

MEMOIRE

PRESENTE PAR

SERGE PUJOL

POUR OBTENIR LE DIPLOME SUPERIEUR DE RECHERCHE
DE L'UNIVERSITE JOSEPH FOURIER - GRENOBLE I
(CONSEILS SCIENTIFIQUES DU 6/11/1985 & DU 1/03/1988)

(SPECIALITE PHYSIQUE)

Etude et réalisation de réfrigérateurs à dilution en cycle ouvert

Le 1 juin 1994

Président :

L. Puech

Examineurs :

A. Benoît

D. Brochier

A. Ravex

J.P. Torre

MEMOIRE PREPAREE AU SEIN DU CENTRE DE RECHERCHES SUR LES TRES BASSES TEMPERATURES
- CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE -

Remerciements

Ce travail a été fait grâce à la collaboration entre l'Institut Laue-Langevin et le laboratoire CRTBT du CNRS.

J'ai ainsi eu la possibilité de travailler sur les problèmes de dilution au CRTBT pendant deux ans et en remercie la direction de l'ILL, ainsi que Monsieur Brochier.

Je remercie particulièrement Alain Benoît qui à été à l'origine de cette recherche. Alain m'a fait profiter de ses connaissances, de ses réflexions et de ses conseils. Et c'est grâce à notre enthousiasme et à notre opiniâtreté commune que ce travail a été mené à bien.

Merci à toute l'équipe technique pour sa collaboration, ainsi qu'à toutes les "personnes du hall", toujours là, toujours de bonne humeur, toujours disponibles et ceci, quelque soit l'heure.

Sommaire

SP 23

<u>Introduction</u>	3
 <u>Chapitre I: Principe de la dilution en cycle ouvert.</u>	
A Dilution irréversible	5
1) Principe d'un réfrigérateur à dilution	5
2) Calcul du refroidissement à partir de l'enthalpie de mélange	5
3) Utilisation d'échangeurs thermiques	7
4) Diffusion de l' ³ He à contre-courant dans le tube de sortie	7
 B Dilution réversible sur la courbe de séparation de phase	8
1) Dilution sur la courbe de séparation de phase	8
2) Utilisation d'un excès d' ³ He	9
 <u>Chapitre II: Test du procédé en laboratoire</u>	
A Le cryostat	11
1) Le cryostat à hélium pompé	11
2) La thermalisation des tubes d'injection de fluide	12
3) La réalisation des échangeurs continus.....	14
4) La géométrie de la boîte de mélange	16
5) Thermométrie	17
 B Le bâti de contrôle des gaz	17
 C Résultats des premières mesures	19
1) Mesures des débits et températures de fonctionnement	19
2) Mise en évidence des bulles d' ³ He	21
 D Le distillateur	25
1) Description	25
2) Fonctionnement	26

Chapitre III: Deux applications: un télescope infrarouge et un goniomètre 4 cercles

A Le cryostat pour mesure infrarouge	27
1) Présentation de l'expérience	27
2) Description du cryostat	27
4) Fonctionnement et performances	31
5) Conclusion	32
 B Le cryostat pour goniomètre à neutrons	 33
1) Présentation de l'expérience	33
2) Description de l'étage à 1.6K	33
3) Description de l'étage à dilution	35
4) Le système de contrôle de circulation des gaz	36
5) Fonctionnement et performances	36
6) Conclusion	37
 <u>Chapitre IV: Le cryostat avec détente Joule-Thomson</u>	 38
1) Puissance théorique de la détente	38
2) Réalisation de la maquette	39
3) Performances de la détente	41
4) Apport de chaleur sur l'étage à 4K	42
5) Performances de la dilution	43
5) Conclusion	45
 <u>Conclusion</u>	 46
 <u>Références</u>	 47

Introduction

Pour obtenir des températures inférieures à 1K, la technique couramment utilisée en laboratoire consiste à diluer l'un dans l'autre, les deux isotopes de l'hélium préalablement liquéfiés [1]. L'isotope ^3He est miscible dans l'hélium ordinaire ^4He jusqu'à une concentration limite qui dépend de la température [2]. Le diagramme de phase est présenté sur la figure 1.

Cette courbe présente trois régions différentes

1) La région ① située sur la gauche du diagramme correspond à un mélange riche en ^4He qui est superfluide. La chaleur spécifique de l' ^4He superfluide devient négligeable lorsque la température tend vers zéro. Cependant l' ^3He dissout dans cette phase conserve une importante viscosité et sa chaleur spécifique est grande. Par la suite, on appellera cette phase, la phase diluée (une faible quantité d' ^3He dilué dans de l' ^4He superfluide).

2) La région ② située sur la droite du diagramme et dans la région des hautes températures, correspond à une phase de mélange ^4He et ^3He normale. La ligne de séparation entre les régions ① et ② correspond à la transition superfluide du mélange (transition lambda). On retrouve pour l' ^4He pur, la température de transition superfluide à 2.17K. A très basse température, cette phase se réduit à une zone très fortement concentrée en ^3He . Par la suite, on appellera cette phase, la phase concentrée.

3) A des températures inférieures à 0.7K, les deux phases sont séparées par une zone interdite ③. Cela signifie que lorsque l'on refroidit le mélange, quand la limite de la zone interdite est atteinte, le mélange se sépare en deux phases (diluée et concentrée) qui coexistent.

Le fonctionnement d'un cryostat à dilution est régi par les propriétés de ces deux phases du mélange ^3He et ^4He . L'enthalpie de l' ^3He est très différente dans les deux phases: elle est beaucoup plus grande dans la phase diluée qui se comporte comme un gaz, que dans la phase concentrée qui se comporte plutôt comme un liquide. Ainsi le passage de l' ^3He de la phase concentrée à la phase diluée (dilution de l' ^3He) produit du froid, comme le passage d'un corps de

l'état liquide à l'état gazeux. Tous les cryostats à dilution sont basés sur ce principe, mais la technique utilisée pour créer cette dilution pourra être différente d'un système à l'autre.

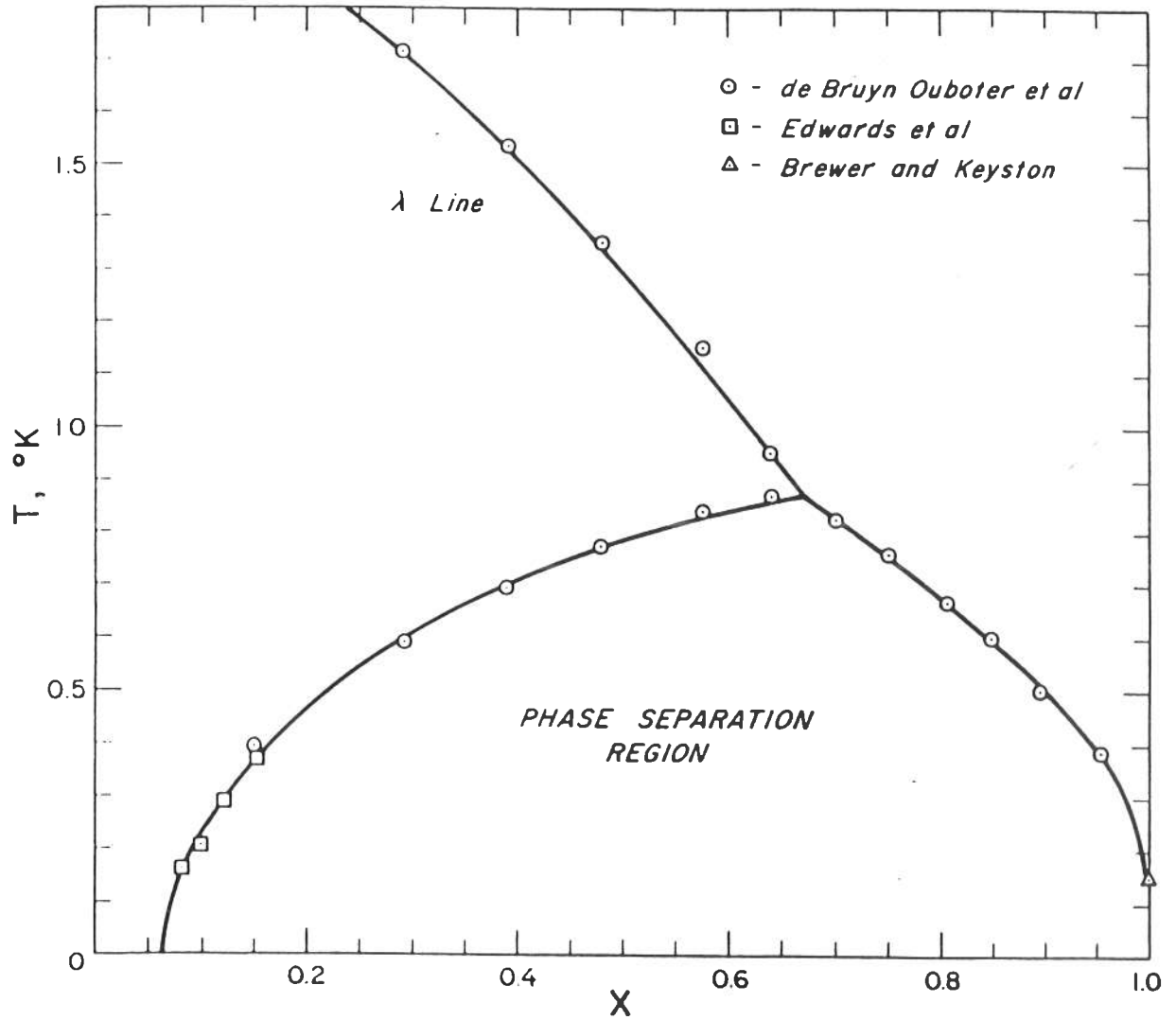


Fig. 1: diagramme de phase mélange ^3He ^4He

Chapitre I

Principe de la dilution en cycle ouvert

A Dilution irréversible

1) Principe d'un réfrigérateur à dilution

Dans un réfrigérateur à dilution en cycle ouvert [3], la dilution est obtenue en introduisant séparément dans une boîte de l' ^3He et de l' ^4He purs avec des débits respectifs \dot{n}_3 et \dot{n}_4 (fig. 2). Si la dilution est totale, c'est-à-dire, si la concentration d' ^3He injectée est inférieure à la limite de solubilité à la température considérée, on extrait une solution dont la concentration en ^3He est :

$$x = \dot{n}_3 / (\dot{n}_3 + \dot{n}_4).$$

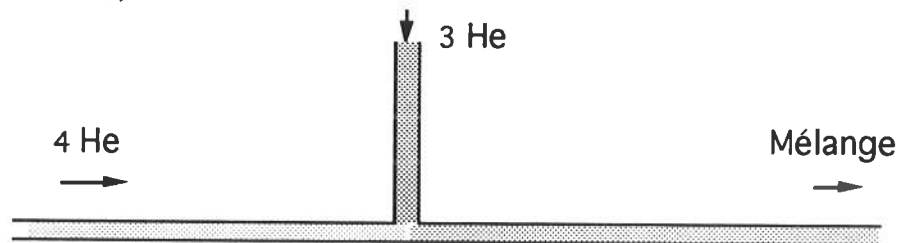


Fig. 2 Dilution irréversible en cycle ouvert.

2) Calcul du refroidissement à partir de l'enthalpie de mélange

Pour un système isolé, le bilan thermique à l'équilibre peut s'écrire en faisant l'hypothèse que la chaleur fournie au système, est égale à la différence entre l'enthalpie des fluides sortants et celle des fluides entrants. En supposant que tous les fluides sont à la même température, on obtient une puissance de refroidissement donnée par l'équation:

$$Q = (\dot{n}_3 + \dot{n}_4) H_d - (\dot{n}_3 H_3 + \dot{n}_4 H_4)$$

- H_3 est l'enthalpie de l'élément ^3He pur
- H_4 est l'enthalpie de l'élément ^4He pur
- H_d est l'enthalpie de l'élément dilué
- \dot{n}_3 et \dot{n}_4 sont les débits respectifs de ^3He et de ^4He

Cette différence d'enthalpie s'appelle enthalpie de mélange[2], elle est donnée par les courbes présentées sur la figure 3. L'enthalpie est calculée par

unité de débit total ($\dot{n} = \dot{n}_3 + \dot{n}_4$) en fonction de la concentration. On remarque sur la figure 3 que pour les températures supérieures ou égales à 0.2 K, cette enthalpie est positive, tandis qu'elle est négative pour des températures inférieures. La puissance de refroidissement s'annule donc en dessous de 200mK. Pour une concentration d' ^3He de 7.5% (sur la courbe de séparation de phase), cette puissance s'annule à 130mK [2].

Par cette méthode, la température la plus basse que l'on peut obtenir est donc de 130mK!. Nous verrons plus loin comment s'affranchir de cette limite.

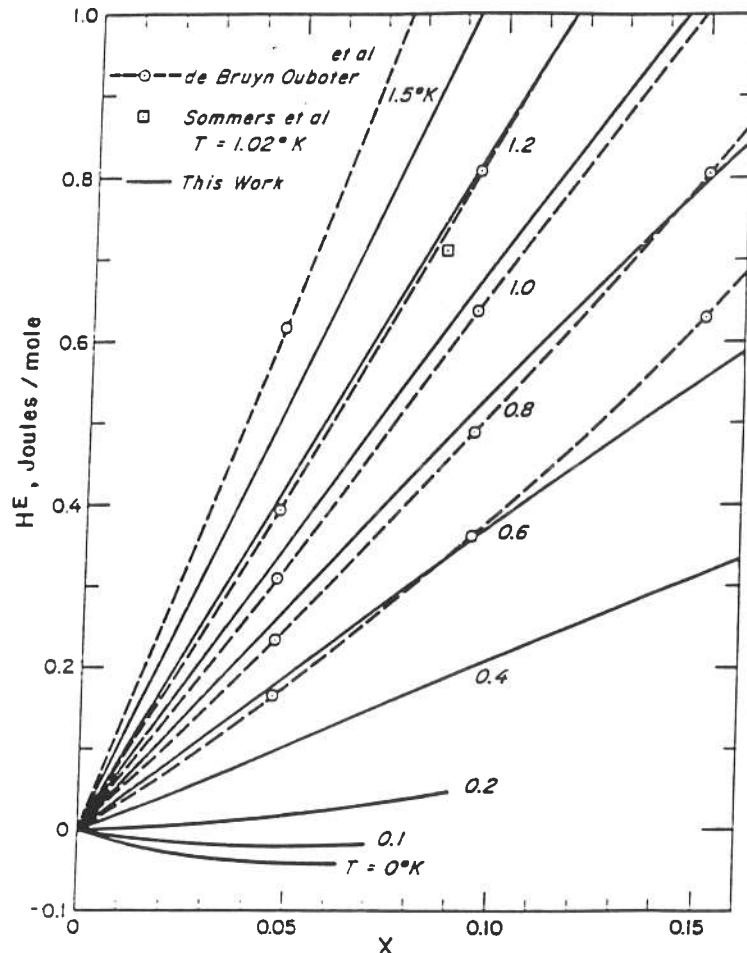


Fig. 3 : Enthalpie d'excès du mélange ^3He - ^4He en fonction de la concentration d' ^3He pour différentes températures.

3) Utilisation d'échangeurs thermiques.

En l'absence de puissance Q apportée sur la boîte, les éléments purs ^3He et ^4He entrent à la température T_1 et la solution diluée sort à la température T_2 avec $T_1 > T_2$. On peut utiliser le fluide froid sortant, pour refroidir le gaz chaud qui entre par l'intermédiaire d'un échangeur de chaleur (figure 4). Cela est

possible dans le cas où la chaleur spécifique du dilué sortant est bien plus grande que celle des fluides entrants.

