif comprenant une enceinte hermétique, une boîte cryogénique agencée dans l'enceinte hermétique et une tige de réglage de positionnement des éléments contenus dans la boîte cryogénique qui est reliée à une barre de transmission accessible depuis l'extérieur de sorte à ce que la translation de l'une assure celle de l'autre et vice-et-versa et ce même en cas de liaison non rigide entre elles. Le montage de la tige de réglage et de la barre de transmission est réalisé en maintenant étanches la boîte cryogénique et l'enceinte hermétique, notamment grâce à un soufflet étanche fixé à la barre de transmission. Le réglage de positionnement des éléments contenus dans la boîte peut par exemple permettre de choisir l'impédance d'une capacité d'accord contenue dans la boîte cryogénique.

[0038] Les composants de réglage depuis l'extérieur sont faciles à mettre en œuvre et sont peu encombrants.

[0039] En particulier, le soufflet, de préférence sous la forme d'un soufflet ondulé, garantit l'étanchéité de la boîte cryogénique à température ambiante comme à basse température, par exemple à une température inférieure à 100 K. Le soufflet ondulé garantit également une étanchéité malgré des différentiels de pression et de température qui peuvent être importants entre l'enceinte hermétique et la boîte cryogénique. De plus, l'utilisation d'un soufflet assure une bonne isolation thermique entre l'enceinte hermétique et la boîte cryogénique.

Brève description des dessins

[0040] D'autres avantages et caractéristiques ressortiront mieux à la lecture de la description détaillée, faite à titre illustratif et non limitatif, en référence aux figures suivantes :

[0041] [Fig.1] la [Fig.1] est une vue schématique en coupe longitudinale du dispositif selon l'invention, le tube de guidage du dispositif étant droit et le soufflet ondulé du dispositif étant soumis à une pression interne supérieure à la pression externe.

[0042] [Fig.2] la [Fig.2] est une vue schématique en coupe longitudinale du dispositif selon l'invention, le dispositif étant une sonde pour spectroscopie par RMN et la translation de la tige de réglage ajustant la capacité d'accord de la sonde.

[0043] [Fig.3] la [Fig.3] est une vue schématique en coupe longitudinale du dispositif selon l'invention, le dispositif étant une sonde pour spectroscopie par RMN et la translation de la tige de réglage ajustant l'angle d'inclinaison du stator de la sonde.

[0044] [Fig.4] la [Fig.4] est une vue schématique en coupe longitudinale du dispositif selon l'invention, le tube de guidage du dispositif s'étendant sous la forme d'un S et le soufflet ondulé du dispositif travaillant avec une pression interne supérieure à la pression externe.

[0045] [Fig.5] la [Fig.5] est une vue schématique en coupe longitudinale du dispositif selon l'invention, le tube de guidage du dispositif s'étendant sous la forme d'un S et le soufflet ondulé du dispositif travaillant avec une pression interne inférieure à la pression externe.

Description détaillée

[0046] Pour des raisons de clarté, les différents éléments des figures sont représentés en échelle libre, les dimensions réelles des différentes parties n'étant pas nécessairement respectées.

[0047] On a illustré à la [Fig.1] un dispositif 1 selon l'invention, comprenant une enceinte hermétique 2 et une boîte cryogénique 3 logée dans l'enceinte hermétique 2.

[0048] Le milieu interne 4 de l'enceinte hermétique 2 est à une pression inférieure ou égale à 10^{-5} mbar.

[0049] La boîte cryogénique 3 est étanche, pressurisée, par exemple jusqu'à 4 bar, et à température cryogénique, par exemple autour voir inférieure à 100 K. Cet agencement de la boîte cryogénique 3 dans l'enceinte hermétique 2 garantit une excellente isolation thermique.

[0050] Des supports isolants thermiques 5 supportent la boîte cryogénique 3 tout en limitant la conduction de chaleur.

[0051] L'enceinte hermétique 2 comprend un fourreau 6 débouchant d'une part sur le milieu extérieur 7 à l'enceinte hermétique 2 et d'autre part sur le milieu interne 4 de l'enceinte hermétique 2. Le fourreau 6 comprend un presse-étoupe 8 et un manchon de guidage 9.

[0052] Une barre de transmission 10 est insérée dans le fourreau 6 avec le presse-étoupe 8 en compression autour de la barre de transmission 10 de sorte à assurer l'étanchéité du fourreau 6. La barre de transmission 10 est montée en translation selon l'axe central du fourreau.

