

# THESE

présentée par :

**Adriana PARAGINA**

Pour obtenir le grade de Docteur  
de l'Université Joseph Fourier Grenoble I  
(Arrêtés ministériels du 5 juillet 1984 et du 30 mars 1992)  
(Spécialité : Physique)

## **Etude de la réfrigération par dilution d'hélium en cycle ouvert Application à un satellite d'observation submillimétrique**

Date soutenance : 3 juillet 1997

Composition du Jury : B. CASTAING  
A. BENOIT  
M. CHAPPELLIER  
J. P. TORRE  
M. DAVID

Thèse préparée au sein du  
**Centre de Recherches sur les Très Basses Températures,**  
*Laboratoire associé à l'Université Joseph Fourier*  
C.N.R.S., 25 avenue des Martyrs, BP 166, 38042 Grenoble-Cedex 9



## Remerciements

---

*Je remercie P. Monceau, directeur du Centre de Recherches sur les Très Basses Températures, de m'avoir accueillie dans son laboratoire.*

*Je remercie également l'Air Liquide qui a assuré mon financement et tout particulièrement M. P. Guillaume, ainsi que M. H.Y. Rico et M. M. Mouliney.*

*Je souhaite remercier tout particulièrement Alain Benoît, mon directeur de thèse, qui m'a accueillie au sein de son équipe et guidée tout au long de cette thèse. Malgré ses nombreuses occupations, il a toujours trouvé le temps de répondre à mes questions et de me faire partager ses riches connaissances en cryogénie. Grâce à son enthousiasme communicatif, le travail fut un vrai plaisir.*

*Je remercie aussi Serge Pujol avec qui j'ai travaillé au début de ma thèse et qui m'a beaucoup aidée pour la partie technique de cette thèse. Sa longue expérience pratique a été d'une aide précieuse.*

*Je remercie Jean-Pascal Brison pour son aide constante matérielle et morale, qui m'a beaucoup aidée dans les moments difficiles, ainsi que son équipe qui a bien voulu me prêter un cryostat sur lequel j'ai pu réaliser les mesures présentées dans le chapitre II-C-2-c.*

*Je remercie également Gérard Vermeulen pour des discussions, importantes pour la compréhension et pas toujours faciles, sur les propriétés de l'hélium et de son mélange.*

*Je tiens à remercier chaleureusement Bernard Castaing, Maurice Chapellier, Jean-Pierre Torre et Marc David de m'avoir fait l'honneur de participer à mon jury.*

*Je remercie aussi Henri Jurek pour le soigneux et très bon travail sur la réalisation des capillaires et de l'échangeur, Lucien Perli et l'atelier central du service mécanique qui ont réalisé nos pièces avec une compétence remarquable et toujours dans un délai très court.*

*Je remercie aussi Danièle Devillers qui, dans un temps très court, a réussi à corriger mes nombreuses fautes d'orthographe.*

*Je remercie aussi tout le personnel technique et administratif du laboratoire qui, par sa compétence et son amabilité, ont rendu mon travail plus facile et plus agréable et tout particulièrement le service liquéfaction : A. Comte, G. Perrier, M. Reynier.*

# SOMMAIRE

<b>Introduction .....</b>	<b>11</b>
<b>Chapitre I: Principe de la dilution en cycle ouvert .....</b>	<b>15</b>
<b>I-A La dilution en cycle ouvert .....</b>	<b>15</b>
I-A-1 Chaleur absorbée par une dilution isotherme .....	15
a) Enthalpie de mélange et dilution irréversible.....	16
b) Dilution réversible.....	18
c) Circulation réversible à travers une superfuite.....	19
d) Comparaison entre la dilution réversible et irréversible.....	21
I-A-2 Dilution avec circulation des deux isotopes .....	23
a) Etude de la dilution isotherme.....	23
1) Dilution irréversible .....	23
2) Dilution réversible .....	24
3) Dilution réversible à travers une superfuite.....	26
b) Gradient de température dans les tubes d'injection et de sortie.....	26
1) Equilibre du mélange dilué en présence d'un gradient de température.....	27
2) Application au tube d'injection $^4\text{He}$ .....	28
2) Application au tube d'injection $^3\text{He}$ .....	28
3) Application aux tubes de sortie du mélange.....	29
c) Extraction de l' $^3\text{He}$ dans le tube de sortie du mélange.....	29
1) Extraction irréversible.....	29
2) Extraction réversible en partie froide sans excès d' $^3\text{He}$ .....	30
3) Extraction par excès d' $^3\text{He}$ .....	31
d) Comparaison avec une dilution classique.....	36
1) Méthode de dilution .....	36
2) Puissance de la dilution avec excès d' $^3\text{He}$ . .....	37
<b>I-B Etude des échangeurs thermiques.....</b>	<b>39</b>
I-B-1 Refroidissement de l'échantillon. ....	39
I-B-2 Echangeur à contre-courant de la dilution.....	40
a) La partie froide de l'échangeur continu .....	40
1) Tube de dilué .....	40