La chaleur spécifique du dilué est donnée par $C = 108 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$

La chaleur spécifique de l' ^3He pur est donnée par $C = 24 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$

L' ^4He étant superfluide, sa chaleur spécifique est beaucoup plus faible et peut être négligée à basse température:

- à 1K $C = 0.4 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$

- à 0.2K $C = 10^{-3} \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$

Avec un échangeur suffisamment efficace, il est donc possible d'obtenir une température d'entrée T_1 très proche de la température de sortie T_2 . Dans ce cas, la puissance frigorifique du cryostat est alors donnée par l'enthalpie d'échange.

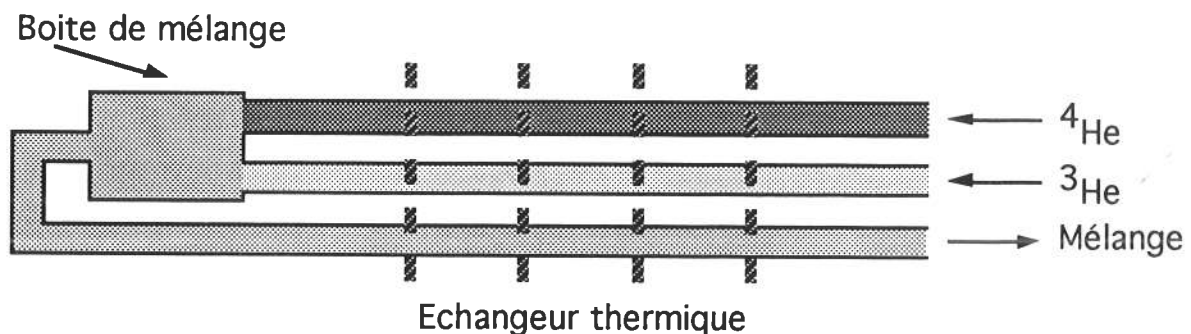


Fig. 4: Dilution avec échangeur thermique.

4) Diffusion de l' ^3He à contre-courant dans le tube de sortie

La diffusion à contre courant de l' ^3He dans le tube de sortie, empêche l'élément ^3He de sortir de la boîte. En effet, à l'équilibre thermodynamique la concentration d' ^3He diminue lorsque la température augmente en suivant les courbes de pression osmotique constante sur la figure 5. L' ^3He a donc tendance à rester dans la partie froide du cryostat et nous devons utiliser l'entraînement par friction mutuelle avec l'élément ^4He pour l'en extraire^[4]. Pour cela, il est nécessaire d'utiliser des tubes de faible diamètre de façon à obtenir le dépassement d'une vitesse critique (ordre de grandeur : 20 cm/s). Il faut alors tenir compte du chauffage par viscosité, qui peut devenir important et limiter la température minimum.

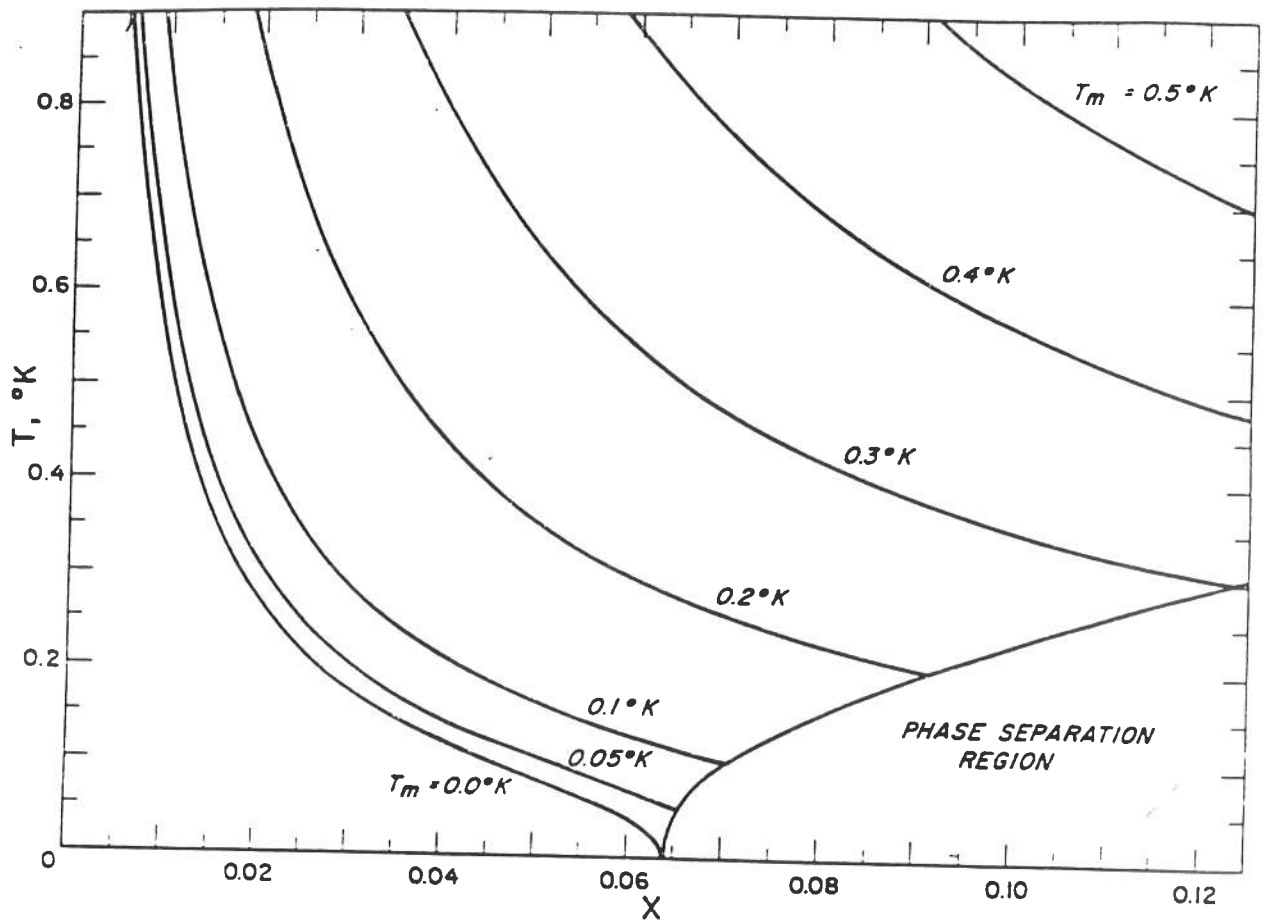


Fig. 5: Diagramme de phase du mélange ^3He - ^4He avec courbes pression osmotique constante.

B Dilution réversible sur la courbe de séparation de phase

1) Dilution sur la courbe de séparation de phase.

Pour pouvoir descendre à plus basse température, il faut effectuer la dilution de manière réversible sur la courbe de séparation de phase. Considérons donc une boîte contenant une solution saturée (concentration $x=6.4\%$) en contact avec de l' ^3He pur (fig. 6). En introduisant de l' ^4He dans la solution diluée par le tube ②, on abaisse la concentration en ^3He de ce mélange ce qui permet la poursuite de la dilution de l' ^3He pur. Pour pouvoir effectuer cette opération en continu, il faut extraire le mélange par le tube ③ et introduire de l' ^3He pur par le tube ①.

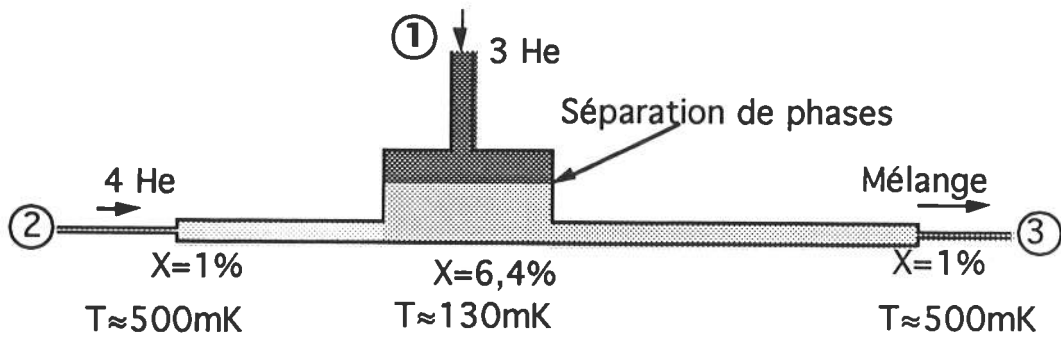


Fig. 6: Dilution sur la courbe de séparation de phase.

Pour que le système soit réversible, il faut permettre la diffusion de l' ^3He à contre courant dans le tube d'injection d' ^4He . On a alors un gradient de concentration dans ce tube, depuis la partie chaude où la concentration s'annule, jusqu'au point froid. Dans le tube de sortie de mélange, on a de même un gradient de concentration. Mais dans ce cas pour pouvoir extraire le mélange, il faut éviter la diffusion de l' ^3He à contre courant. On utilise alors des tubes de faible section pour obtenir un dépassement de la vitesse critique. La friction mutuelle empêche alors cette rétro diffusion. Cet entraînement irréversible doit avoir lieu à une température bien supérieure à 130mK mais bien inférieure à 1K, car sinon la concentration en ^3He devient trop faible.

La difficulté due à cette géométrie est la stabilisation de la ligne de séparation de phases, ce qui impose pratiquement de travailler à volume constant. Un tel système est aussi sensible à la gravité: en effet l' ^3He pur est plus léger que la solution diluée, celui-ci flottant au-dessus.

2) Utilisation d'un excès d' ^3He .

Un moyen pour s'affranchir de ces inconvénients, est d'utiliser un excès d' ^3He ne participant pas à la dilution dans le tube de boîte de mélange, mais qui formera des bulles incluses dans le dilué. Le système est alors constitué de "bulles de dilué séparées par des bulles d' ^3He ". Nous avons employé un tube de faible diamètre pour la boîte de mélange, de façon à ce que les bulles soient suffisamment rapprochées. La concentration maximale, augmentant avec la température, les bulles d' ^3He en excès se diluent au fur et à mesure dans le tube de sortie de mélange. Nous avons donc de la puissance disponible tout au long de l'échangeur, pour refroidir les deux isotopes entrant. A plus haute température, l'entraînement de l' ^3He se fait par friction mutuelle grâce au

rétrécissement du tube de sortie du mélange dans lequel nous dépassons la vitesse critique.

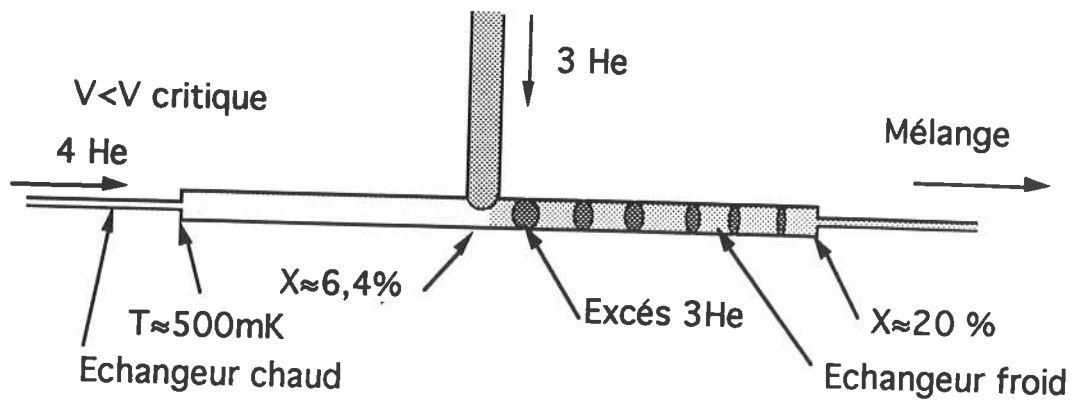


Fig. 7 : Dilution avec un excès d' ^3He .

Chapitre II

Test du procédé en laboratoire

A Le cryostat

1) Le cryostat à hélium pompé.

Nous avons utilisé un cryostat classique comprenant deux vases Dewar l'un dans l'autre. Le vase extérieur rempli d'azote liquide à une température de 77 K sert d'écran thermique. Le second vase Dewar est rempli d' ^4He liquide. Une pompe primaire de $100 \text{ m}^3 / \text{heure}$ permet de descendre la pression jusque vers 1 mbar, ce qui correspond à une température voisine de 1,2 K.

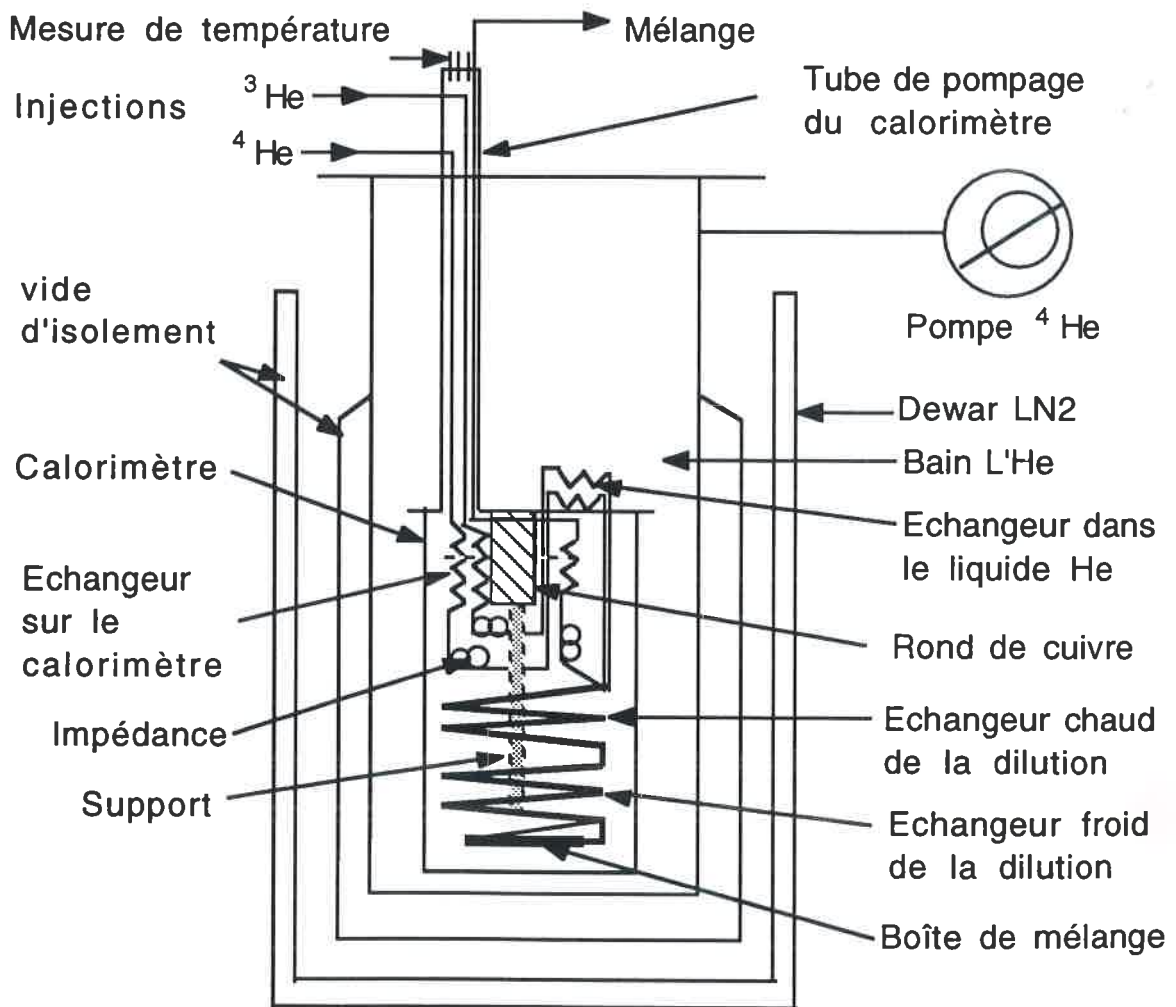


Fig. 8 : Schéma du cryostat d'essai.