[0053] Le presse-étoupe 8 comprend trois bagues de serrages 11 et deux joints d'étanchéité 12 logés dans une structure cylindrique creuse 13. Le diamètre intérieur de la structure cylindrique creuse 13 est suffisant pour permettre le passage de la barre de transmission 10. Les bagues de serrages 11 sont serrées de sorte à comprimer les joints d'étanchéité 12 autour de la barre de transmission et par-là fermer de manière étanche le fourreau 6. La compression des joints d'étanchéités 12 réduit leur diamètre intérieur qui peut être ainsi inférieur au diamètre extérieur de la barre de transmission 10. La compression des joints d'étanchéité 12 peut être ajustée par un plongeur à vis.

[0054] Le presse-étoupe 8 comprend également une chambre annulaire 14 autour des bagues de serrages 11 et des joints d'étanchéité 12. La chambre annulaire 14 est pompée sous vide jusqu'à une pression, typiquement inférieure ou égale à 1.10^{-3} mbar. Ainsi, le volume entre les bagues de serrages 11 et les joints d'étanchéité 12 et le volume entre

les deux joints d'étanchéité 12 est à une pression inférieure ou égale à 1.10^{-3} mbar. Une telle pression permet de garantir une meilleure compression des joints d'étanchéité 12 et une meilleure étanchéité de la fermeture du fourreau 6.

- [0055] Par ailleurs, la barre de transmission 10 est bloquée en rotation sur elle-même dans le manchon de guidage 9. Pour ce faire, la barre de transmission 10 peut comprendre une goupille 15 agencée dans une fente creusée dans le manchon de guidage 9.
- [0056] Le dispositif 1 comprend une molette 16 agencée hors de l'enceinte hermétique 2 et solidaire d'un écrou 17 dans lequel est vissée la barre de transmission 10 en formant un système vis-écrou. Ce système 10, 17 similaire à un vérin à vis, permet de transformer la rotation de la molette 16 en une translation de la barre de transmission 10 selon l'axe central du fourreau. La rotation de la molette 16 peut se faire manuellement ou de manière motorisée. Des roulements à billes 18 sont agencés de part et d'autre de l'écrou 17 de sorte à faciliter la rotation de la molette 16.
- [0057] Le système vis-écrou 10, 17 permet de réaliser avec précision et facilement la translation de la barre de transmission 10. En outre, un tel système garantit le maintien en position de la barre 10, en absence de toute rotation de la molette 16.
- [0058] La boîte cryogénique 3 comprend une ouverture 19 autour de laquelle est fixé, de préférence vissé, un tube de guidage 20, notamment droit, qui s'étend dans l'enceinte hermétique 2.
- [0059] Un joint annulaire 21 assure l'étanchéité de la fixation du tube de guidage 20 autour de l'ouverture 19. Le joint annulaire 21 peut être un joint élastique avec une section profilée en C. Alternativement, le joint annulaire 21 peut être formé par un fil métallique, par exemple de l'indium. L'indium est particulièrement adapté aux températures cryogéniques. Le joint annulaire 21 peut être comprimé entre le tube de guidage 20 et la paroi de la boîte cryogénique 3 avec un effort de compression allant jusqu'à 50 N/mm.
- [0060] Le dispositif 1 comprend un soufflet ondulé 22 dont une extrémité est fixée de manière étanche au tube de guidage 20. L'autre extrémité du soufflet ondulé 22 est fixée de manière étanche autour de la barre de transmission 10 de sorte que la translation de la barre de transmission 10 dans un sens contracte le soufflet ondulé 22 et l'étire dans le sens opposé. Le soufflet ondulé 22 peut être soudé hermétiquement à la barre de transmission 10 et/ou au tube de guidage 20. Les soudures garantissent, avantageusement, une meilleure étanchéité pour des températures basses, par exemple inférieures ou égales à 100 K, et supportent des différentiels de pression et de température élevés.
- [0061] Dans le mode de réalisation illustré à la [Fig.1], la poussée de la barre de transmission 10 vers l'ouverture 19 contracte le soufflet ondulé 22, et, inversement, une tirée de la barre de transmission 10 vers l'extérieur étire le soufflet ondulé 22.