2) Tube d'injection $^3\text{He}$ .....	40
3) Tube d'injection $^4\text{He}$ .....	41
4) Réalisation pratique.....	41
b) La partie chaude de l'échangeur continu.....	42
1) Tube de dilué.....	42
2) Tube d'injection de $^3\text{He}$ .....	43
3) Tube d'injection de $^4\text{He}$ .....	43
4) Réalisation pratique.....	43
<b>I-B-3 Calcul des performances d'un échangeur.....</b>	<b>43</b>
a) Dimensionnement d'un échangeur simple.....	44
1) Puissance dissipée par viscosité.....	44
2) Echange de chaleur par résistance de Kapitza.....	44
3) Puissance disponible le long de l'échangeur.....	45
b) Simulation de la température le long de l'échangeur.....	46
c) Echangeur avec thermalisation des fils électriques.....	48
<b>I-B-4 Rôle de la gravitation.....</b>	<b>52</b>
a) Dans la boîte à mélange.....	52
b) Situation dans le tube de sortie du mélange.....	53
<b>Conclusion: dilution en circuit ouvert.....</b>	<b>54</b>
<b>I-C La détente Joule -Thompson.....</b>	<b>56</b>
<b>I-C-1 Principe et performances de la détente Joule-Thompson.....</b>	<b>56</b>
a) Rappel: détente Joule-Thompson sur $^4\text{He}$ .....	56
1) Détente sans échangeur.....	57
2) Détente avec échangeur.....	58
3) Détentes utilisables avec la dilution en cycle ouvert.....	59
b) Emplacement de la détente associée à la dilution.....	60
1) Détente sur les injections.....	60
2) Détente sur la sortie du mélange dilué.....	61
c) Performances de la détente sur le mélange.....	62
1) Calcul de la température.....	62
2) Calcul de la puissance disponible.....	65
<b>I-C-2 Réalisation pratique de la détente.....</b>	<b>66</b>
a) Refroidissement des injections à 1,5 K -frittés.....	66
b) L'échangeur continu.....	66
c) Le tube de pompage.....	67
<b>Conclusion: dilution en circuit ouvert avec détente.....</b>	<b>67</b>

<b>Chapitre II : Etude expérimentale de la dilution en cycle ouvert.....</b>	<b>71</b>
<b>II-A Montage expérimental de test.....</b>	<b>71</b>
II-A-1 Les cryostats de test.....	71
a) Cryostat à hélium avec vide commun.....	71
1) Le cryostat.....	71
2) Le pré-refroidissement.....	72
3) Les passages de gaz vers la dilution.....	72
4) Consommation du cryostat.....	73
b) Cryostat à hélium classique de laboratoire.....	74
c) Cryostat avec circulation d'hélium.....	75
II-A-2 Circulation des fluides.....	76
II-A-3 La distillation du mélange.....	77
II-A-4 La mesure des températures.....	79
<b>II-B Mesure expérimentale des performances.....</b>	<b>81</b>
II-B-1 Réalisation d'une dilution pour des faibles débits.....	81
II-B-2 Réalisation d'une dilution pour les basses températures.....	84
II-B-3 Réalisation d'une dilution de forte puissance.....	86
a) Pré-refroidissement.....	86
b) Caractéristiques de la dilution.....	87
c) Différentes pertes par conduction thermique.....	87
d) Les résultats expérimentaux.....	88
e) Conclusion.....	89
<b>II-C Observation du processus de mélange.....</b>	<b>91</b>
II-C-1 Mesures capacitives.....	91
II-C-2 Mesures thermiques.....	93
a) Electronique de mesure des variations de température.....	93
b) Etude sur une dilution en cycle ouvert.....	96
1) Montage.....	96
2) La variation locale de température.....	97
3) La variation de température en fonction du débit.....	98
4) La variation de température le long du tube de sortie.....	101
c) Etude directe du mélange.....	103
1) Mélange direct des deux fluides en équilibre.....	103
3) Mesures avec une superfuite.....	110
II-C-3 Mesures par diffusion de neutrons.....	113
a) Principe de mesure.....	114
b) Calcul de la sensibilité attendue.....	115

<b>Chapitre III : Applications spatiales .....</b>	<b>123</b>
<b>III-A Les contraintes de la cryogénie spatiale.....</b>	<b>123</b>
III-A-1 Mesure de rayonnement millimétrique.....	123
a) Puissance déposée par différents rayonnements.....	123
b) Rayonnement reçu sur la plaque froide.....	125
c) Rayonnement reçu par un bolomètre .....	127
d) Perturbation thermique.....	127
III-A-2 Les contraintes imposées par ce type de mesures .....	128
a) Les supports utilisés entre les étages.....	129
c) Refroidissement de l'étage 4 K Machine/cryostat.....	133
<b>III-B Le démonstrateur 0.1 K.....</b>	<b>134</b>
III-B-1 Description du système 0,1 K - 4 K.....	134
a) Description des circuits de dilution.....	134
b) Description des suspensions.....	137
1) Suspension 1,5 K - 0,1 K .....	138
2) Suspension 4,2 K - 1,5 K .....	140
III-B-2 Les performances thermiques.....	146
a) Calcul des performances .....	146
b) Mesure des performances thermiques de l'étage 0.1 K - 2 K.....	147
c) Mesure des performances thermiques du système complet.....	149
1) Essais à température fixe ( $T = 4.2$ K) .....	149
2) Essais à température variable.....	150
d) Puissance disponible sur la détente Joule-Thompson.....	152
III-B-3 Test de vibration.....	153
a) Vibration de l'ensemble 0.1 K - 2 K.....	155
b) Vibration de l'ensemble complet .....	156
c) Vibration après modification des suspensions.....	157
III-B-4 Comment éviter le bouchage des capillaires.....	159
a) Calcul des puretés requises.....	159
b) Utilisation de pièges et de réchauffeurs .....	160
c) Redondance de la dilution .....	161
<b>III-C Refroidissement à très basse température.....</b>	<b>163</b>
a) Rappel du principe de désaimantation.....	163
b) Calcul de puissance nécessaire sur l'étage à dilution .....	164
c) Performances de la désaimantation.....	168