L'ensemble de l'expérience est incluse dans un récipient sous vide (calorimètre) qui trempe dans le bain d'hélium liquide et est supporté par le tube de pompage du vide du calorimètre (fig. 8). Dans ce tube nous avons aussi passé les fils de mesures de températures et les capillaires d'injection et de sortie des fluides pour la dilution.

2) La thermalisation des tubes d'injection de fluide.

Dans un premier temps, nous avons thermalisé les capillaires d'injections en les faisant descendre dans les vapeurs puis dans le bain d'hélium liquide. Ceci a entraîné des oscillations de pression (Taconis) préjudiciables au bon fonctionnement du système. Pour palier à cet inconvénient, nous avons réalisé l'injection des fluides au moyen d'un échangeur permettant de récupérer les calories du mélange sortant du cryostat. Cet échangeur est composé de deux tubes de $\varnothing 0.5 \times 0.9 \text{ mm}$ introduits dans un tube de $\varnothing 2 \times 2.5 \text{ mm}$, le tout étant disposé à l'intérieur du tube de pompage du calorimètre. Les isotopes purs ^3He et ^4He sont injectés dans les deux tubes intérieurs, le mélange dilué sortant par le tube extérieur. Une thermalisation supplémentaire des tubes d'injection se fait au moyen d'un échangeur sur un rond de cuivre fixé sur la partie haute à l'intérieur du calorimètre.

Les premières mesures réalisées dans cette géométrie ont montré que dans ces conditions, les isotopes arrivaient à une température proche de 2.17K, ceci n'est pas suffisant pour obtenir les performances attendues car la conduction thermique d'un tube rempli de superfluide est trop importante dans cette gamme de température.

On peut estimer la puissance apportée à l'échangeur à dilution à travers ces résistances thermiques.

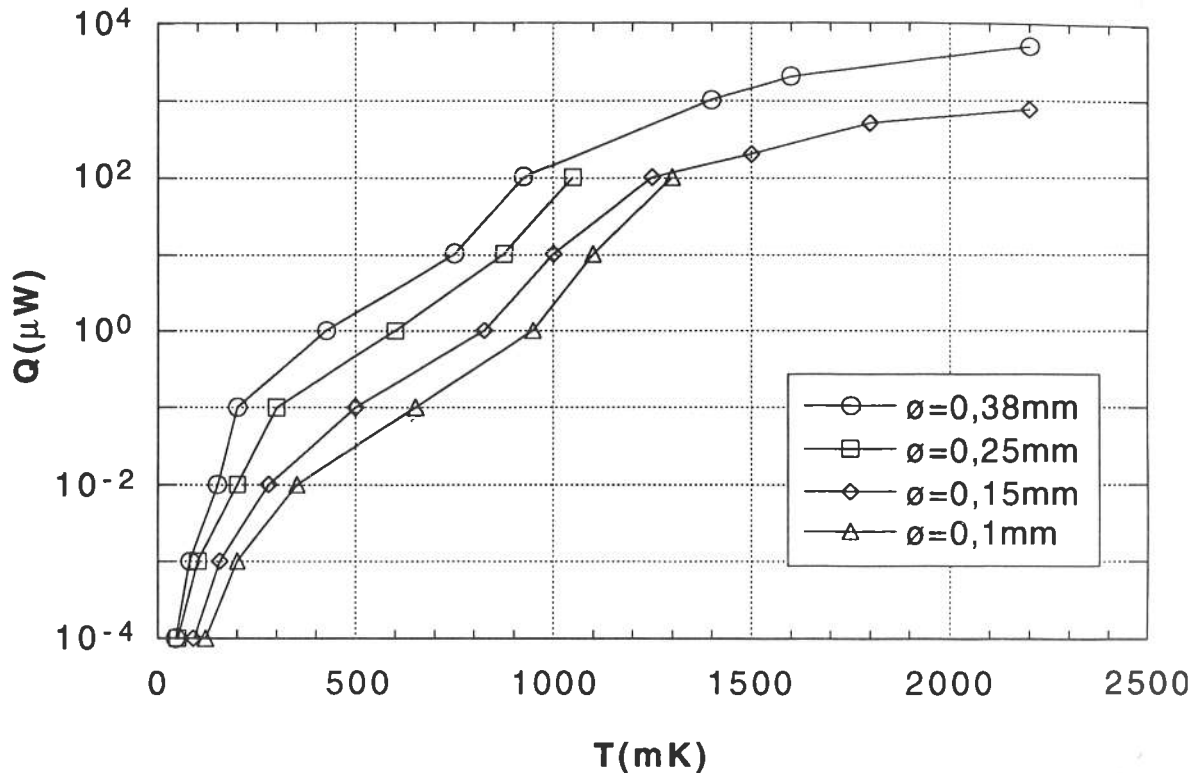


Fig. 9: Conduction du superfluide à travers des tubes de différents diamètres pour une longueur de 10 cm

Nous avons porté sur ce graphe les valeurs de conductibilité thermique de l' ^4He superfluide pour une longueur de 10 cm en fonction des diamètres des tubes [5]. On remarque qu'elles ne sont proportionnelles ni au diamètre ni à la longueur des tubes, cependant un ordre de grandeur peut être estimé. Dans le cas d'un tube de diamètre = 0,15 mm et de longueur 0,1 m en considérant le point froid à la température du bain d'hélium soit 1,2 K, et le point chaud à 2,17 K (transition superfluide) une puissance $P = 0,8$ mW au point froid par le superfluide ^4He . La conductibilité thermique vaut donc:

$$k = P \cdot L / (\Delta T \cdot S)$$

avec $\Delta T = 0,97$ K $S = 1,8 \cdot 10^{-8}$ m² $P = 8 \cdot 10^{-4}$ W $L = 0,1$ m

ce qui nous donne $k = 4,5 \cdot 10^4$ W/mK

Nous avons donc rajouté une thermalisation supplémentaire placée directement dans le bain d'hélium liquide et séparée par des capillaires suffisamment fins (diamètre=0,1 mm; longueur=100 mm) pour réaliser une impédance thermique. La conduction du superfluide est ainsi diminuée entre le point d'arrivée des isotopes à 2,17 K et la température de l'échangeur dans le

bain à 1,2K. A la sortie de cet échangeur, les fluides d'injection retournent dans le calorimètre pour entrer dans l'échangeur chaud de la dilution.

3) La réalisation des échangeurs continus.

Les diamètres de tubes nécessaires pour la partie chaude de l'échangeur étant de l'ordre de quelques dizaines de microns mètres, ceux-ci ont du être réalisé par nous mêmes.

a) Réalisation des capillaires.

Nous sommes partis de capillaires existant de diamètre intérieur 0,2mm et extérieur de 0,5mm en cupronickel. L'intérieur de ces capillaires a été nettoyé en faisant passer de l'⁴He sous une pression de 100 bars. Ensuite, avec l'hélium pressurisé à 100 bars, on pousse à travers le capillaire 200 cm³ d'acétone. Cette opération est répétée à la fin de l'étirage, le capillaire étant immergé dans une cuve à ultrason. L'étirage est obtenu par passage du capillaire dans des filières successives par pas de 10 µm. Le tableau montre les diamètres intérieurs obtenus pour différents diamètres de filières (la mesure est faite comme indiqué au § b). Les capillaires de départ ne sont pas tous rigoureusement identiques, ce qui explique la dispersion des résultats.

Dans le tableau suivant nous avons porté en fonction du diamètre de la filière employée le diamètre intérieur du tube. Les lignes épaisses du tableau séparent les différents tubes de départ.

ϕ filière (μm)	ϕ intérieur (μm)
310	93
280	67
250	48
220	32
320	63
320	66
300	66
250	40
250	30
250	36

Tableau 1: Diamètre intérieur des capillaires pour différents diamètres extérieurs

b) Mesure du diamètre intérieur.

La valeur du diamètre intérieur du capillaire est obtenue par une mesure de débit d'hélium sous pression à travers le capillaire. La perte de charge ΔP est donnée par la formule:

$$\Delta P = Z * \eta * \dot{V}$$

- η est la viscosité du gaz ($\eta = 2 \cdot 10^{-5}$ Pa s)

- \dot{V} est le débit volumique du gaz à la pression de mesure P

Ce débit est relié au débit volumique \dot{V}_0 et à la pression atmosphérique P_0 par la relation:

$$P * \dot{V} = P_0 * \dot{V}_0$$

- Z est l'impédance du capillaire donnée par la formule:

$$Z = \frac{128 L}{\pi d^4}$$

$$P * \Delta P = \frac{128 L \eta P_0 \dot{V}_0}{\pi d^4}$$

$$d = \sqrt[4]{\frac{128 L \eta P_0 \dot{V}_0}{\pi P \Delta P}}$$

Si les pressions d'entrée et de sortie sont très différentes, il est plus simple de remplacer $P \Delta P$ par

$$P \Delta P = \frac{P_2^2 - P_1^2}{2}$$

On obtient alors la formule:

$$d = \sqrt[4]{\frac{256 L \eta P_0 \dot{V}_0}{\pi (P_2^2 - P_1^2)}} = \sqrt[4]{\frac{162 L \dot{V}_0}{(P_2^2 - P_1^2)}}$$

Il est plus commode de remplacer les pressions P_1 et P_2 en Pascal par les pressions p_1 et p_2 en bar. De même le débit volumique \dot{V}_0 en m^3/s sera remplacé par le débit volumique \dot{v}_0 en cm^3 / min .

Le diamètre (en m) du capillaire est alors donné par la formule :

$$d = 1.28 \cdot 10^{-4} \sqrt[4]{\frac{L \dot{v}_0}{(p_2^2 - p_1^2)}}$$

c) Contrôle de l'homogénéité.

Ce contrôle se fait en coupant les capillaires étirés en plusieurs sections de même longueur. Dans le cas d'inhomogénéité du capillaire (présence de poussière par exemple), les mesures sur les différentes parties donnent des résultats très différents. Après un bon étirage, on obtient des variations d'une section à l'autre inférieures à 5%

d) Réalisation de l'échangeur chaud.

L'échangeur chaud est constitué par trois capillaires parallèles de diamètre intérieur de 20 à 100 μm soudés ensemble à l'étain sur toute leur longueur. Nous avons, dans un premier temps, essayé d'utiliser des échangeurs concentriques mais il est difficile d'obtenir des sections de passage suffisamment faibles pour dépasser les vitesses critiques superfluide.

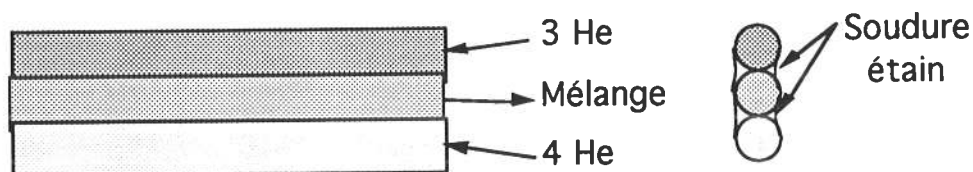


Fig.10 Réalisation d'un échangeur par soudure à l'étain.

e) Réalisation de l'échangeur froid.

L'échangeur froid est réalisé de la même façon par soudure étain de trois capillaires mais les diamètres employés sont de l'ordre de 0.1 à 0.3 mm; nous avons utilisé des capillaires du commerce après un nettoyage identique à celui effectué sur les capillaires étirés.

4) La géométrie de la boîte de mélange.

Les deux capillaires d'injection des isotopes se rejoignent dans un tube qui constitue la boîte de mélange. C'est à cette jonction que le mélange se refroidit. Le point le plus froid du cryostat se trouve donc quelques centimètres après cette jonction. Pour thermaliser le thermomètre ou un échantillon, il faut une surface d'échange suffisante avec le liquide. Celle-ci est obtenue par un tube de diamètre 0.5 à 1mm et d'une longueur de l'ordre de 100mm. Ce tube est soudé à l'étain sur un bloc de cuivre servant de support aux thermomètres. Il est ensuite connecté au capillaire de sortie du mélange de l'échangeur froid.

5) Thermométrie.

Les thermomètres de mesure de température sont des résistances de carbone pour les températures supérieures à 1 K, des résistances de germanium ou des oxydes de ruthénium pour les températures plus faibles. Nous avons mesuré les températures d'entrée et de sortie des isotopes de l'échangeur chaud, puis à la jonction des deux échangeurs, et enfin sur le tube de la boîte à mélange. La mesure a été faite en utilisant un ohmmètre cryogénique à détection synchrone permettant la mesure avec des tensions d'excitation de l'ordre de $3\mu\text{V}$ à 1 mV pour éviter l'échauffement des thermomètres.

B Le bâti de contrôle des gaz

Le bâti est représenté schématiquement sur la figure 10. Il est composé de trois circuits indépendants comprenant chacun sa pompe et ses réserves de stockage: l'un pour l' ^3He pur, le second pour l' ^4He pur et le troisième pour le mélange. Les deux circuits d'injections des isotopes (^3He pur et ^4He pur) sont identiques. Le gaz est prélevé dans la réserve avec la pompe primaire puis purifié dans un piège à charbon actif refroidi à l'azote liquide. Un compresseur à membrane élève la pression vers 4 bars et un débitmètre régulateur permet le contrôle du débit. Enfin un deuxième piège froid est inséré dans le circuit avant l'injection dans le cryostat. Le circuit de récupération du mélange est constitué par un régulateur de pression aval, une pompe et une réserve. Ces trois circuits sont connectés à une pompe primaire de service servant à les nettoyer avant le démarrage de l'expérience.

Ce bâti permet de faire varier les débits de 0.5 à $200\ \mu\text{mol/s}$, les pressions d'injection et d'aspiration de $0,1$ à 6 bars de façon à avoir la possibilité de faire fonctionner la dilution au dessus de la pression critique.

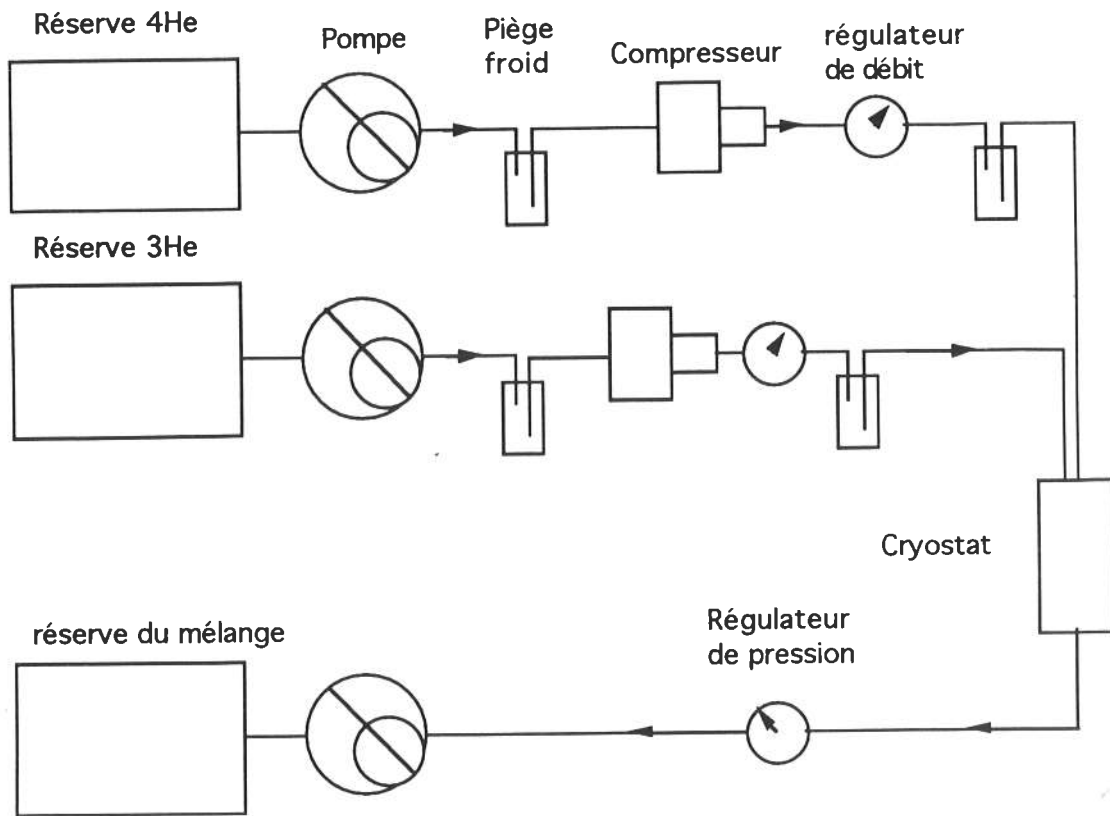


Fig. 11: Schéma du bâti de circulation.