- [0062] Le soufflet ondulé 22 ferme hermétiquement l'ouverture 19 et assure l'étanchéité de la boîte cryogénique 3. La pression s'exerçant sur l'intérieur du soufflet ondulé 22 est égale à la pression s'exerçant dans la boîte cryogénique 3. La pression s'exerçant sur l'extérieur du soufflet ondulé 22 est égale à la pression du milieu interne 4 de l'enceinte hermétique 2.
- [0063] Le soufflet ondulé 22 est configuré pour résister au différentiel entre la pression s'exerçant sur son intérieur et la pression s'exerçant sur son extérieur. Notamment, l'épaisseur de la paroi du soufflet ondulé 22 peut être supérieure ou égale à 0,1 mm, de préférence comprise entre 0,05 et 0,012 mm. En outre, une telle épaisseur limite les pertes thermiques par conduction.
- [0064] A titre d'exemple, le soufflet ondulé 22 présente à l'état étiré une longueur égale à 80 mm et un diamètre égal à 16 mm.
- [0065] Le dispositif 1 comprend également un conduit 23 autour du soufflet ondulé 22 et configuré pour guider le soufflet ondulé 22 lors de sa contraction ou de son étirement. Le conduit 23 empêche ainsi le flambage du soufflet ondulé 22.
- [0066] Le dispositif 1 comprend un câble 24 dont une de ses extrémités est fixée à la barre de transmission 10 et l'autre de ses extrémités est fixée à une tige de réglage 25.
- [0067] Le câble 24 est agencé dans le soufflet ondulé 22 et le tube de guidage 20. La tige de réglage 25 est agencée dans la boîte cryogénique 3 en regard de l'ouverture 19. Ainsi, le câble 24 exerce une traction sur la tige de réglage 25 lorsque la barre de transmission 10 est tirée vers l'extérieur de l'enceinte hermétique 2.
- [0068] Le dispositif 1 comprend un ressort de rappel 26 dont une extrémité est fixée à la boîte cryogénique 3 et l'autre extrémité s'étend autour de et fixée à la tige de réglage 25. Le ressort de rappel 26 permet de maintenir le câble 24 sous tension lorsque la barre de transmission 10 est poussée vers la boîte cryogénique 3. En effet, cette poussée détend le câble 24 et l'effort du ressort de rappel 26 tend à nouveau le câble 24 et pousse simultanément la tige de réglage 25.
- [0069] Le câble 24 et le ressort de rappel 26 transmettent ainsi toute translation de la barre de transmission 10 selon l'axe du fourreau en une translation de la tige de réglage 25. Comme cela apparaîtra par la suite, la translation de la tige de réglage 25 dans la boîte cryogénique 3 permet de positionner précisément des éléments contenus dans la boîte cryogénique 3.
- [0070] Le câble 24 est, de préférence, dans un matériau métallique. De préférence, le câble 24 est multibrins, ainsi, il présente une grande souplesse ce qui facilite son mouvement dans le soufflet ondulé 22 et le tube de guidage 20.
- [0071] Afin de limiter les pertes thermiques par conduction, le câble 24 peut avoir un diamètre inférieur ou égal à 1 mm, de préférence compris entre 0,8 et 1,2 mm.
- [0072] Afin de garantir une bonne isolation thermique et électrique, la tige de réglage 25

peut être en verre époxy.