---

<b>Annexes.....</b>	<b>171</b>
<b>Annexe 1: Propriétés des fluides cryogéniques.....</b>	<b>171</b>
<b>Annexe 3 : Réalisation d'un interrupteur thermique.....</b>	<b>197</b>
<b>Annexe 4: Débitmètre à froid.....</b>	<b>200</b>
<b>Annexe 5: Contrôle de débit par électrovanne.....</b>	<b>204</b>
<b>Annexe 6: Calcul d'une petite bobine.....</b>	<b>208</b>
<b>Annexe 7: L'échauffement et la perte de charge par viscosité.....</b>	<b>209</b>
<b>Annexe 8: Les tests de vibration du prototype.....</b>	<b>211</b>
<b>Annexe 9: Mesure de la conductivité thermique de quelques résines epoxy.....</b>	<b>217</b>
<b>Liste des figures.....</b>	<b>221</b>
<b>Bibliographie.....</b>	<b>225</b>



---

## Introduction

---

Le procédé de refroidissement par dilution d' $^3\text{He}$  dans l' $^4\text{He}$  a été suggéré pour la première fois en 1951 par London. La mise en évidence de la séparation de phase dans une solution d' $^3\text{He}$  et d' $^4\text{He}$  a permis le développement d'une méthode pour produire des basses températures en continu. Ce type de dilution est caractérisé par un fonctionnement avec une circulation d' $^3\text{He}$  en cycle fermé, ce qui permet un refroidissement continu, très utile et pratique pour des expériences en laboratoire. Une description assez complète des cryostats à dilution se trouve dans le livre de Loonasmaa<sup>1</sup>. Depuis, de nombreuses équipes ont continué à développer de nouvelles techniques de refroidissement, comme par exemple la dilution avec une circulation d' $^4\text{He}$  en cycle fermé.

Aujourd'hui, la température minimale atteinte par les réfrigérateurs à dilution est d'environ 2 mK. Cette limite est très difficile à dépasser car, tandis que la puissance de refroidissement diminue, le chauffage provenant de la viscosité de l' $^3\text{He}$  qui circule augmente à très basse température.

Dans un système à dilution classique en cycle fermé, les forces de gravitation interviennent, d'une part, pour fixer la séparation de phase dans la boîte à mélange et, d'autre part, pour séparer la phase gazeuse de la phase liquide lors de la séparation des isotopes par distillation. Cela rend délicat la réalisation d'un appareil tournant ou d'un système fonctionnant en apesanteur.

En 1988, A. Benoît et S. Pujol au CRTBT Grenoble ont mis en pratique une nouvelle technique de réfrigération par dilution<sup>2</sup>. Le principe de fonctionnement consiste à réaliser le mélange des deux isotopes purs et à extraire le mélange formé. Le système ne fonctionne alors qu'en cycle ouvert car il faut purifier le mélange avant de le réinjecter. Cette nouvelle technique de refroidissement a été l'objet d'un brevet déposé par le Centre National d'Etudes Spatiales<sup>3</sup>. Le grand intérêt de cette méthode de refroidissement est qu'elle est insensible à la gravitation. L'utilisation de ce type de dilution, permettant un refroidissement en continu, est très intéressante pour des expériences dans l'espace<sup>4</sup>.

Actuellement, la température minimale obtenue jusqu'à présent est de l'ordre de 1,3 K en continu et de 0,3 K en utilisant un cryostat à  $^3\text{He}$  nécessitant un recyclage

périodique<sup>5 6</sup>. Torre et Chanin<sup>7</sup> ont été à l'origine de la réalisation de ces systèmes à pompe à charbon à été

## Chapitre I:

# Principe de la dilution en cycle ouvert



---

## Chapitre I: Principe de la dilution en cycle ouvert

---

Dans ce chapitre, je présente une étude du principe de la dilution en cycle ouvert en soulignant les caractéristiques associées aux différents procédés de mélange. J'étudie ensuite les caractéristiques des échangeurs thermiques utilisés. Finalement, la détente Joule-Thompson associée à ce type de dilution est présentée avec ses avantages.

La dilution en cycle ouvert a été développée spécialement pour un fonctionnement en apesanteur. Ce qui la différencie d'une dilution classique est la façon dans laquelle le mélange des deux isotopes d'hélium se réalise:

- au point froid, le volume de la boîte de mélange des dilution classique est réduit au maximum pour que la surface de séparation qui apparaisse entre les deux phase de mélange concentré et dilué ne soit pas influencer par la gravitation.
- la circulation en cycle fermé est assuré par l'existence d'un évaporateur qui fonction grâce à la gravitation; pour la dilution en cycle ouvert cette partie à été enlever d'où la possibilité de travailler en apesanteur.