C Résultats des premières mesures.

1) Mesures des débits et températures de fonctionnement.

Nous avons essayé douze échangeurs dans ce cryostat en faisant varier les paramètres: pressions, débits, températures de condensation, afin de les mettre au point.

Ce tableau nous donne les résultats des différentes mesures :

N °	1° Échangeur		Z μm^{-3}	2° Échangeur		3° Échangeur		Débit à T mini $\mu\text{mol/s}$	S du dilué cm^2	T BM mK
	$\varnothing \mu\text{m}$	Lm		$\varnothing \text{cm}$	Lcm	$\varnothing \text{cm}$	Lcm			
1	50	0,5	3,3	0,01	180	0,02	100	76	12	85
2	70	1	1,7					34	2,3	210
3	50	1	6,5					26	1,6	260
4	70	1	1,7	0,02	100			76	8,5	150
5	70	1	1,7	0,02	100	0,03	100	92	17,9	82
6	50	0,25	1,6					42	0,39	345
7	40	1,2	19	0,02	400			15	26,6	63
8	50	1	6,5					10	3,5	135
9	100	1	4,1					20	6,3	125
10	40	0,7	17	0,02	300			10	26	65
11	70	1	1,7	0,01	180			63	7,9	57
12	70	1	1,7	0,01	230			60	9,5	54

Tableau 2: S = surface du tube du mélange

BM = boîte de mélange

Nota: Les mesures n° 11 et 12 sont faites respectivement avec 4 et 6 échangeurs frittés supplémentaires.

A partir de ce tableau nous avons porté sur une courbe (figure 11) l'impédance Z en fonction du plus faible débit total, permettant l'obtention des températures minimales, ceci pour une impédance donnée de l'échangeur chaud. On remarque que pour travailler à faible débit une forte valeur d'impédance est nécessaire. Il faut en effet dépasser la vitesse critique ($\approx 20 \text{ cm / s}$)

pour diminuer la conduction du superfluide dans le tube d'injection d' ^4He et pour entraîner l' ^3He par friction mutuelle dans le tube de sortie du mélange.

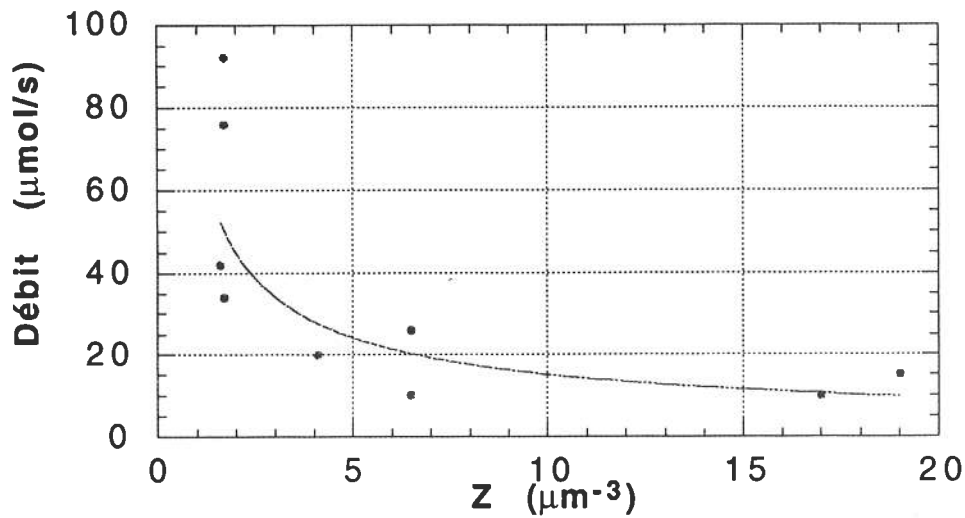


Fig.12: Débit optimum en fonction de l'impédance.

La figure 13 représente la variation de la température en fonction de la surface totale du tube de dilué des différents échangeurs. On voit que des températures basses sont atteintes pour des surfaces d'échanges relativement faibles.

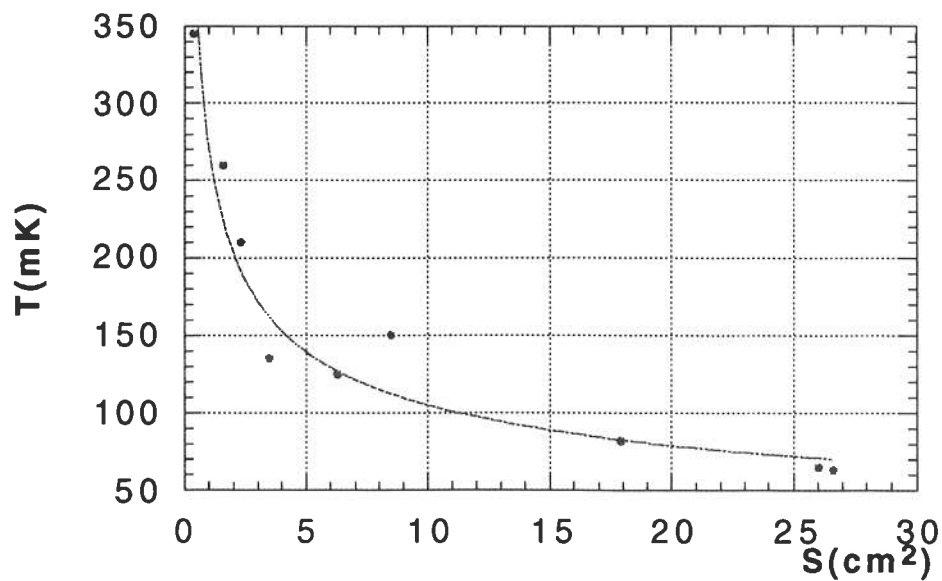


Fig. 13: Température en fonction de la surface du tube de mélange.

2) Mise en évidence des bulles d'³He

Dans toutes ces expériences il est nécessaire d'injecter un pourcentage d'³He supérieur à la limite de solubilité pour obtenir des températures inférieures à 100 mK. On peut alors supposer que l'³He en excès reste sous forme de bulles dans la solution diluée. Pour tenter de comprendre ce point nous avons réalisé un condensateur coaxial traversé par le mélange après la jonction des tubes d'injections des deux isotopes.

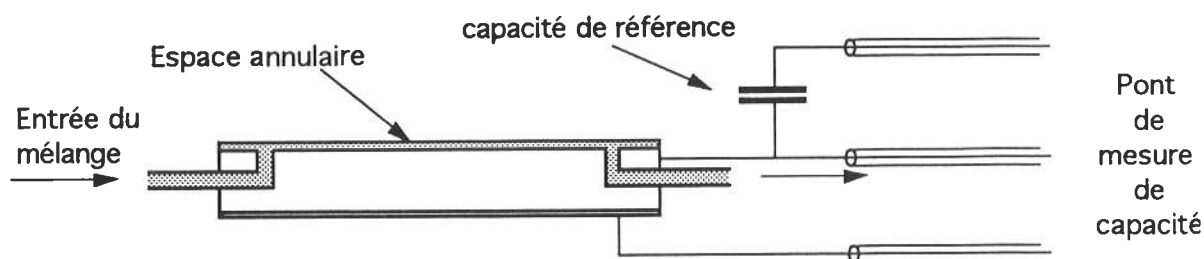


Fig. 14: Schéma du condensateur utilisé pour l'observation des bulles de ³He dans le mélange dilué.

La capacité C du condensateur dépend de la constante diélectrique du mélange qu'il contient. La constante diélectrique de l'hélium dépend principalement de sa densité molaire N (mol/cm^3). Celle-ci varie continûment entre l'⁴He et l'³He purs et la mesure capacitive devrait nous renseigner sur la concentration moyenne.

On utilise un pont de mesure alternatif qui permet la mesure du rapport des capacités respectives du condensateur de mesure C et d'un condensateur de référence C_{ref} . Ce rapport est donné à partir de la mesure X par la formule:

$$C / C_{\text{ref}} = X / (100000 - X)$$

Comme la capacité mesurée reste voisine de 10pF, on choisit une valeur de référence $C_{\text{ref}}=10\text{pF}$.

Une calibration préalable est faite dans l'hélium liquide à 4.2K. On mesure alors la capacité en fonction de la densité molaire N :

- Dans le liquide : $N=0.036 \text{ mol}/\text{cm}^3$ $X=41040$ $C=6.96065\text{pF}$
- Dans le gaz: $N=0.004 \text{ mol}/\text{cm}^3$ $X=40190$ $C=6.71961\text{pF}$

On en déduit une sensibilité de $7,5 \text{ pF cm}^3 / \text{mol}$

Une calibration plus précise est réalisée dans le cryostat en fin d'expérience par introduction dans le condensateur à basse température (1.8K) d'³He pur et d'⁴He pur successivement.

Les résultats sont:

- ^4He pur	X=56080	N=0,036 mol/cm ³	C ₄ =12,7687
- ^3He pur	X=55778	N=0,027 mol/cm ³	C ₃ =12,6132

On en déduit une sensibilité de **8,2 pFcm³ / mol**

L'accord entre les deux mesures est satisfaisant compte tenues des variations de capacité entre les deux expériences.

A partir de ces valeurs, on peut calculer la concentration P de ^3He dans le condensateur en fonction de la capacité C:

$$P = (C - C_4) / (C_3 - C_4) \quad P = 6,4 * (12,7687 - C)$$

Le tableau suivant donne les débits à l'injection, la mesure de la capacité et la concentration en ^3He dans celle-ci.

\dot{n}_3 (mol/s)	\dot{n}_4 (mol/s)	% Injection	C (pF)	P (%)
4,4	36	10,9	12,7493	12,5
4,8	36	11,7	12,7488	12,8
5,2	36	12,6	12,7484	13
5,6	36	13,4	12,7469	14
6	36	14,2	12,7470	13,9
6,4	36	15	12,7470	13,9
7,2	36	16,6	12,7458	14,7
10	36	21,7	12,7444	15,6

Tableau 3:

La figure 15 montre un enregistrement de la valeur mesurée de la capacité en fonction du temps, les débits de ^3He et ^4He étant maintenus constants de façon à maintenir la température de la boîte à mélange inférieure à 150 mK.

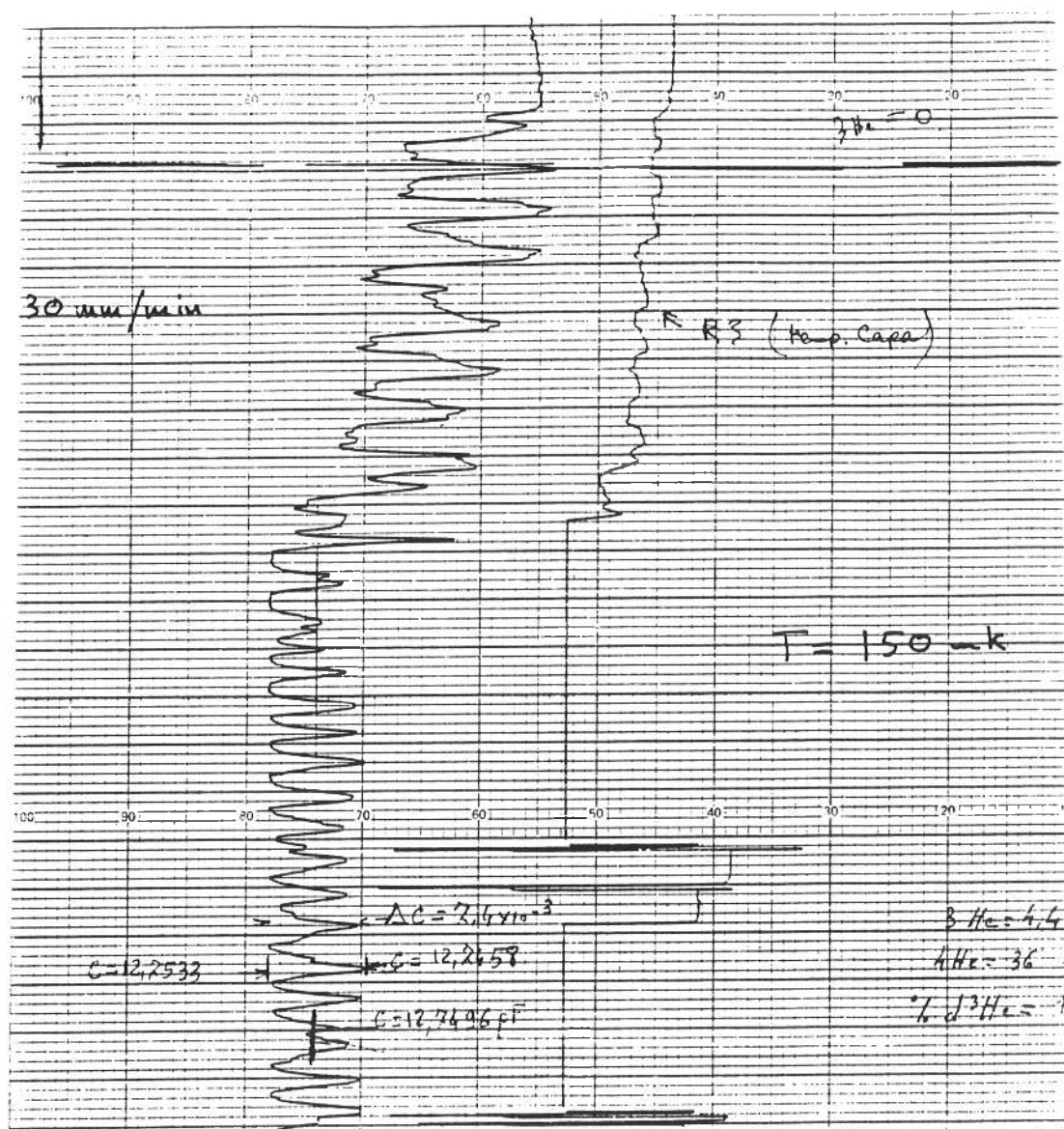


Fig. 15 : Enregistrement de la variation de la constante diélectrique.

Mesures.

L'enregistrement en fonction du temps montre trois comportements différents.

- Dans la partie ① où les débits d' ^3He et d' ^4He sont maintenus constants, C présente des oscillations dont la périodicité est régulière. L'amplitude correspond à une variation de la concentration moyenne en ^3He dans le condensateur de 5%, et la période est de 12sec.

- Dans la partie ② on a arrêté les injections des isotopes. L'amplitude des oscillations augmente jusqu'à atteindre environ 8% et la période augmente jusqu'à 20 sec.

- Dans la partie ③ la capacité ne présente plus d'oscillations et tend vers une valeur constante correspondant à une augmentation de la concentration de 12% par rapport au minimum.