- [0073] On a illustré à la [Fig.2] un dispositif 1 selon l'invention constituant une sonde pour la spectroscopie par RMN.
- [0074] En plus des éléments du dispositif 1 décrits en relation avec la [Fig.1], la sonde 1 comprend une capacité d'accord 27 agencée dans la boîte cryogénique 3. La capacité d'accord 27 comprend un noyau 28 montée mobile en translation dans une enveloppe de sorte à faire varier l'impédance de la capacité d'accord 27.
- [0075] L'enveloppe de la capacité d'accord 27 est de forme cylindrique avec une longueur de 60 mm et un diamètre de 12 mm.
- [0076] La tige de réglage 25 est fixée, à son extrémité opposée au câble 24, au noyau 28. Ainsi, la translation de la tige de réglage 25 entraîne le noyau 28 en translation dans l'enveloppe de la capacité d'accord 27 et ainsi ajuste son impédance de la capacité d'accord 27. Autrement dit, avec la cinématique de transmission décrite, l'impédance de la capacité d'accord 27 peut être modifiée uniquement en tournant la molette 16 sur elle-même.
- [0077] A titre d'exemple, la tige de réglage 25 peut translater de 0,7 mm par tour complet de la molette 16 sur elle-même.
- [0078] La sonde 1 comprend également un stator 29 dans lequel est agencé un rotor 30 pour la spectroscopie par RMN. Le stator 29 comprend une bobine 31 reliée à la capacité d'accord 27 par une amenée de courant électrique 32. La bobine 31 est configurée pour générer un champ magnétique statique pour la spectroscopie par RMN. La variation de l'impédance de la capacité d'accord 27 modifie le champ magnétique statique généré par la bobine 31. Il est ainsi possible d'accorder le champ magnétique statique durant une spectroscopie par RMN d'un échantillon contenu dans le rotor 30 en fonction du noyau atomique du matériau à analyser.
- [0079] On a illustré à la [Fig.3] également un sonde 1 pour la spectroscopie par RMN, selon l'invention. La sonde 1 diffère du dispositif 1 illustré à la [Fig.1] en ce qu'elle comprend un réducteur de vitesse 34 étagé, agencé entre la molette 16 et l'écrou 17.
- [0080] Le réducteur de vitesse 34 transmet la rotation de la molette 16 en une rotation de sortie avec un rapport de réduction inférieur à 1/15, par exemple égal à 1/19.
- [0081] L'écrou 17 et la barre de transmission 10 transforment, similairement à un vérin à vis, la rotation de sortie en une translation de la barre de transmission 10 selon l'axe du fourreau.
- [0082] Le réducteur de vitesse 34 permet donc un ajustement précis de la translation de la barre de transmission 10 et, par-là, de la tige de réglage 25.
- [0083] A titre d'exemple, avec un réducteur de vitesse 34, la tige de réglage 25 peut translater de 0,037 mm par tour complet de la molette 16 sur elle-même.
- [0084] La sonde 1 comprend également un stator 29 destiné recevoir un rotor 30 pour la

spectroscopie par RMN. Le stator 29 comprend une bobine 31 configurée pour générer un champ magnétique statique pour la spectroscopie par RMN.

- [0085] Le stator 29 est monté en rotation autour son axe transversal 33. La tige de réglage 25 est fixée, à son extrémité opposée au câble 24, au stator 29 de sorte que la translation de la tige de réglage 25 entraîne le stator 29 en rotation autour son axe transversal 33. Ainsi, avec la cinématique de transmission décrite, l'angle d'inclinaison θ du stator 29 peut être ajusté en faisant tourner la molette 16 sur elle-même. L'angle d'inclinaison θ du stator 29 correspond à l'angle entre l'axe longitudinal dans lequel s'étend le stator 29 et le champ magnétique statique pour la spectroscopie par RMN.
- [0086] A titre d'exemple, un tour complet de la molette 16 sur elle-même correspond à une rotation de $00^{\circ}04'42''$ de l'angle d'inclinaison θ du stator 29. La sonde 1 est donc adaptée pour régler précisément l'angle d'inclinaison θ du stator 29 à $54^{\circ}44'$.
- [0087] On a illustré à la [Fig.4] un dispositif 1 selon l'invention. Il diffère de celui illustré sur la [Fig.2] en ce que le tube de guidage 20 n'est pas droit mais s'étend sous la forme d'un S, ce qui permet de réduire son encombrement. En outre, cela désaligne les translations de la barre de transmission 10 et de la tige de réglage 25, ce qui réduit l'espace nécessaire pour lesdites translations.
- [0088] On a illustré à la [Fig.5] un dispositif 1 selon l'invention. Il diffère de celui illustré à la [Fig.4] en ce que ce n'est pas le tube de guidage 20 qui est fixé autour de l'ouverture 19 mais le soufflet ondulé 22 dont une des extrémités est fixée autour de l'ouverture 19 en s'étendant dans la boîte cryogénique 3. Une bride 28 agencée à l'extrémité du soufflet ondulé 22 vient écraser le joint annulaire 21 de sorte à assurer l'étanchéité de la fixation du soufflet ondulé 22 autour de l'ouverture 19. L'autre extrémité du soufflet ondulé 22 est fixée, de préférence soudée, à la barre de transmission 10 et au tube de guidage 20. Le tube de guidage 20 s'étend sous la forme d'un S dans la boîte cryogénique 3.
- [0089] Ainsi, le soufflet ondulé 22 ferme hermétiquement l'ouverture 19 et assure l'étanchéité de la boîte cryogénique 3. La pression s'exerçant sur l'intérieur du soufflet ondulé 22 est égale à la pression du milieu interne 4 de l'enceinte hermétique 2. La pression s'exerçant sur l'extérieur du soufflet ondulé 22 est égale à la pression s'exerçant dans la boîte cryogénique 3.
- [0090] Le mode de réalisation de la [Fig.5] est avantageux lorsque la pression du milieu interne 4 est inférieure à la pression s'exerçant dans la boîte cryogénique 3. En effet, le soufflet ondulé 22 est plus résistant et moins sollicité mécaniquement lorsque la pression s'exerçant sur son extérieur est supérieure ou égale à la pression s'exerçant sur son intérieur. Ainsi, l'épaisseur de la paroi du soufflet ondulé 22 peut être moindre que celle des modes de réalisation des figures 1 et 2, par exemple comprise entre 0,05 et 0,08 mm. Le soufflet ondulé 22 est alors plus souple, ce qui facilite sa contraction et