### I-A La dilution en cycle ouvert

Les deux isotopes de l'hélium, l' $^3\text{He}$  et l' $^4\text{He}$ , sont les seuls fluides quantiques stables à basse température. Leur mélange à basse température absorbe une quantité importante de chaleur, permettant le refroidissement à des températures très basses. Après une discussion des performances en fonction de la méthode selon laquelle ce mélange se réalise (mélange réversible ou irréversible), je présente plus en détail le procédé de mélange des deux isotopes  $^3\text{He}$  et  $^4\text{He}$ .

#### I-A-1 Chaleur absorbée par une dilution isotherme

L'enthalpie  $H$  est le paramètre thermodynamique que l'on va utiliser pour décrire la chaleur absorbée lors du mélange.

### a) Enthalpie de mélange et dilution irréversible

L'enthalpie est reliée à l'énergie interne  $U$ , au volume  $V$  et à la pression  $P$ . Elle est définie aussi par rapport à l'entropie  $S$ , le potentiel chimique  $\mu$  et la concentration  $x$  de  ${}^3\text{He}$  dans le mélange.

$$H = U + PV$$

$$dH = dU + P dV + VdP = TdS + \mu dx + VdP$$

Soit  $H_m$  l'enthalpie d'un mélange de deux fluides qui initialement ont les enthalpies  $H_1$  et  $H_2$ . On définit l'enthalpie d'excès  $H_e$  due au procédé de mélange des deux fluides comme étant la différence entre l'enthalpie du mélange et les enthalpies de chaque fluide avant de les mélanger.

$$H_e = H_m - H_1 - H_2$$

Le mélange  ${}^3\text{He} - {}^4\text{He}$  présente une forte enthalpie d'excès<sup>8</sup> par rapport à un mélange idéal qui aurait une enthalpie d'excès nulle.

Cette forte déviation est due aux propriétés de liquide de Fermi de  ${}^3\text{He}$ .

La dilution peut se réaliser de la façon suivante<sup>9</sup>. Initialement, on suppose que l'on a deux récipients, isolés par une cloison, qui contiennent l'un de  ${}^3\text{He}$  pur et l'autre de  ${}^4\text{He}$  pur, à la même température  $T_0$  et pression  $P_0$ .

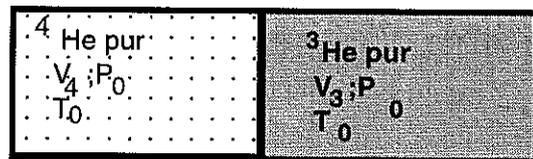


Figure 1a.1 Dilution irréversible

On enlève la cloison qui sépare les deux récipients et les deux fluides vont se mélanger de façon irréversible. On suppose que le volume de  ${}^3\text{He}$  est suffisamment faible pour que tout  ${}^3\text{He}$  se dilue et que l'état final soit un mélange monophasique à la température  $T_1$  et à la pression  $p_1$ .

C'est l'analogie d'une détente Gay-Lussac pour la transition liquide-gaz.

Ici, c'est l'énergie interne totale du système qui se conserve, car il n'y a pas d'échange avec l'extérieur.

Si, par contre, on réalise la même opération en gardant la pression constante, il y a un échange de travail  $PdV$  avec l'extérieur et c'est l'enthalpie du système qui se conserve. Pour réaliser cette détente de manière isotherme ( $T_1 = T_0$ ), il faut échanger une quantité de chaleur  $Q$  avec l'extérieur. La conservation de l'enthalpie nous montre que  $Q$  n'est rien d'autre que l'enthalpie d'excès:

$$H_1 - H_2 = H_m + Q \quad \text{soit} \quad Q = H_e$$

En regardant les courbes d'enthalpie d'excès<sup>10</sup> (figure a1.2) qui caractérisent le mélange réalisé de façon irréversible, on remarque que:

1. Le mélange peut se faire à toute température si la concentration en  $^3\text{He}$  est suffisamment faible.
2. Pour des températures inférieures à 0,15 K, l'enthalpie d'excès change de signe, ce qui change le type de réaction qui se produit. Elle passe d'une réaction endothermique ( $Q < 0$  pour  $T > 0,15$  K) à une réaction exothermique ( $Q > 0$  pour  $T < 0,15$  K).

L'idée de réaliser une dilution par le mélange des deux isotopes de l'hélium, qui doivent avoir une concentration initiale suffisamment faible pour pouvoir réaliser une dilution dans la partie froid, nous fait penser que on va se retrouver dans le deuxième cas présenté plus haut.

En réalité le mélange pour la dilution en cycle ouvert se réalise d'une façon réversible, comme sera présenté dans ce chapitre. Ces courbes d'enthalpie d'excès ne décrivent pas les états de mélange en cycle ouvert.

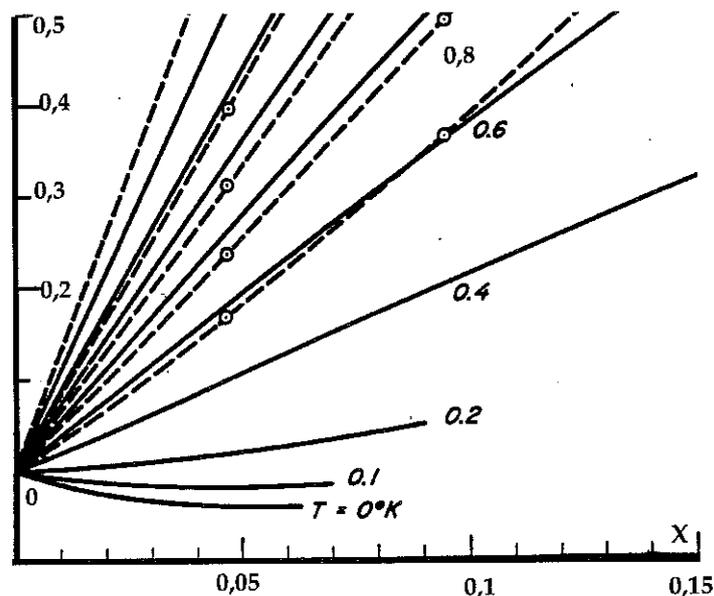


Figure 1a.2 Courbes d'enthalpie d'excès

La température d'inversion est fonction de la concentration de l' $^3\text{He}$  dilué<sup>11</sup>.