Remarque: La valeur absolue des concentrations mesurées est à prendre en compte avec prudence car des variations peuvent apparaître, dues à une dérive de la capacité de référence ou à des variations de la capacité avec la température.

Interprétation:

En ① les fluctuations de C seraient dues à l'existence de bulles d'³He pur dans un mélange homogène. La mesure de C correspond à une valeur moyenne < bulles + mélange >. Les oscillations sont dues à l'entrée ou à la sortie d'une de ces bulles.

A l'aide du tableau 3 nous pouvons calculer la dimension des bulles d'³He et du mélange. Les oscillations de concentration sont de $\Delta P=4,9\%$; ($\Delta C=7,4 \cdot 10^{-3}$ pF) . De cette valeur, on peut en déduire le volume d'une bulle d'³He: V_{b3} , à partir du volume total du condensateur $V_c = 10.7 \text{ mm}^3$.

$$\text{Volume d'une bulle de } ^3\text{He: } V_{b3} = V_c \cdot \Delta P = 0,52 \text{ mm}^3$$

On peut obtenir le volume de mélange séparant deux bulles de ³He à partir du débit total et de la période des oscillations.

Connaissant le débit molaire total ($40 \cdot 10^{-6} \text{ mol / s}$) et le volume molaire du dilué ($28 \text{ cm}^3 / \text{mol}$), on en déduit le débit en volume,

$$\dot{V} = 40 \cdot 10^{-6} \cdot 28 = 1,12 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^3 / \text{s} = 1,12 \text{ mm}^3 / \text{s}$$

La période des oscillations étant de 12 secondes, le volume de la bulle de mélange, (V_m) est de :

$$V_m = \dot{V} \cdot \text{période} = 1,120 \cdot 12 = 13 \text{ mm}^3$$

$$V_m = 13 \text{ mm}^3$$

Comparé au volume de la capacité on peut dire que les oscillations sont dues au passage successif de bulles d'³He et de mélange.

En ② le débit diminue, la vitesse de traversée de la capacité par ces bulles diminue; d'autre part le mélange se réchauffe, et la concentration augmente.

En ③ les oscillations ont disparu, la température s'est élevée; il n'y a alors plus de séparation de phases et la valeur de la capacité rejoint celle d'un mélange homogène à la concentration P.

C Le distillateur

1) Description.

Le mélange sortant du cryostat contient de ${}^3\text{He}$ à une concentration comprise entre 10% et 30%. Celui-ci est stocké dans un réservoir puis distillé afin de séparer les deux isotopes de façon à réutiliser ${}^3\text{He}$.

Nous avons construit un distillateur qui entre dans un réservoir d'hélium liquide de 38 litres du commerce.

Le mélange de la réserve est injecté à travers la pompe du mélange, le compresseur, le piège froid puis dans l'échangeur à 4K composé de vingt tubes en parallèles de diamètre = 1 mm et de longueur = 700 mm qui trempe dans l'hélium liquide. Le circuit d'injection passe ensuite à travers l'enceinte à vide du calorimètre pour entrer dans un échangeur à contre courant. Celui-ci permet le refroidissement du gaz injecté par les vapeurs sortantes et provoque la condensation du mélange. Ce système de condensation est identique à la technique de dilution sans boîte à 1K développée par M. Caussignac dans sa thèse[6].

Le mélange entre ensuite dans la boîte de distillation où il est détendu au moyen d'une impédance isotherme placée au fond de celle-ci. Les vapeurs dues à la détente retournent à la pompe, l'autre partie reste liquide au fond de la boîte. Pour séparer ${}^4\text{He}$ de ce mélange nous avons construit une super-fuite dans un tube de diamètre 1,5 mm et de longueur 60mm en comprimant de l'alumine (Al_2O_3) dans ce tube. Cette super-fuite est montée verticalement dans la boîte. A la sortie de celle-ci dans l'enceinte à vide du calorimètre une régulation de température sert à chauffer le liquide pour augmenter la pression. L'effet fontaine créé par cette super-fuite permet l'extraction de ${}^4\text{He}$.

Une deuxième régulation de température est montée dans la boîte de distillation.

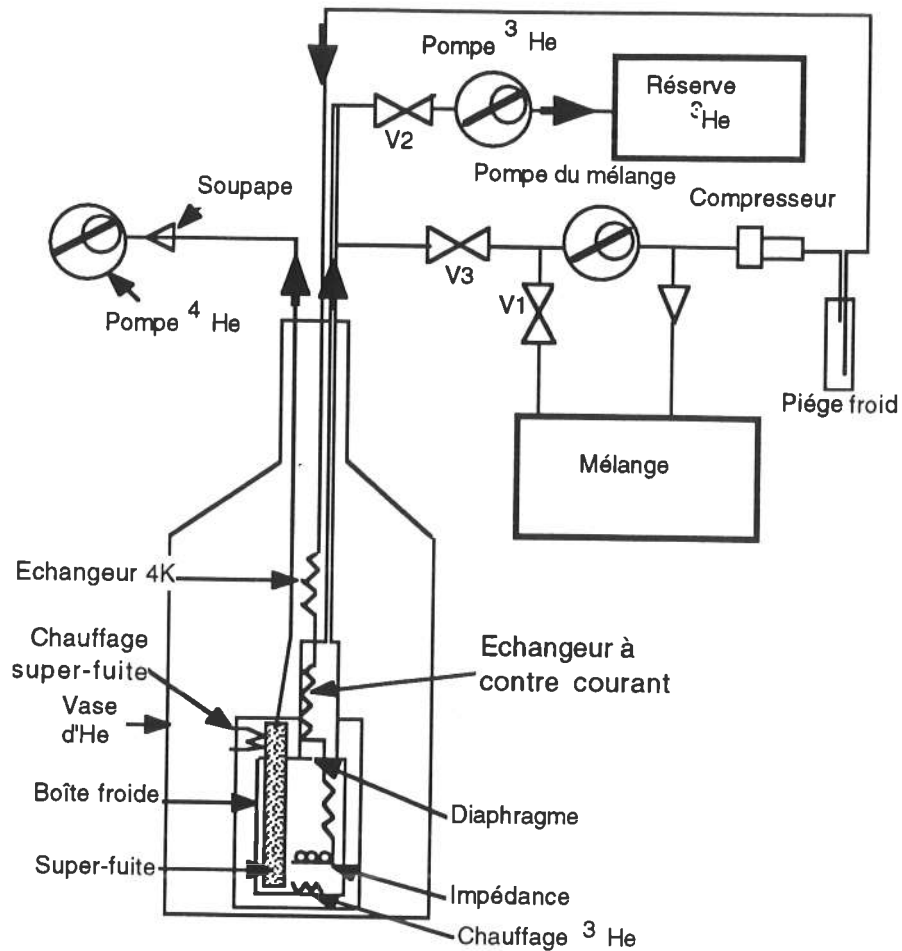


Fig. 16: Schéma du distillateur

2) Fonctionnement.

Une partie du mélange se condense dans la boîte de distillation. Quand la température est inférieure à 2,17K la super-fuite s'amorce et appauvrit le mélange en ^4He ce qui a pour effet d'enrichir celui-ci en ^3He . La pression de vapeur de l' ^3He étant plus élevée que celle de l' ^4He le pourcentage d' ^3He augmente et la température diminue en dessous de 1K. Il suffit de chauffer ce mélange pour évaporer préférentiellement l' ^3He . La partie des gaz non condensée est réinjectée avec une partie des gaz de la réserve jusqu'à ce que le pourcentage des vapeurs sortantes atteigne 98% d' ^3He . Un quadripôle analyse le gaz et par l'intermédiaire de la pompe ^3He celui-ci est stocké dans la réserve d' ^3He . Un diaphragme de 1mm de diamètre, monté sur le tube de pompage de la boîte de distillation permet de diminuer l'évaporation du film superfluide.

La marche en continue de ce distillateur permet de séparer environ 100 litres de mélange par jour.

Chapitre III

Deux applications: un télescope infrarouge et un goniomètre 4 cercles

A Le cryostat pour mesure infrarouge

1) Présentation de l'expérience

Une des techniques les plus sensibles pour observer le rayonnement infrarouge consiste à utiliser des bolomètres. La sensibilité de ces derniers s'améliore énormément lorsque l'on diminue la température. Des informations nouvelles sur le rayonnement cosmologique peuvent être obtenues en utilisant un bolomètre refroidi à 100mK sur un télescope.

Pour effectuer ces mesures sur un télescope, les problèmes de vibrations, d'encombrement et de maniabilité du cryostat nous ont conduit à utiliser un réfrigérateur à dilution fonctionnant en cycle ouvert. Cela permet en outre de montrer la faisabilité de telles mesures sur un télescope embarqué dans un satellite pour éviter les perturbations dues à l'atmosphère.

2) Description du cryostat

a) Bain d'Hélium

Le cryostat se compose d'un bain d'hélium liquide de treize litres. Deux écrans anti-rayonnement thermalisés sur le col sont refroidis par les vapeurs du bain. L'⁴He est pompé à une pression de l'ordre de $5 \cdot 10^{-3}$ bar de façon à baisser la température d'ébullition vers 1,6K pour permettre le refroidissement des isotopes ³He et ⁴He.

Nous avons mesuré la consommation du bain à 1.6K qui est de

$$\dot{n} = 1.356 \cdot 10^{-3} \text{ mol / s}$$

Connaissant la chaleur latente à cette température ($L=92 \text{ J / mol}$), on en déduit les pertes thermiques sur le bain:

$$Q = L * \dot{n} \implies 92 * 1.356 \cdot 10^{-3} = 0,124 \text{ W}$$

Durant la descente en température de 4.2K à 1.6K, environ la moitié du liquide ^4He est vaporisé; l'autonomie du bain est donc de quarante-huit heures à la température de travail, ce qui est suffisant pour les expériences envisagées.

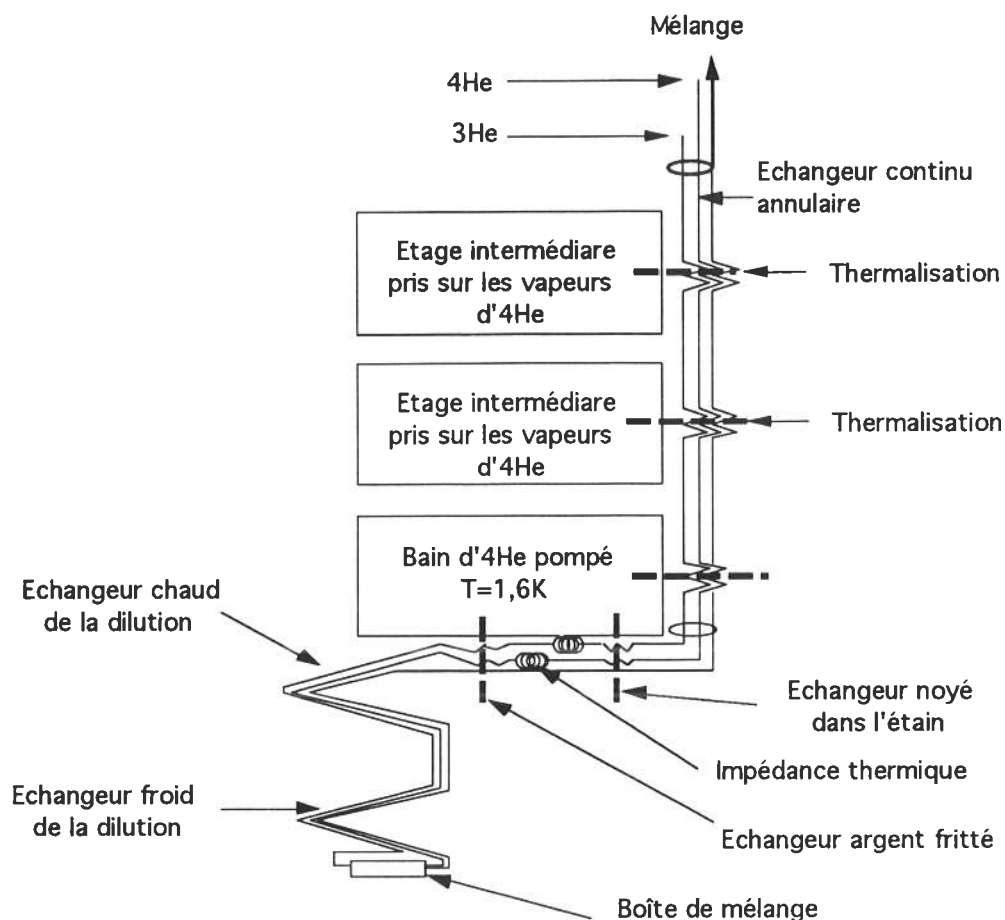


Fig. 17: Schéma du cryostat Diabolo.

b) Entrée - sortie des isotopes entre 1.6 K et 300 K

Pour minimiser les pertes supplémentaires induites sur le bain d' ^4He par les circulations liées à la dilution, les injections des isotopes entre 300 K et 1.6 K se font dans un échangeur concentrique à contre courant avec le mélange sortant. Les deux tubes d'injection (diamètre = 0.2×0.4 mm, longueur 1000 mm) sont placés à l'intérieur du tube de mélange sortant (diamètre = 1×1.5 mm, longueur 1000 mm). L'ensemble est thermalisé sur les écrans aux températures intermédiaires.

Avec un échangeur parfait, la charge thermique apportée sur le réservoir à 1.6K se limite à la chaleur latente des liquides injectés et celle-ci est négligeable, compte tenu des débits de la dilution.

A l'opposé, un calcul pessimiste supposant l'absence totale d'échange dans les tubes d'injections donne:

$$\begin{aligned} \text{Débit nécessaire à la dilution:} & \quad \dot{n} = 15 \cdot 10^{-6} \text{ mol / s} \\ \text{Chaleur sensible entre T(éb) et 300 K} & \quad C_s = 6,2 \cdot 10^3 \text{ J / mol} \\ \text{Soit des pertes supplémentaires} & \quad Q = \dot{n} \cdot C_s \\ & \quad = 15 \cdot 10^{-6} \cdot 6,2 \cdot 10^3 = 0,093 \text{ W} \end{aligned}$$

Cela augmenterait la consommation du bain d'un facteur 1,3, l'autonomie serait alors de 36 heures. On voit donc l'importance de l'échangeur à contre courant pour la thermalisation des injections de gaz.

Les deux tubes d'injections sont ensuite thermalisés sur l'étage 1,6 K par un capillaire (diamètre = 0,1*0,5mm; longueur = 1000mm) noyé dans l'étain. Une impédance thermique (diamètre = 50 µm; longueur = 50mm) est utilisée pour connecter les capillaires à un échangeur en poudre d'argent fritté (poudre de 70nm).

c) L'échangeur de la dilution.

L'échangeur de la dilution est identique aux échangeurs utilisés dans le cryostat de test. Il comprend une partie chaude et une partie froide qui ont des caractéristiques différentes.

- La partie chaude, entre 1.6K et 500 mK, est composée de trois tubes de diamètre intérieur de 40µm et de longueur 700mm. On peut calculer la vitesse du fluide v à partir du débit molaire \dot{n} , de la section du capillaire S et du volume molaire V_m :

$$v = V_m \cdot \dot{n} / S$$

$$\begin{aligned} \text{Pour l}^3\text{He, on a:} & \quad V_{m3} = 36,7 \text{ cm}^3 / \text{mol (à T=0.5K)} \\ & \quad \dot{n}_3 = 3 \cdot 10^{-6} \text{ mol / s} \\ & \quad S = 13 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^2 \end{aligned}$$

$$\text{On en déduit:} \quad v_3 = 8,72 \text{ cm / s}$$

$$\begin{aligned} \text{Pour l}^4\text{He, on a:} & \quad V_{m4} = 27,5 \text{ cm}^3 / \text{mol (à T=0.5K)} \\ & \quad \dot{n}_4 = 12 \cdot 10^{-6} \text{ mol / s} \\ & \quad S = 13 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^2 \end{aligned}$$

$$\text{On en déduit:} \quad v_4 = 25,4 \text{ cm / s}$$

$$\begin{aligned} \text{Pour le mélange, on a:} & \quad V_{md} = 28,5 \text{ cm}^3 / \text{mol (pour X=12\%)} \\ & \quad \dot{n}_d = 15 \cdot 10^{-6} \text{ mol / s} \\ & \quad S = 13 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^2 \end{aligned}$$

$$\text{On en déduit:} \quad v_d = 32,9 \text{ cm / s}$$

On vérifie que dans cette partie de l'échangeur, les vitesses critiques du superfluide (de l'ordre de 20 cm/s) sont dépassés dans les tubes "⁴He et dilué".