son étirement, et, par conséquent, la translation de la barre de transmission 10.

[0091] D'autres variantes et améliorations peuvent être envisagées sans pour autant sortir du cadre de l'invention.

[0092] Notamment, le dispositif 1 peut comprendre une pluralité de fourreaux 6, autant d'ouvertures 19, et pour chaque fourreau 6 et ouverture 19, une barre de transmission et une tige de réglage reliées entre elles de sorte à faire translater un élément contenu dans la boîte cryogénique 3. Par exemple, dans le cas où le dispositif 1 est une sonde pour la spectroscopie par RMN, le dispositif 1 peut comprendre six tiges de réglage configurées chacune pour ajuster une des capacités d'accord 27 de la sonde, et une septième tige de réglage configurée pour ajuster l'angle d'inclinaison θ du stator 29 de la sonde.

Références citées

[0093] [1]: Yoh Matsuki and Toshimichi Fujiwara, « *Cryogenic Platforms and Optimized DNP sensitivity* », eMagRes, 2018, Vol 7: 9-24,

Revendications

- [Revendication 1] Dispositif (1), comprenant :
- une enceinte hermétique (2) comprenant au moins un fourreau (6) débouchant à l'extérieur (7) de l'enceinte hermétique,
 - une boîte cryogénique (3) agencée dans l'enceinte hermétique et comprenant au moins une ouverture (19) débouchant dans l'enceinte hermétique,
 - au moins une tige de réglage (25) montée en translation dans la boîte cryogénique de sorte à régler le positionnement d'un élément logé dans la boîte cryogénique,
 - au moins une barre de transmission (10) traversant de manière étanche le fourreau, la barre de transmission étant déplaçable en translation selon l'axe longitudinal du fourreau par un élément agencé à l'extérieur du fourreau, la barre de transmission étant reliée à la tige de réglage de sorte que la translation de la barre soit transmise à la tige et vice-et-versa,
 - au moins un soufflet ondulé (22) fixé de manière étanche à la barre de transmission et autour de l'ouverture de sorte à fermer hermétiquement la boîte cryogénique.
- [Revendication 2] Dispositif selon la revendication 1, le fourreau comprenant un presse-étoupe (8) configuré pour être compressé avec étanchéité sur la barre de transmission tout en la laissant déplaçable en translation.
- [Revendication 3] Dispositif selon la revendication 2, le presse étoupe comportant au moins un, de préférence au moins deux, joint(s) d'étanchéité (12), et des bagues de serrages (11),
la (les) bague(s) de serrage(s) étant configurée(s) pour compresser le(s) joint(s) d'étanchéité sur la barre de transmission,
de préférence le presse-étoupe comprenant une chambre annulaire (14) dans laquelle est(sont) logé(s) en partie le(s) joint(s) d'étanchéité, la chambre annulaire étant à une pression inférieure ou égale à 1.10^{-3} mbar.
- [Revendication 4] Dispositif selon l'une des revendications précédentes, le fourreau comprenant un manchon de guidage (9) configuré pour guider la barre de transmission en translation et au moins un moyen de blocage pour bloquer en rotation la barre de transmission.
- [Revendication 5] Dispositif selon l'une des revendications précédentes, comprenant une

molette (16) accessible de l'extérieur du fourreau et un mécanisme de transformation configuré pour transformer la rotation de la molette en une translation de la barre de transmission selon l'axe du fourreau, de préférence la barre de transmission comprenant une portion filetée et le mécanisme de transformation comprend un écrou (17) ou une roue dentée pour former, avec la portion filetée, un vérin à vis, respectivement un système pignon-crémaillère, de préférence le dispositif comportant des roulements à billes (18) configurés pour faciliter la rotation de la molette.