concentration (%)	6,4%	7%	10%	12%
température (mK)	160 mK	140 mK	120 mK	100 mK

Table 1.A.1 Les valeurs de température où l'enthalpie d'excès du mélange s'annule.

### Conclusion

Cette dilution brutale de l' $^3\text{He}$  dans l' $^4\text{He}$  permettra un refroidissement uniquement pour des températures relativement hautes et la température minimum d'un appareil fonctionnant sur ce principe sera de l'ordre de 150 mK. En général, cela ne sera pas suffisant et il faudra faire une dilution réversible pour atteindre des températures inférieures.

#### b) Dilution réversible

Une dilution se réalise de façon réversible si, à chaque moment pendant le processus de mélange, l'état peut être considéré comme un état d'équilibre.

Nous avons vu qu'en mettant en contact direct deux fluides qui ont des propriétés thermodynamiques différentes, le mélange sera toujours irréversible. Une méthode pour s'affranchir de ce problème consiste à amener les fluides à avoir les mêmes caractéristiques thermodynamiques que celles qu'ils auront dans le mélange avant de les mélanger.

La dilution ne pourra donc se faire de manière réversible que sur la courbe de séparation de phase.

Initialement, on a deux récipients qui contiennent l'un du dilué et l'autre de l' $^3\text{He}$ , avec les mêmes paramètres thermodynamiques, séparés par une cloison.

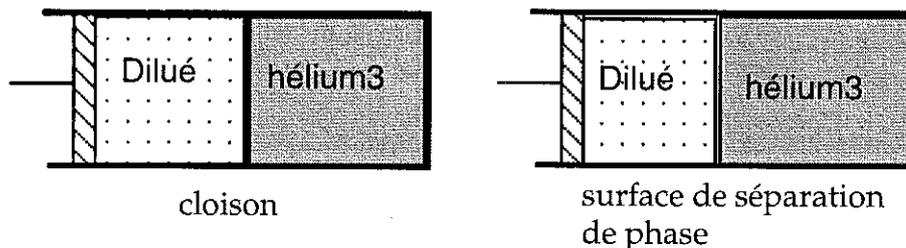


Figure 1a.3 Dilution réversible

On retire la cloison et les deux fluides sont en contact: aucun échange de chaleur ne se produit. Les deux fluides continuent à être séparés par la surface de séparation

de phase; ils sont dans un état d'équilibre. Pour réaliser la dilution tout en restant à l'équilibre, on va diminuer la concentration d' $^3\text{He}$  dans le dilué d'une quantité  $\varepsilon$  infiniment faible. L' $^3\text{He}$  qui se trouve sur la courbe de séparation de phase va se diluer pour compenser la petite variation, fournissant une puissance frigorifique proportionnelle à la quantité dissoute. A tout moment, le système est dans un état d'équilibre.

La puissance de refroidissement est donnée directement par la différence d'enthalpie entre l' $^3\text{He}$  dilué et l' $^3\text{He}$  pur. Ces enthalpies sont proportionnelles à  $T^2$  à basse température (propriété d'un liquide de Fermi). Par contre, elles sont très différentes entre elles car elles dépendent fortement de la densité (liquide de Fermi). Cela explique la grande puissance de refroidissement du système. la figure 1a.4 montre l'enthalpie  $H_3^0$  de l' $^3\text{He}$  pur et celle du mélange dilué  $H_d$  sur la courbe de séparation de phase.

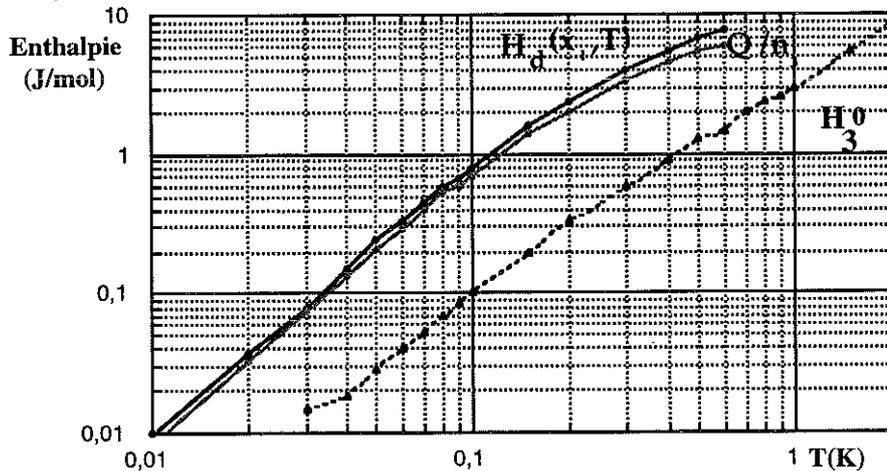


Figure 1a.4 Enthalpie  $H_3^0$  de l' $^3\text{He}$  pur, et  $H_d$  de l' $^3\text{He}$  dilué en fonction de la température.