- La partie froide (température inférieure à 500mK) est composée de trois tubes de diamètre intérieur de 300 μ m et de longueur 4m. Le diamètre et la longueur sont relativement important afin d'obtenir une surface d'échange suffisante. La surface des tubes est alors de $S = 7,07 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^2$. On en déduit la vitesse des fluides dans ces tubes:

Pour l'³He $v_3 = 0,15 \text{ cm / s}$

Pour l'⁴He $v_4 = 0,46 \text{ cm / s}$

Pour le mélange $v_d = 0,6 \text{ cm / s}$

On voit que la vitesse critique pour l'⁴He est loin d'être atteinte. En prenant en compte la conduction thermique du superfluide, les valeurs de la figure 9 montre que celle-ci introduit des pertes thermiques de l'ordre de 30 nW, ce qui est négligeable devant les puissances disponibles.

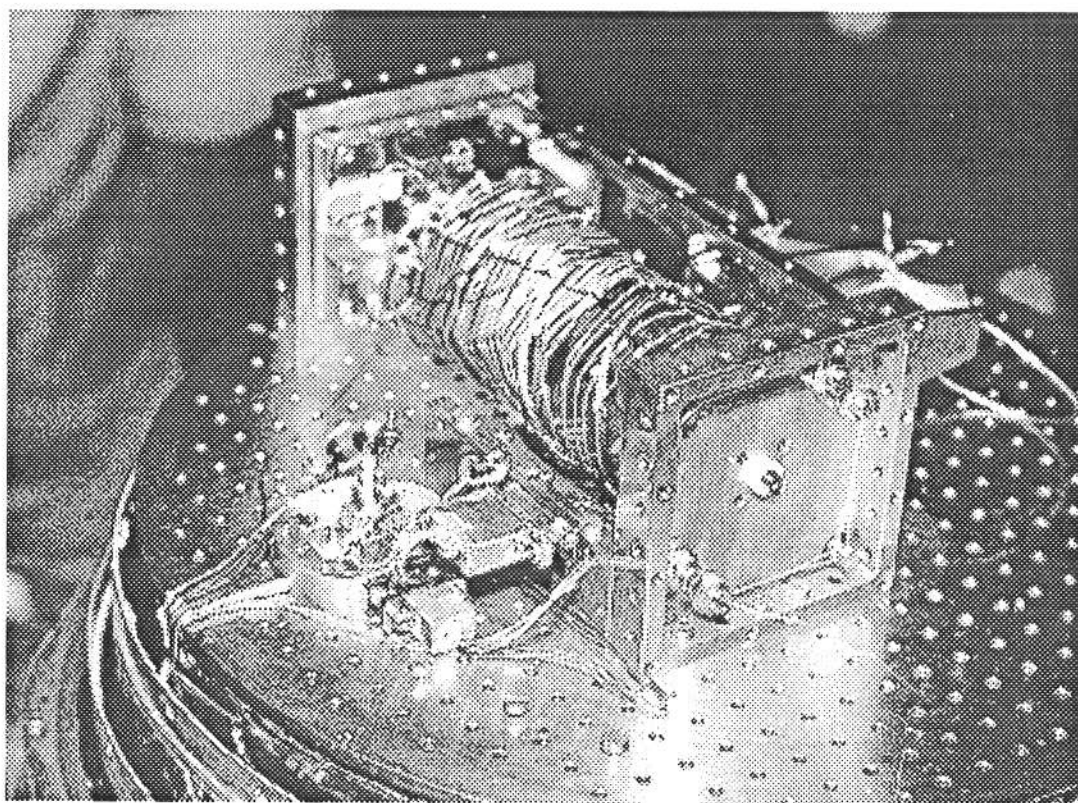


Fig. 18: Vue de l'étage à dilution du cryostat DIABOLO.

d) L'étage à dilution.

L'étage à dilution qui supporte les deux bolomètres est suspendu à l'étage 1,6 K dans deux dimensions par huit fils de kevlar. On a utilisé une tige de vespel ϕ 4mm longueur 130mm pour éviter le déplacement dans la troisième dimension. La thermalisation de la tige en six points sur l'échangeur de la dilution est assurée par un clinquant de cuivre soudé sur l'échangeur et serré sur la tige entre deux écrous nylon.

4) Fonctionnement et performances

Les courbes ci-dessous représentent les variations des températures et des puissances en fonction du débits des deux isotopes.

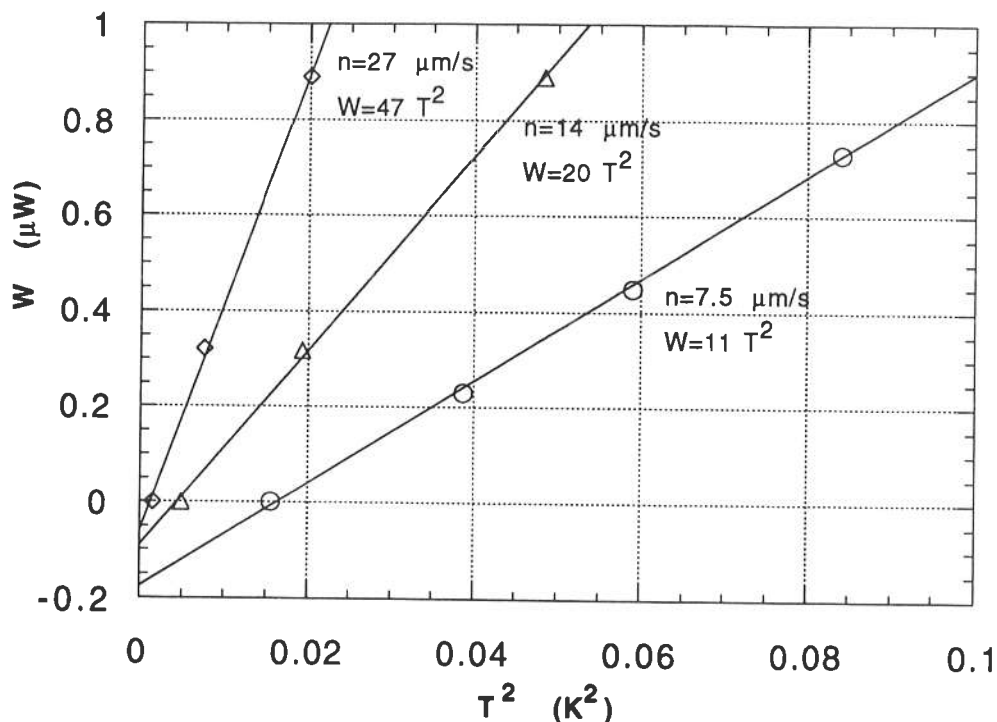


Fig. 19: Puissance appliquée en fonction du carré de la température mesurée.

On remarque sur cette courbe que les pertes sont différentes en fonction du débit. Une explication possible est que, pour les faibles débits, la vitesse de l' ^4He dans l'échangeur chaud est relativement faible. En effet pour le débit total de 7,5 $\mu\text{mol} / \text{s}$ la vitesse de l' ^4He est égale à 12,7 cm / s ce qui est inférieur à la vitesse critique.

5) Conclusion

L'autonomie du bain ^4He à 1,6K permet des mesures en continue pendant environ 48 heures ce qui est suffisant pour les observations nocturnes sur le télescope.

Les mesures réalisées avec les deux bolomètres nous ont permis d'observer des puissances de bruit équivalentes ou égales à $5 \times 10^{-16} \text{ W}/\sqrt{\text{Hz}}$

La contrainte de ce mode de fonctionnement est la remise en pression du bain d' ^4He pour permettre son remplissage, ce qui provoque un réchauffement de l'étage à dilution vers 2K. Le temps de descente en température est d'environ deux heures.

B Le cryostat pour goniomètre à neutrons

1) Présentation de l'expérience

La fabrication d'un cryostat à dilution classique sur un goniomètre quatre cercles à berceau d'Euler présente de grandes difficultés et n'a jusqu'à présent, jamais été réalisée. En effet, les principales contraintes posées par ce type d'expérience sont les suivantes:

- Le cryostat doit être entièrement inclus à l'intérieur du berceau du goniomètre, soit un encombrement maximum du cryostat de 25cm dans toutes les directions.

- Le cryostat doit pouvoir être orienté autour de deux axes (un axe vertical ω et un axe horizontal χ).

- L'échantillon doit pouvoir tourner à l'intérieur du cryostat autour d'un axe ϕ .

La technique de dilution en cycle ouvert reste compatible avec ces contraintes. Cela nous a conduit à construire un cryostat permettant l'obtention de très basses températures pour ce type d'expériences.

Le premier étage du cryostat est refroidi à 1.6K par l'intermédiaire d'un tube d'alimentation continue comportant deux joints tournants (rotations ω et χ).

L'échantillon lui-même est fixé au point froid de l'étage à dilution, l'échangeur étant suffisamment flexible pour permettre une rotation de $\pm 180^\circ$

2) Description de l'étage à 1.6K

Nous avons utilisé une ligne de transfert rigide qui comporte un écran en cuivre refroidi par les vapeurs du vase contenant le liquide hélium. Les pertes supplémentaires introduites dans le vase par cet écran peuvent se comparer aux pertes dues au col et de ce fait, ne s'ajoutent pas aux pertes totales du vase.

Les pertes de cette ligne de transfert sans écran sont de 400 mW, mais seulement de 100 mW avec écran.

a) Rotation verticale ω .

La rotation autour de l'axe ω permet de faire tourner le bras du berceau d'Euler en fonction du faisceau incident et diffracté sans déplacer le réservoir de liquide ^4He . Elle est se fait par l'intermédiaire d'un raccord Johnston. L'écran en cuivre à température intermédiaire est connecté thermiquement au milieu du raccord Johnston, ce qui réduit les pertes du raccord.

b) Rotation horizontale χ .

La rotation de l'ensemble du cryostat autour de l'axe χ impose un système insensible à la gravité. Il n'y a donc pas de réserve de fluide cryogénique car il est très difficile de séparer le gaz et le liquide au delà de cet axe. Ce-ci nous a imposé d'introduire un séparateur de phases dans la partie verticale de cette ligne. La phase gazeuse assure le refroidissement de l'écran en cuivre pour diminuer les pertes par rayonnement sur la phase liquide. Une vanne froide automatisée est montée dans la phase liquide et permet par détente Joule-Thomson d'obtenir une température de 1,6K sur le cryostat. Le raccord Johnston assurant la rotation χ travaille à une pression de l'ordre de 5 mb environ.

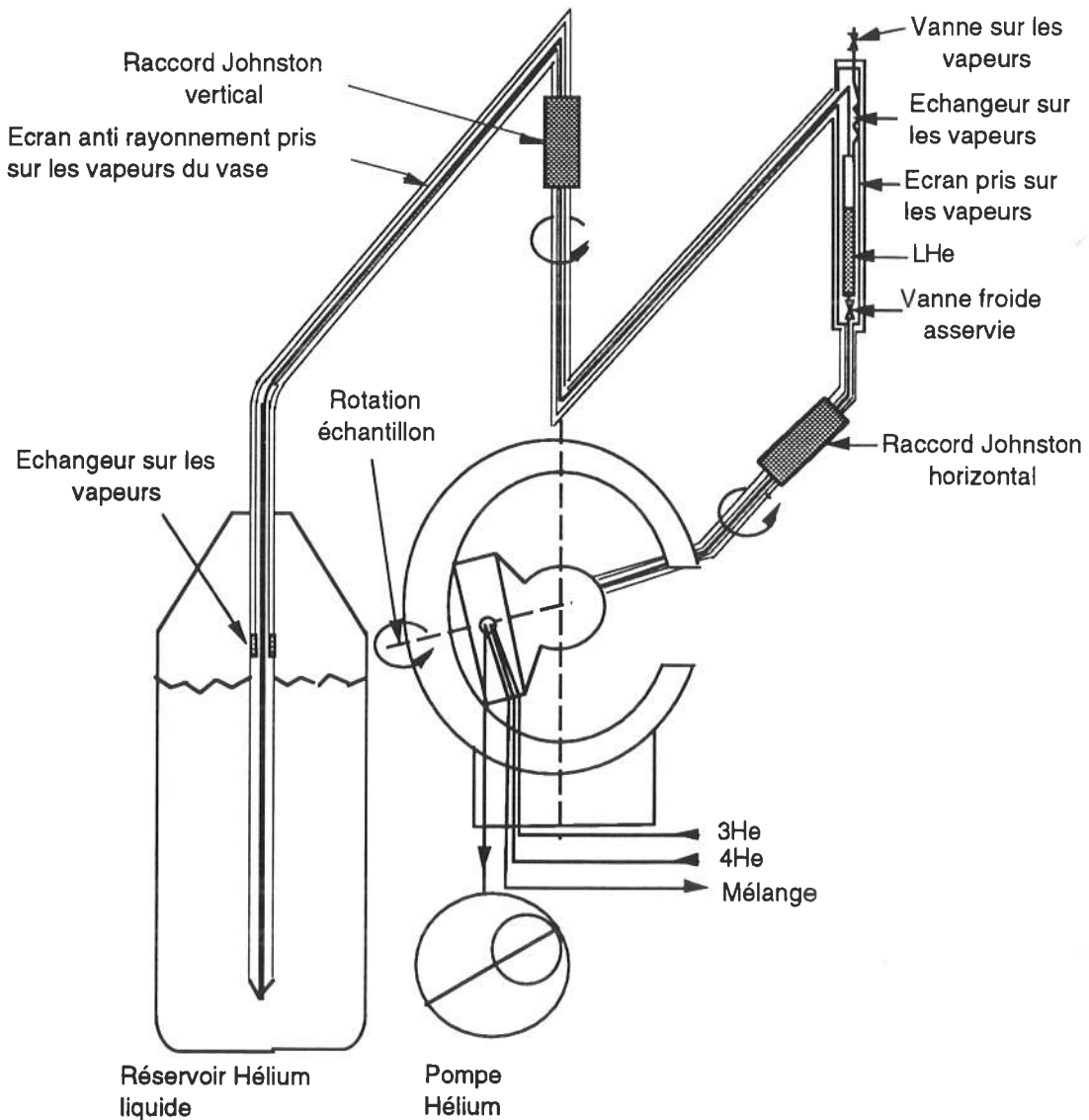


Fig. 20: Schéma de la ligne d'alimentation en hélium liquide du cryostat pour goniomètre 4 cercles.

3) Description de l'étage à dilution.