- [Revendication 6] Dispositif selon l'une des revendications précédentes, le soufflet ondulé étant métallique.
- [Revendication 7] Dispositif selon l'une des revendications précédentes, le soufflet ondulé étant soudé hermétiquement à la barre de transmission.
- [Revendication 8] Dispositif selon l'une des revendications précédentes, comprenant un joint annulaire (21) assurant l'étanchéité de la fixation du soufflet ondulé autour de l'ouverture.
- [Revendication 9] Dispositif selon l'une des revendications précédentes, comprenant un câble de transmission (24) dont une de ses extrémités est fixée à la barre de transmission et l'autre de ses extrémités est fixée à la tige de réglage, de préférence le dispositif comprenant un tube de guidage (20) configuré pour guider le coulisement du câble de transmission, de préférence le tube de guidage s'étendant le long d'une courbe, de préférence sous la forme d'un S.
- [Revendication 10] Dispositif selon la revendication précédente, comprenant un ressort de rappel (26) monté autour de et fixé à la tige de réglage de sorte à la faire translater vers l'intérieur de la boîte cryogénique, lorsque le câble est détendu par une translation de la barre de transmission vers l'intérieur de la boîte cryogénique.
- [Revendication 11] Dispositif selon l'une des revendications précédentes, comprenant au moins une capacité d'accord (27) agencée dans la boîte cryogénique, la capacité d'accord comprenant un noyau (28) mobile en translation pour faire varier la capacité d'accord, l'extrémité de la tige de réglage opposée à celle reliée à la barre de transmission étant reliée, de préférence fixée, au noyau.
- [Revendication 12] Dispositif selon l'une des revendications précédentes, comprenant un stator (29) agencé dans la boîte cryogénique et monté en rotation autour d'un axe transversal (33), la tige de réglage étant reliée, de préférence fixée, au stator de sorte que la translation de la tige de réglage mette le

stator en rotation autour de l'axe transversal.

[Revendication 13] Dispositif selon l'une des revendications précédentes, l'enceinte hermétique étant à une pression inférieure à 10^{-5} mbar.

[Revendication 14] Dispositif selon l'une des revendications précédentes, la boîte cryogénique étant à une pression comprise entre 1000 et 4000 mbar et/ou à une température inférieure à 30 K.

[Revendication 15] Dispositif selon l'une des revendications précédentes, constituant une sonde d'un spectromètre à résonance magnétique nucléaire (RMN), de préférence la sonde comprenant un stator et au moins une tige de réglage dont la translation modifie l'inclinaison du stator, et/ou, au moins une tige de réglage dont la translation modifie une capacité d'accord de la sonde.

[Fig. 1]