A basse température, on a approximativement:

$$H_3(T) = H_3(0) + 12 T^2 \quad \text{et} \quad H_d = H_d(0) + 96 T^2$$

On prend comme origine :  $H_3(0) = 0$  et  $H_d(0) = 0$

Si  $n_3$  est le nombre de mole d' $^3\text{He}$  dissout, la chaleur de refroidissement est donnée par:

$$Q = n_3 [ (H_d) - (H_c) ] = 84 n_3 T^2$$

### c) Circulation réversible à travers une superfuite.

Une autre façon de réaliser un mélange de manière réversible est de faire circuler l' $^4\text{He}$  à travers une superfuite.

La superfuite est constituée d'une multitude de grains (ou canaux étroits dans un matériel comme le vycor) de diamètre inférieur à 1  $\mu\text{m}$ . Le passage du fluide normal est empêché par sa viscosité. Par contre, la phase superfluide de l' $^4\text{He}$  peut passer facilement. Cette circulation est entraînée par le gradient du potentiel chimique  $\mu_4$  de l' $^4\text{He}$ . A l'équilibre, on aura donc  $d\mu_4 = 0$ , même en présence d'une différence de température et de concentration d' $^3\text{He}$  entre les extrémités de la superfuite. Le gradient de potentiel chimique peut s'écrire:

$$d\mu_4 = V_4 dP + \left( \frac{\partial \mu_4}{\partial x} \right)_{P,T} dx - S_4 dT$$

où  $V_4$  est le volume molaire de l' $^4\text{He}$ ,  $S_4$  son entropie et  $x$  la concentration en  $^3\text{He}$ . De cette relation, on calcule<sup>12</sup> la variation de pression hydrostatique en fonction des différences de pression osmotique  $\Pi$  et de pression fontaine  $P_f$ :

$$\Delta P = \Delta \Pi + \Delta P_f$$

Dans notre cas, la température étant supposée la même aux deux extrémités de la superfuite, la différence de pression fontaine est nulle.

Si, d'autre part, il n'y a pas d' $^3\text{He}$  du côté gauche, on a  $\Delta \Pi = \Pi_d$ .

La différence de pression hydrostatique est alors:  $\Delta P = \Pi_d$

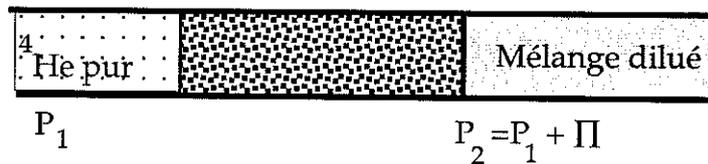


Figure 1a.5 Equilibre à travers une superfuite

Pour décrire le processus de mélange réversible à travers une superfuite, on part du même état initial que pour la dilution irréversible: deux récipients, isolés par une cloison, qui contiennent l'un de  $^3\text{He}$  pur et l'autre de  $^4\text{He}$  pur, à la même température  $T_0$  et pression  $P_0$ .

Pour pouvoir remplacer la paroi rigide par une superfuite sans déséquilibrer le système, il faut modifier la pression d'un côté pour égaler les potentiels chimique  $\mu_4$ . Cette variation de pression n'est rien d'autre que la pression osmotique de l' $^3\text{He}$  dans le mélange dilué à cette même température (le dilué et le concentré sont à l'équilibre thermodynamique: ils ont le même potentiel chimique).

Le travail associé à cette compression est:

$$W = \int P dV$$

Le fluide est presque incompressible ( $\Delta V \approx 0$ ) et à faible pression on peut négliger la chaleur fournie par ce travail.

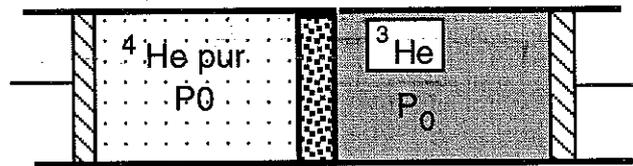


Figure 1a.6 Equilibre à travers la superfuite avant dilution

Une fois cet équilibre réalisé, on pousse l' $^4\text{He}$  dans le compartiment de l' $^3\text{He}$  avec le piston (pression  $P_0$ ) et on agit avec l'autre piston sur le mélange pour maintenir constante la pression totale, soit toujours  $P_1$ .