La rotation de l'échantillon autour de l'axe (Φ) est assurée par une tige placée entre la commande à température ambiante et l'échantillon à basse température.

a) Thermalisation de la tige de commande sur l'étage 1.6K

Pour satisfaire aux contraintes mécaniques et thermiques, cette tige en polyimide est prise dans un rond de diamètre = 4mm de longueur 250mm. Pour éviter des pertes thermiques trop importantes sur l'échantillon, il est indispensable de thermaliser l'extrémité de cette tige sur l'étage à 1.6K. Pour cela, nous avons ajouté un circuit d'injection d' ^4He supplémentaire. Ce circuit condense l' ^4He sur l'étage 1.6K par un échangeur à contre courant du mélange liquide-gaz provenant de la détente Joule-Thomson. Il couple thermiquement cet étage à la tige par un capillaire suffisamment long, bobiné et thermalisé sur celle-ci de manière à diminuer au maximum le couple de torsion. L' ^4He est ensuite réinjecté dans le circuit de la détente Joule-Thomson de l'étage à 1,6K.

b) Echangeur de la dilution

Les circuits servant à la dilution échangent la chaleur à contre-courant avec l' ^4He provenant de la détente Joule-Thomson jusqu'à l'étage à 1,6°K. Puis sous la forme d'un échangeur (échangeur chaud) composé de trois tubes identiques soudés longitudinalement et enroulés en spirale entre l'étage à 1,6K et la thermalisation intermédiaire du support de la boîte à mélange. Un autre échangeur (échangeur froid) de fabrication identique relie le support intermédiaire à la boîte de mélange. Cette géométrie permet une rotation de $\pm 180^\circ$. Le support de la boîte à mélange est un tube de vespel de diamètre = 9*10mm et de longueur 33 mm fixé sur la thermalisation de la tige à l'étage 1,6°K. Ce tube de vespel est thermalisé au milieu, par le tube de mélange dilué afin de diminuer ses pertes par conduction.

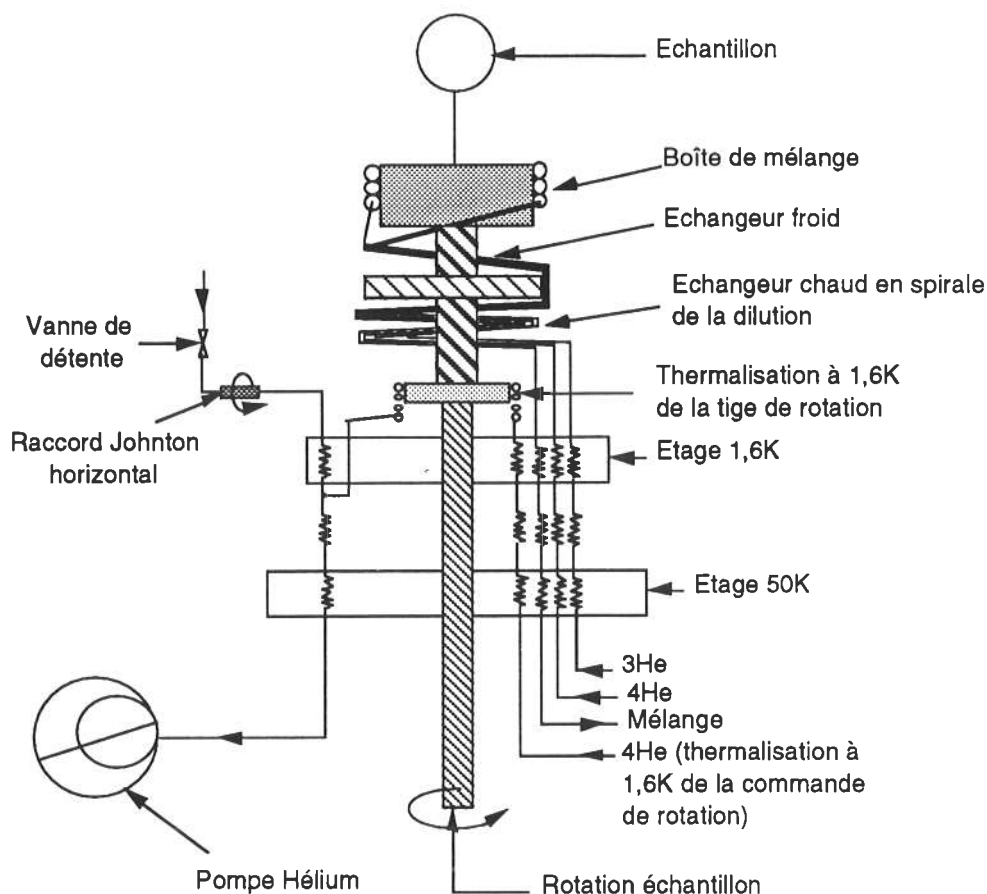


Fig. 21: Schéma du cryostat pour goniomètre 4 cercles.

4) Le système de contrôle de circulation des gaz

Pour le contrôle des débits de gaz nécessaires pour l'étage à dilution, et à la thermalisation de la tige de rotation de l'échantillon sur l'étage 1.6K, nous avons confectionné un bâti permettant de réguler et de comprimer ces gaz. La séparation des deux isotopes se fait dans un distillateur indépendant afin de réutiliser l' ^3He .

5) Fonctionnement et performances

La consommation totale d' ^4He pour l'étage 1,6K est de 16 l/mn mesurée à la température et pression normales ce qui correspond à des pertes équivalentes à 1Watt.

A la température minimum de 100 mK, les débits des deux isotopes sont pour l' ^3He de $8 \mu\text{ mol/s}$ et de $16 \mu\text{ mol/s}$ pour l' ^4He .

La courbe de puissance (Fig. 22) montre que les pertes par conduction du support entre l'étage à 1,6 K et l'étage à dilution sont de $0,56 \mu\text{W}$.

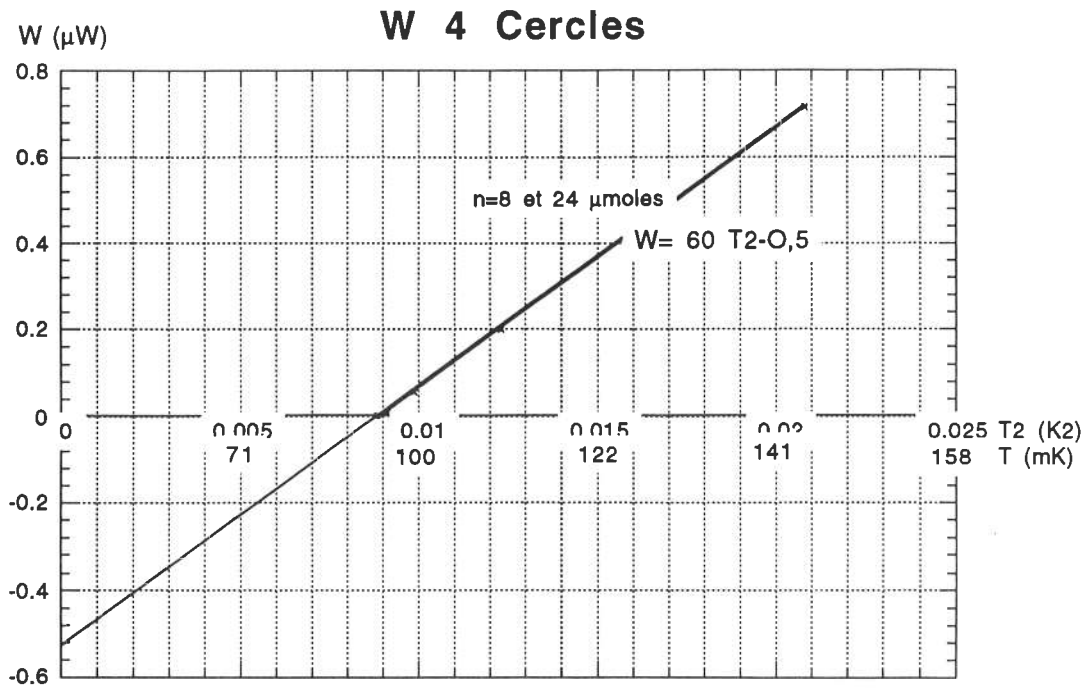


Fig. 22: Puissance appliquée en fonction du carré de la température mesurée.

6) Conclusion

Le principe de la dilution en circuit ouvert avec excès d' ^3He nous a permis d'obtenir des basses températures jusqu'à une température minimale de 100mK, quelque soit la position dans l'espace de la boîte de mélange. Ceci démontre l'insensibilité à la gravitation des cryostats construit sur ce principe.

Chapitre IV

Le cryostat avec détente Joule-Thomson

Dans les deux descriptions précédentes il apparaissait nécessaire d'avoir un étage à une température voisine de 2K pour refroidir les deux isotopes. Pour créer cet étage, il est possible de se servir de l'augmentation d'enthalpie d'une détente Joule-Thomson subie par le mélange ayant servi à la dilution. En effet les courbes enthalpiques montrent qu'avec une détente Joule-Thomson, l'enthalpie du gaz sortant est supérieure à l'enthalpie du gaz entrant pour des valeurs de températures et de pressions inférieures à 25K et 30 bar. Nous avons donc séparé le système en deux parties, l'excès d'enthalpie de la détente Joule-Thomson nous servant à refroidir les isotopes, et l'excès d'enthalpie de la dilution à refroidir l'étage à dilution^[7].

1) Puissance théorique de la détente.

Les courbes enthalpiques du mélange à différentes concentrations ne sont pas connues, nous avons donc pris celle de l'⁴He car le mélange qui se détend de 10 à 0,016 bar est homogène et a une concentration de 80% d'⁴He.

a) Calcul de l'énergie disponible au niveau de la détente Joule-Thomson:

A partir d'une pression d'injection de 10 bars et une température de 1,8K (T équivalente à la pression de vapeur saturante).

la valeur enthalpique avant détente (H)	= 32 J / mol,
après détente (H)	= 92 J / mol
d'où $\Delta(H)$ positif	= 60 J / mol.

Ce $\Delta(H)$ est suffisant pour refroidir les isotopes si l'on dispose d'un échangeur continu entre le point où se fait la détente et l'étage à plus haute température.

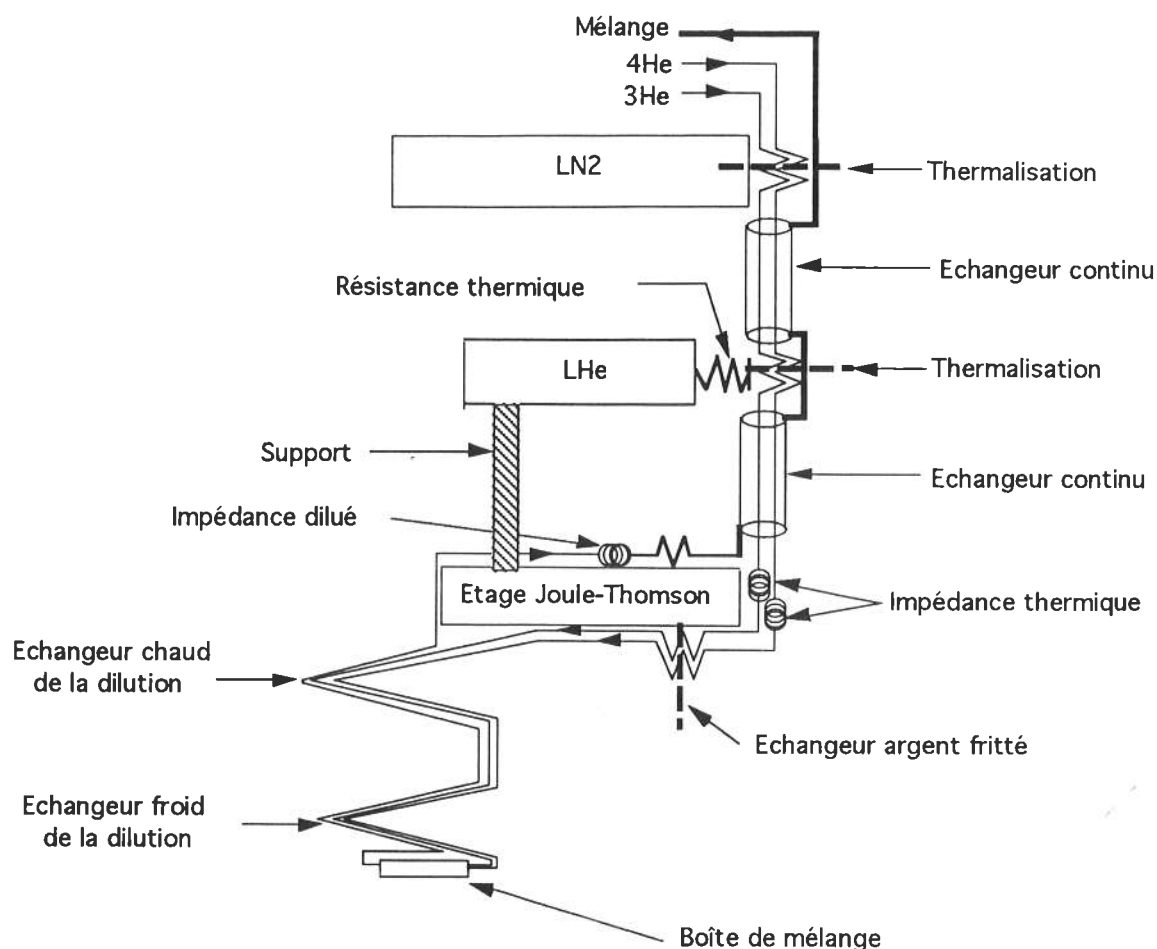


Fig. 23: Schéma du cryostat avec détente Joule-Thomson.

2) Réalisation de la maquette.

Nous avons utilisé un cryostat à bain d' ^4He avec garde de LN_2 . Les deux injections des isotopes se font par des capillaires (diamètre = $0,2 \times 0,5$ mm) et sont thermalisés sur le bain LN_2 par des échangeurs frittés de cuivre (diamètre 6 mm et longueur = 20mm). Un échangeur continu entre le point LN_2 et le point ^4He est constitué d'un tube (diamètre = $2 \times 2,5$; longueur = 500 mm) pour la sortie du mélange, à l'intérieur duquel il y a les deux tubes d'injections (diamètre = $0,166 \times 0,320$ mm).

La thermalisation sur le réservoir d' ^4He est faite au travers d'une résistance thermique (vis inox de diamètre = 3mm; longueur = 2 mm) afin de pouvoir mesurer les pertes apportées par les injections sur l'étage ^4He . Une régulation de température sur cette thermalisation nous permet de faire varier la température des deux injections.

L'échangeur continu entre l'étage ^4He et l'étage Joule-Thomson est identique à celui de l'étage LN_2 , LHe. Une impédance thermique sur chaque injection (diamètre = 0,057mm; longueur = 300 mm) a été montée entre l'échangeur et la thermalisation sur l'étage Joule-Thomson pour diminuer la conduction du superfluide ^4He .

La thermalisation des injections sur l'étage Joule-Thomson est faite par des échangeurs à poudre d'argent frittés (diamètre = 4; longueur = 2mm), celle du mélange sortant se fait par un échangeur à poudre de cuivre fritté (diamètre = 12; longueur = 30 mm).

L'échangeur de la dilution est de fabrication identique à ceux utilisés dans le cryostat d'essai. La première partie, l'échangeur chaud, comprend trois tubes (diamètre = 0,036*0,25; longueur = 700 mm); la deuxième partie, l'échangeur froid est constitué de trois tubes (diamètre = 0,2*0,5; longueur = 3000 mm).

Ces trois tubes sont connectés au tube boîte de mélange (diamètre = 0,5*1; longueur = 100mm) thermalisé sur un rond de cuivre, sur lequel sont montés deux thermomètres.

Une impédance supplémentaire (diamètre = 0,027; longueur = 300 mm) sur le tube de sortie du mélange avant l'échangeur de la Joule-Thomson a été ajoutée pour permettre la détente du mélange.

Le tableau 4 donne les diamètres et les longueurs des différents tubes utilisés pour la construction de la partie froide de ce cryostat.

Echangeur chaud capillaire $\phi=0,2*0,5$ étiré jusqu'à la filière $\phi=0,25\text{mm}$			
$\Delta P(\text{Bar})$	Longueur (cm)	Débit (cm^3/mn)	ϕ int (μm)
10	70	0,84	36
10	70	0,82	36
10	70	0,94	37
Impédance des deux injections avant l'étage Joule-Thomson			
10	30	12,3	57
10	30	12	57
Impédance du mélange avant la détente Joule-Thomson			
72	40	3	16

Tableau: 4. Caractéristiques des différents tubes.