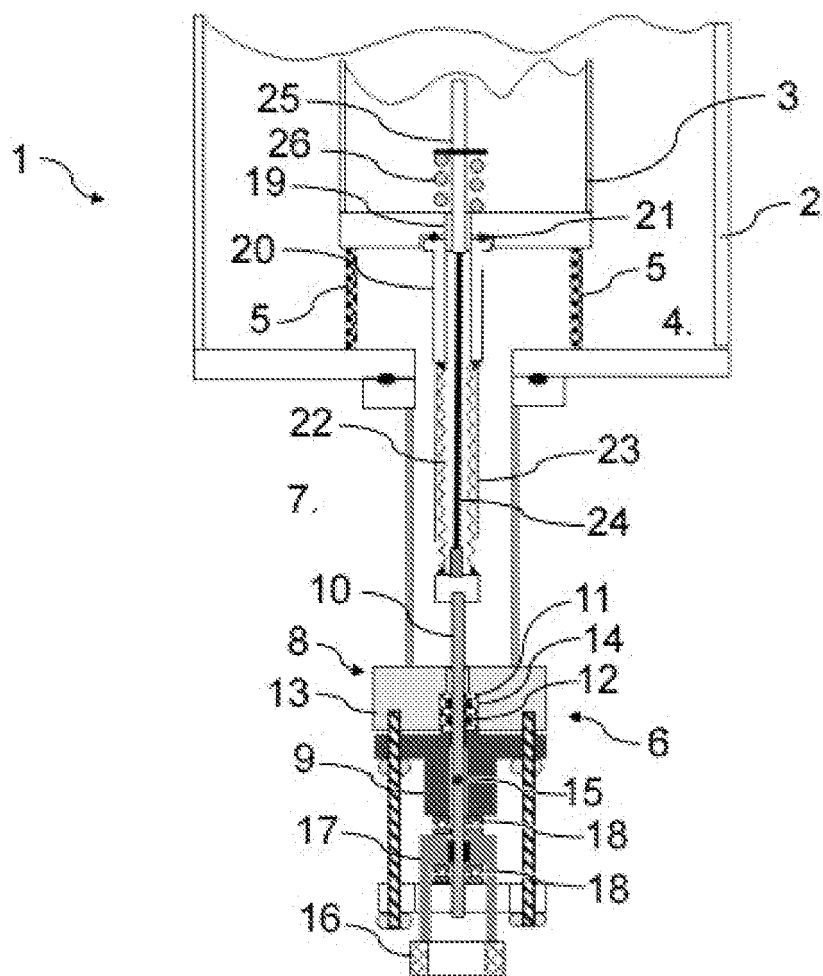


FIG. 1

[Fig. 2]

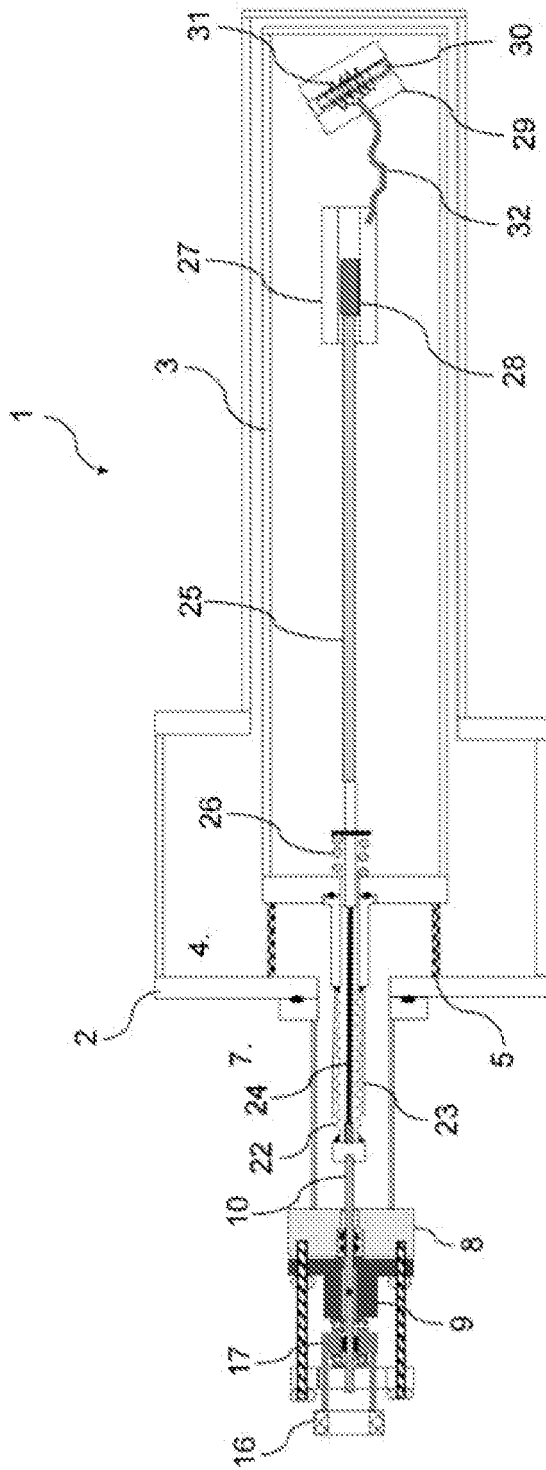


FIG. 2

[Fig. 4]

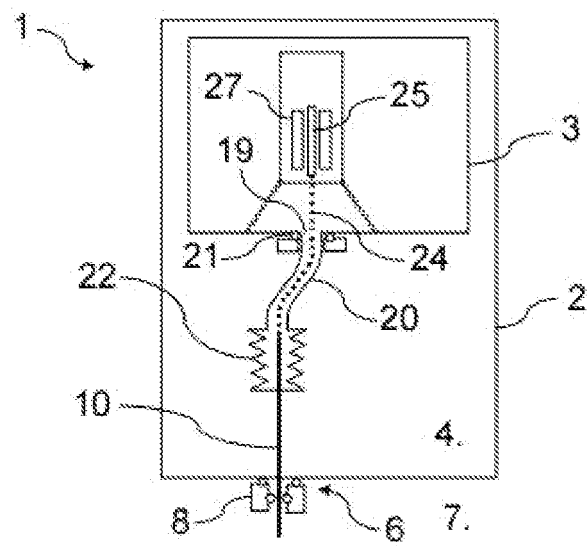


FIG. 4

[Fig. 5]