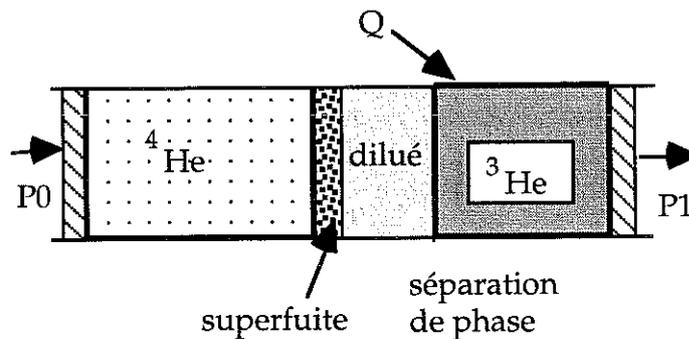


Figure 1a.7 Dilution réversible à travers la superfuite

On a ici une dilution réversible avec une chaleur de refroidissement  $Q$  donnée par la même relation que précédemment:

$$Q = n_3 [ (H_d) - (H_c) ] = 84 n_3 T^2$$

#### d) Comparaison entre la dilution réversible et irréversible

A l'aide de la superfuite, on a vu qu'il est possible de partir des isotopes purs et d'obtenir un mélange de façon réversible. Il nous est donc possible de faire un bilan et de calculer l'enthalpie d'excès à partir de la chaleur de refroidissement de la transformation réversible. Pour cela, il suffit de faire le bilan complet de la dilution à l'aide d'une superfuite en tenant compte de tous les travaux fournis à l'extérieur.  $V_4$ ,  $V_3$  et  $V_d$  sont les volumes molaires respectifs de l' $^3\text{He}$  pur, de l' $^4\text{He}$  pur et du mélange dilué.

- Au départ,  $n_4$  moles de  $^4\text{He}$  pur à la pression  $P_0$
- $n_3$  moles de  $^3\text{He}$  pur à la pression  $P_0$

- détente de l'<sup>4</sup>He à la pression P<sub>0</sub>  
travail rejeté vers l'extérieur

$$W_4 = \int P_0 dV$$

- Opération de dilution:

travail extérieur fourni par le piston P<sub>0</sub>:

$$W_0 = n_4 V_4 P_0$$

travail rejeté vers l'extérieur par le piston P<sub>1</sub>

$$W_1 = n_3 (V_d - V_3) P_1$$

Chaleur de dilution

$$Q_r = 84 n_3 T^2$$

- Etat final: mélange à la pression P<sub>1</sub>

On peut alors écrire

$$n_3 H_e = Q_r + W_0 - W_1 - W_4$$

Si l'on néglige W<sub>4</sub> (voir paragraphe précédent) on a:

$$n_3 H_e = Q_r - P_1 n_3 (V_d - V_3) + P_0 n_4 V_4$$

ou en remplaçant par  $\Pi = P_1 - P_0$  :

$$n_3 H_e = Q_r - \Pi n_4 V_4 + P_1 (n_4 V_4 + n_3 V_3 - n_3 V_d)$$

Le dernier terme est simplement le terme de travail dû au changement de volume global lors de la réaction. Il peut donc être négligé au même titre que W<sub>4</sub>.

Le résultat est: la chaleur de refroidissement lors d'une transformation irréversible (n<sub>3</sub> H<sub>e</sub>) est égale à la chaleur de refroidissement réversible diminuée du travail de la pression osmotique.

$$n_3 H_e = Q_r - W_\Pi$$

A basse température, la pression osmotique devient constante pour le mélange dilué sur la courbe de séparation de phase. Le travail W<sub>Π</sub> est donc lui aussi constant à basse température. Comme Q<sub>r</sub> diminue comme le carré de la température, on retrouve bien le changement de signe de l'enthalpie d'excès.

### Application numérique:

A basse température  $\Pi = 2000 \text{ Pa}$

Le volume molaire de l'<sup>4</sup>He est  $V_4 = 27 \text{ cm}^3/\text{mole}$

Le travail  $W_{\Pi}$  rapporté au nombre de moles d' $^4\text{He}$  est :  $W_{\Pi} 0,054 \text{ J/mol } ^4\text{He}$

Si l'on veut rapporter ce travail au nombre de moles d' $^3\text{He}$ , en tenant compte de la concentration  $x=6.4\%$ , on trouve

$$W_{\Pi} = 0,84 \text{ J/mol}$$

On retrouve le point d'inversion de l'enthalpie d'excès en écrivant

$$Q_r - W_{\Pi} = 0 \text{ soit } 84 n_3 T^2 = 0,84 n_3$$

$$\text{On a donc } T = \sqrt{0,84 / 84} = 0.1$$

Compte tenu des approximations effectuées, cette valeur de 100 mK est cohérente avec les courbes de la figure 1a.2.

### I-A-2 Dilution avec circulation des deux isotopes

La dilution en cycle ouvert consiste à mélanger de façon continue les deux fluides d'injections purs: l' $^3\text{He}$  et l' $^4\text{He}$ .

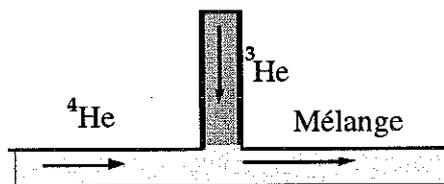


Figure 1a.8 Dilution avec circulation des deux isotopes.

Il y a plusieurs manières de réaliser ce mélange et on va étudier chaque cas intéressant.

#### a) Etude de la dilution isotherme

##### 1) Dilution irréversible

Pour réaliser le mélange des deux fluides purs à la jonction des deux injections, on installe une restriction sur chaque tube d'injection. Cela empêche une diffusion à contre-courant d'un des fluides dans le tube d'injection de l'autre et préserve la pureté des fluides juste avant de réaliser le mélange (figure 1a.9).