3) Performances de la détente:

Nous avons mesuré la puissance disponible W_d de l'étage Joule-Thomson en injectant de l' ^4He puis de l' ^3He dans les deux tubes d'injection.

a) Estimation des pertes thermiques sur l'étage 1.6K.

- Les pertes par conduction des supports W_s :

Les supports entre l'étage 1,6K et 4,2K sont constitués par trois tiges de vespel diamètre $d = 4\text{mm}$; longueur $L = 30\text{mm}$ dont la conduction intégrale entre 1.6 et 4.2K est de $K = 4 \cdot 10^{-4} \text{ W/cm}$. On a alors:

$$W_s = K \cdot \pi d^2 / L = 50 \mu \text{ W}$$

- Les pertes par conduction de l'échangeur W_e :

Le tube de l'échangeur est en cupronickel de section $S = 0,018 \text{ cm}^2$ (diamètre intérieur = 2mm, ext. 2,5mm) et de longueur = 50 cm. La conduction intégrale entre 1,6 et 4,2K est : $K = 5 \cdot 10^{-2} \text{ W/cm}$. On a alors:

$$W_e = K \cdot S / L = 18 \mu \text{ W}$$

- Les pertes par rayonnement W_r :

En prenant une surface de l'ordre de 1000 cm^2 , on obtient

$$W_r = 0,2 \mu \text{ W}$$

- Les pertes dues au film superfluide dans le capillaire en présence de ^4He :

les pertes par le film dépendent du diamètre d du capillaire et sont données par $W = K d$ avec $K = 0,3 \cdot 10^{-3} \text{ W/cm}$. Pour un capillaire de diamètre 1 mm de sortie du mélange on obtient:

$$W_f = 100 \mu \text{ W}$$

Ce qui donne pour les pertes totales:

$$\text{en présence de } ^4\text{He}: \quad W_t = W_s + W_e + W_r + W_f = 168 \mu \text{ W}$$

$$\text{en l'absence de } ^4\text{He}: \quad W_t = W_s + W_e + W_r = 68 \mu \text{ W}$$

b) Mesure avec une circulation de ^4He pur.

Le débit minimum pour que la température de cet étage soit de l'ordre de 1,6K est de $8 \mu\text{mol/s}$. En prenant une variation d'enthalpie pour l' ^4He de $\Delta H_4 = 60 \text{ J/mol}$ et un débit $\dot{n}_4 = 8 \cdot 10^{-6} \text{ mol/s}$ on obtient une puissance théorique de la détente de

$$W_d = \Delta H \cdot \dot{n}_4 = 480 \mu \text{ W}$$

Cette valeur est nettement supérieure aux pertes estimées précédemment. On peut donc conclure, soit que le rendement de la détente est inférieur aux valeurs théoriques, soit qu'il existe des pertes supplémentaires non prises en compte.

c) Mesure avec une circulation de ^3He pur.

Nous avons ensuite fait la même mesure en injectant de ^3He à une pression d'injection de 8 Bars et un débit $\dot{n}_3 = 14 \cdot 10^{-6}$ mol/s. En prenant une variation d'enthalpie pour ^3He de $\Delta H_3 = 19$ J/mol, on obtient une puissance disponible W_d :

$$W_d = \Delta H \cdot \dot{n}_3 = 266 \mu\text{W}$$

Pour éviter l'accumulation de liquide dans la détente, la température de l'étage a été maintenue à 1.5K, la pression de vapeur saturante étant alors supérieure à la pression de pompage. La puissance nécessaire pour maintenir cette température est de $W_e = 173 \mu\text{W}$, ce qui correspond à une mesure des pertes thermiques $W_t = W_d - W_e = 93 \mu\text{W}$

On a ici un bon accord avec les pertes estimées de $W_t = 68 \mu\text{W}$.

La différence de récupération d'enthalpie de la détente entre ^4He et ^3He , peut s'expliquer par le fait qu'avec ^4He l'échangeur continu est court-circuité par le film superfluide. Ceci entraînerait un échange insuffisant entre l'injection et la sortie d' ^4He .

4) Apport de chaleur sur l'étage à 4K

Pour mesurer l'apport de chaleur sur l'étage à 4K, la thermalisation de l'échangeur continu et celles des injections des deux isotopes (cuivre fritté) sur le bain d' ^4He se fait à la température $T_0 = 4.2\text{K}$ à travers une résistance thermique k constituée d'une vis inox de diamètre $d = 3$ mm et de longueur $L = 2$ mm). Ce montage permet de mesurer la puissance nécessaire pour refroidir les isotopes. Pour des débits respectifs d' ^3He et d' ^4He de $1,5 \mu\text{mol/s}$ et $10 \mu\text{mol/s}$ la température à l'équilibre de cette thermalisation est de $T_1 = 13,6\text{K}$. Cela correspond à l'équilibre entre la puissance apportée par l'échangeur à ces débits W_0 et la conduction thermique de la vis inox $k = \lambda T$

$$W_0 = \int k dT = \int \lambda T dT = \frac{\lambda}{2} [T_1^2 - T_0^2] = 83 \lambda$$

Une puissance électrique a été fournie à cette thermalisation $W_2=4$ mW, ce qui a permis de déterminer la température d'équilibre qui est de $T_2=16,5$ K.

On peut alors calculer la conduction thermique du support :

$$W_0+W_2 = \int k dT = \int \lambda T dT = \frac{\lambda}{2} [T_2^2 - T_0^2] = 127 \lambda$$

$$W_2 + 83 \lambda = 127 \lambda \quad W_2 = 44 \lambda \quad \text{soit} \quad \lambda = 0.09 \text{ mW K}^{-2}$$

Ces valeurs permettent de calculer la puissance W_0 nécessaire pour refroidir les isotopes.

$$W_0 = 83 \lambda \quad \text{soit} \quad W_0 = 7.5 \text{ mW}$$

On peut comparer ce résultat avec la valeur de la conduction calculée en prenant pour la conduction thermique de l'incox [5]

$$\Lambda = 0.77 \text{ T (mW cm}^{-1} \text{ K}^{-2})$$

Avec une longueur $L=0.3$ et une section $S=0.05 \text{ cm}^2$, on obtient:

$$\lambda = \Lambda S/L = 0.128 \text{ mW K}^{-2}$$

L'accord avec la valeur mesurée (+40%) est acceptable compte tenu de l'imprécision sur la longueur (erreur dues aux écrous) et des erreurs dues à l'imprécision des contacts thermiques.

Ce résultat peut être comparé à un calcul direct de la conduction solide du capillaire de section $S=0.018 \text{ cm}$ et de longueur 50 cm . En prenant l'intégrale de conduction [5] $K=3.2 \text{ W/cm}$ entre 77 K à 4 K on obtient une puissance de

$$W = K S/L = 1.1 \text{ mW.}$$

Une étude plus détaillée est nécessaire pour comprendre exactement l'origine des pertes supplémentaires. En tout état de cause, elles restent dans une limite raisonnable, compte tenues des puissances disponibles sur l'étage de refroidissement à 4 K .

5) Performances de la dilution

Dans les premières séries d'expériences l'échangeur continu est thermalisé sur le bain d' ^4He , par un fil de cuivre (diamètre = 1,5; longueur = 20mm) et les échangeurs des injections en poudre de cuivre fritté par trois vis de laiton (diamètre =3; longueur=8mm). L'échangeur de la dilution est tenu par une tige

de vespel (diamètre = 4 mm; longueur = 100 mm) qui est thermalisée en six points sur l'échangeur. La boîte de mélange sur laquelle est montée deux thermomètres est suspendue par des fils de coton. La température minimum obtenue est de 65 mK. Les débits nécessaires, pour l'obtention de cette valeur ainsi que la puissance disponible en fonction de la température sur la boîte de mélange (figure 24). On en déduit que les performances sont limitées par les pertes thermiques sur la partie froide qui sont de l'ordre de 100 nW.

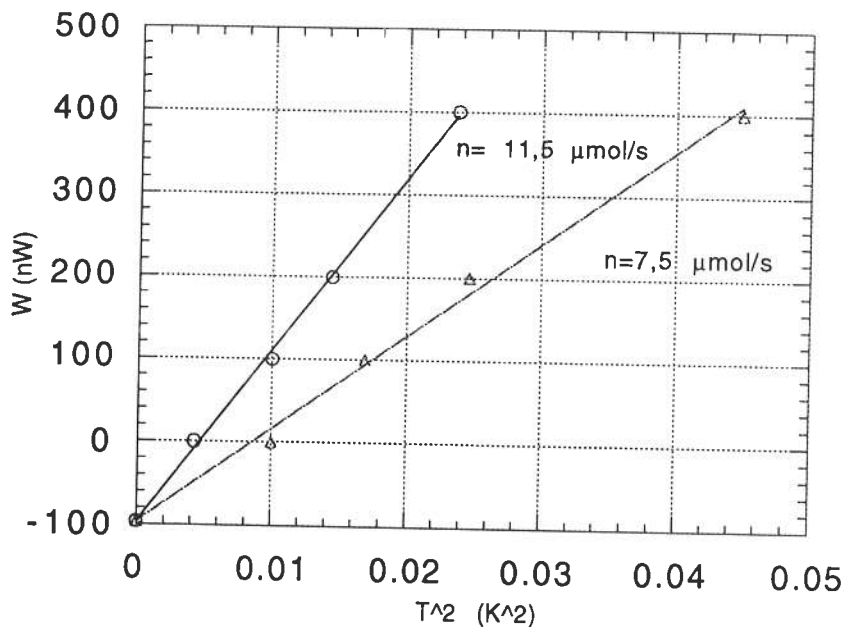


Fig. 24: Puissance appliquée en fonction du carré de la température mesurée.

Pour tester le fonctionnement du cryostat avec une thermalisation des fluides à une température supérieure à 4.2K, nous avons réalisé cette thermalisation à travers une impédance thermique comme indiqué au paragraphe 4). Pour une thermalisation à 14,7K, on obtient une température minimum de 70mK avec des débits respectifs de $\dot{n}_3 = 3 \mu\text{mol/s}$ et $\dot{n}_4 = 14 \mu\text{mol/s}$. On peut donc conclure que la température de prérefroidissement des fluides n'affecte que peu les performances de la dilution.

5) Conclusion.

L'avantage de ce type de fonctionnement est d'obtenir des basses températures à partir d'un point froid entre 4,2K et 15K. Pour l'utilisation en laboratoire on peut se servir d'un cryostat à bain d'hélium classique à la pression atmosphérique et donc d'assurer de façon permanente le fonctionnement de la partie dilution.

Pour l'utilisation dans l'espace, l'étage de prérefroidissement peut être fait par les machines de type Stirling qualifié spatiale qui ont un étage entre 15K et 20K, associé à un circuit Joule-Thomson en boucle fermée, développé par le RAL [8], et qui permettent d'obtenir une puissance de l'ordre de 10mW à 5K. La présentation du système complet se trouve dans la référence [9].

5) Conclusion

Nous avons développé un nouveau système de refroidissement utilisant la dilution de l'hélium et permettant l'obtention de basses températures jusque vers 50mK. Contrairement aux réfrigérateurs à dilution classique, notre système fonctionnant en circuit ouvert ne permet pas un recyclage des gaz utilisés. Pour une utilisation en laboratoire, il est donc nécessaire d'utiliser une installation de distillation annexe, compte tenu du prix élevé de l' ^3He . Par contre, pour une utilisation dans l'espace (par exemple sur un télescope spatial) il faudra embarquer au départ, les quantités de gaz nécessaire pour la durée de la mission. Pour une puissance disponible de l'ordre de 100nW à 100mK, cela correspond à un volume de réserve de l'ordre de 30 litres par an (gaz stocké à une pression de 250 bars) ce qui est tout à fait acceptable.

Cette technique présente cependant de nombreux avantages.

- La mise en oeuvre d'un tel cryostat est beaucoup plus simple que celle d'un cryostat classique et permet une miniaturisation poussée: par exemple, l'étage à dilution du goniomètre à neutrons n'occupe qu'un volume de quelques centimètres cubes. De même, l'absence de tube de pompage de gros diamètre facilite l'adaptation à un environnement difficile.

- Les circuits de contrôle des gaz sont simplifié par rapport aux systèmes classiques. Le fonctionnement ne nécessite que l'approvisionnement en gaz pressurisé et éventuellement une pompe pour le stockage du gaz extrait. Pour une utilisation au sol, la distillation peut se faire indépendamment.

Pour une utilisation dans l'espace, le système ne comporte ni pompe ni circulateur ce qui entraîne une consommation électrique extrêmement faible et une très grande fiabilité.

- Enfin l'un des atouts principaux de ce nouveau système réside dans son insensibilité à la gravitation. Dans un cryostat classique, la gravité est importante chaque fois que deux phases différentes sont en présence. Ici, l'injection se faisant au dessus de la pression critique, il n'y a pas de liquéfaction. La dilution se produit bien à la séparation de phase entre ^3He pur et dilué, mais les fluides sont contenus dans des capillaires suffisamment fins pour que la position de l'interface soit dominée par les forces de tension superficielle et de viscosité. Enfin dans la détente Joule-Thomson, le brouillard formé est vaporisé

dans le fritté de l'échangeur. L'écoulement du surplus de liquide est sans influence sur les performances car il se vaporise au bout d'un temps plus ou moins long.

Ce type de cryostat à dilution pourra être utilisé en laboratoire dans des conditions expérimentales difficiles. Mais, surtout, il est parfaitement bien adapté aux expériences spatiales. C'est pourquoi ce procédé a été retenu par le Centre National d'Etudes Spatiales pour le projet de petit satellite infrarouge SAMBA (lancement prévu en 1998) et par l'Agence Spatiale Européenne pour la plate-forme d'observation infrarouge FIRST, quatrième pierre angulaire de l'agence prévue pour un lancement en 2005.

Références

- [1] Experimental principles and methods below 1K, O. V. Lounasmaa, Academic Press London (1974)
- [2] R. Radebaug: Thermodynamic properties of ^3He - ^4He solutions with applications to the ^3He - ^4He dilution refrigerator. N.B.S. Technical note N°362 (1967).
- [3] *A. Benoit and S. Pujol, Proceeding of L.T. 19 conference, (1989)
*A. Benoit, Patent number 8801232 from the Centre National d'Etudes Spatiales, Paris (1988).
- [4] *R. de Bruyn Ouboter, B. van den Brandt and J. W. Tierolf, Physica B+C 107, 557 (1981)
*J. G. M. Kuerten, C. A. M. Castelijns, A. T. A. M. de Waele and H. M. Gijsman, Phys.Rev. Let. 56, 2288 (1986).
- [5] R. R. Conte: Eléments de cryogénie, Masson & Cie, éditeurs (1970).
- [6] M. Caussignac, Thèse d'Université J.F. Grenoble (1982)
- [7] A. Benoit M. Caussignac and S. Pujol Physica B 197 (1994) 48-53;
A. Benoit and S. Pujol Cryogenics 34 N° 5 (1994) 421-423.
- [8] Orłowska, A., Bradshaw, T., and Heatt, J. `Closed cycle coolers for temperature below 30 K` Cryogenics Vol. 30 pp246-248 1990;
Jewell, C., Bradshaw, T., Orłowska, A., and Jones, B., `Present lifetesting status fo `Oxford Type` cryocoolers for space applications` Proc. 7th International cryocooler conference, Santa Fe 1992
- [9] A. Benoit, T. Bradshaw, C. Jewell, T. Maciaszek, A. Orłowska and S. Pujol, A long life refrigerator for 0.1K cooling in space. Proceedings of ICES conference, juin 1994.



Grenoble, mai 1994



Impression et finition réalisées sur Rank Xerox 5090,
au Service Reprographie du CNRS.