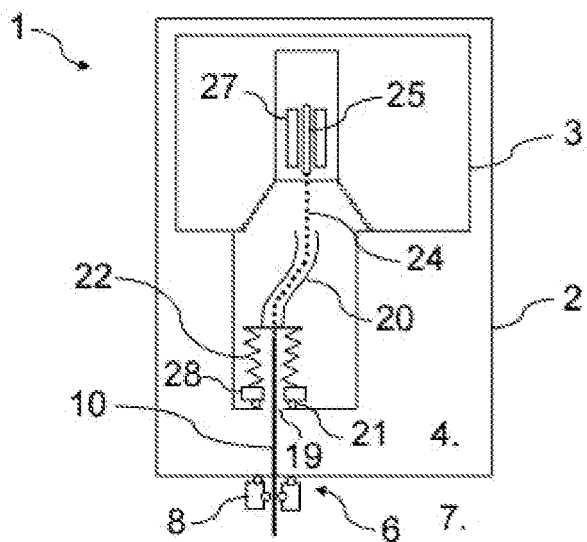


FIG. 5

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 912383
FR 2211622

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
X A	JP H07 198064 A (ISHIKAWAJIMA HARIMA HEAVY IND) 1 août 1995 (1995-08-01) * figures 1, 2 * * alinéa [0011] - alinéa [0016] * -----	1-11, 13, 14 12, 15	G01R33/46 B01L1/00 G01D11/00 G01N24/08 G01R33/28
X A	CN 201 228 801 Y (BEIJING SPECIAL CONSTRUCTION D [CN]) 29 avril 2009 (2009-04-29) * le document en entier * -----	1-11, 13, 14 12, 15	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
X A	JP S60 49684 A (HITACHI LTD) 18 mars 1985 (1985-03-18) * le document en entier * -----	1-11, 13, 14 12, 15	
X A	US 4 502 296 A (OGATA HISANAO [JP] ET AL) 5 mars 1985 (1985-03-05) * le document en entier * -----	1-11, 13, 14 12, 15	
X A	JP H05 217700 A (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES) 27 août 1993 (1993-08-27) * le document en entier * -----	1-11, 13, 14 12, 15	
A	US 7 282 919 B2 (DOTY SCIENT INC [US]) 16 octobre 2007 (2007-10-16) * le document en entier * -----	1-15	
-/--			G01R F16K H01L F17C H05H
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
5 mai 2023		Vanhaecke, Nicolas	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			

RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 912383
FR 2211622

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A	SCOTT FAITH J. ET AL: "A versatile custom cryostat for dynamic nuclear polarization supports multiple cryogenic magic angle spinning transmission line probes", JOURNAL OF MAGNETIC RESONANCE., vol. 297, 3 octobre 2018 (2018-10-03), pages 23-32, XP093044779, US ISSN: 1090-7807, DOI: 10.1016/j.jmr.2018.10.002 Extrait de l'Internet: URL:https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1090780718302416/pdf?md5=531cb902c14c6a5dbe96351eebc28c75&pid=1-s2.0-S1090780718302416-main.pdf> * le document en entier * -----	1-15	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC)
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
5 mai 2023		Vanhaecke, Nicolas	
CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

1

EPO FORM 1503 12.99 (P04C14)

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE **RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 2211622 FA 912383**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.
 Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du **05-05-2023**
 Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
JP H07198064 A	01-08-1995	JP 3413671 B2 JP H07198064 A	03-06-2003 01-08-1995

CN 201228801 Y	29-04-2009	AUCUN	

JP S6049684 A	18-03-1985	AUCUN	

US 4502296 A	05-03-1985	EP 0122498 A2 US 4502296 A	24-10-1984 05-03-1985

JP H05217700 A	27-08-1993	AUCUN	

US 7282919 B2	16-10-2007	US 2006176056 A1 WO 2006085261 A2	10-08-2006 17-08-2006