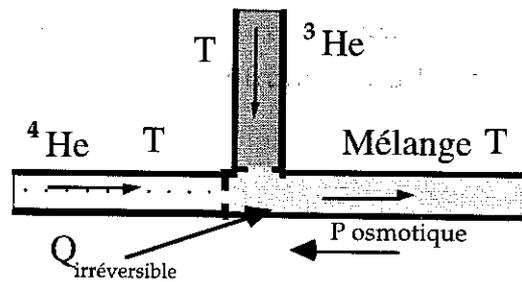


Figure 1a.9 Dilution avec restrictions pour empêcher la diffusion

Dans ce cas, la dilution est totalement irréversible et la puissance de refroidissement sera donnée par l'enthalpie d'excès comme précédemment. Bien sûr, si les restrictions sont trop importantes, on a en plus un chauffage supplémentaire lié à la viscosité. Si l'on suppose les liquides incompressibles, ce chauffage supplémentaire est donné par:

$$Q = V dP$$

où  $V$  est le débit volumique et  $dP$  la perte de charge dans la restriction.

Le diaphragme sur l' $^4\text{He}$  est important pour empêcher la diffusion de l' $^3\text{He}$ . Pour qu'il soit efficace, la variation de pression créée doit être supérieure ou égale à la pression osmotique de l' $^3\text{He}$ . On retrouve ainsi des pertes égales au travail de la pression osmotique. Bien sûr, un diaphragme trop petit crée un chauffage supplémentaire dû à la viscosité.

Une autre façon de raisonner consiste à dire que la vitesse du fluide doit dépasser la vitesse critique superfluide dans le diaphragme.

Le diaphragme sur l' $^3\text{He}$  a pour objet d'empêcher la diffusion à contre-courant de l' $^4\text{He}$ . A basse température, la quantité d' $^4\text{He}$  dissoute dans la phase riche en  $^3\text{He}$  tend vers zéro, cette diffusion n'est plus possible. Dans ce cas, le diaphragme sur l' $^3\text{He}$  devient inutile.

Si l'on retire le diaphragme à l'orifice du tube d' $^4\text{He}$ , un gradient stationnaire de concentration de l' $^3\text{He}$  dans l' $^4\text{He}$  va s'établir en fonction de la température, afin de garder une pression osmotique constante. Cette situation sera discutée plus loin.

## 2) Dilution réversible

Si on mélange les deux fluides sans aucune restriction, un équilibre de pression osmotique va se réaliser le long des circuits d'injection. Cette diffusion va rendre le procédé de mélange réversible; le travail supplémentaire dû à la pression osmotique sera nul. Cela va entraîner une diffusion à contre-courant d'une phase

dans l'autre. A l'équilibre thermodynamique, seules peuvent être présentes les deux phases qui coexistent sur la courbe de séparation.

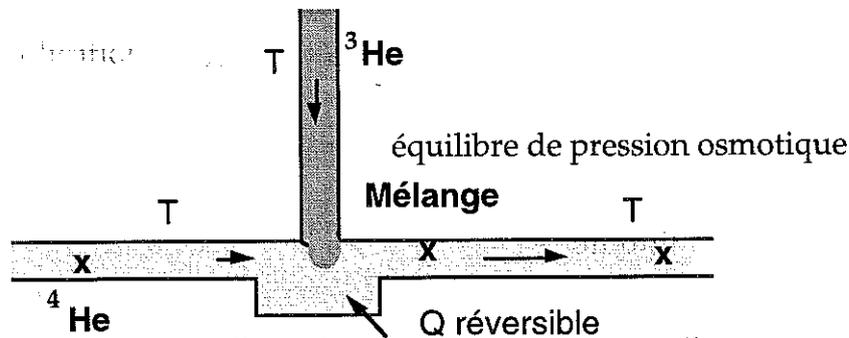


Figure 1a.10 Dilution réversible sur la courbe de séparation de phases

Comme on le voit sur la Figure 1a.10, si le système est isotherme, l' $^3\text{He}$  diffuse à contre-courant dans le tube d'injection de l' $^4\text{He}$  sous l'influence de la pression osmotique. La concentration  $x$  de l' $^3\text{He}$  qui va s'établir sera la même tout au long du tube d'injection de l' $^4\text{He}$  et de sortie du mélange.

La façon dont la dilution va se réaliser en continu est la suivante:

- l' $^3\text{He}$  qui diffuse à contre-courant dans le tube d'injection de l' $^4\text{He}$  est stationnaire et sert à établir des conditions d'équilibre: concentration du mélange à saturation;
- à basse température, la quantité d' $^4\text{He}$  qui diffuse à contre-courant dans le tube d'injection d' $^3\text{He}$  est négligeable;
- l' $^3\text{He}$  se déplace avec l' $^4\text{He}$  dans le tube de sortie.

Dans ces conditions, il se crée un déficit d' $^3\text{He}$  qui est remplacé au niveau de la séparation de phase par l' $^3\text{He}$  injecté.

Le mélange extrait étant à saturation ( $x_s=6,4\%$ ), les débits molaires  $\dot{n}_3$  et  $\dot{n}_4$  respectivement d' $^3\text{He}$  et d' $^4\text{He}$  doivent être dans ce rapport:

$$x_s = \frac{\dot{n}_3}{\dot{n}_3 + \dot{n}_4} = 0,064$$

Ici, la dilution étant réversible, la puissance de refroidissement est la même que dans un système à dilution classique et elle est donnée par:

$$Q_r = 84 \dot{n}_3 T^2$$

L'avantage de ce procédé est qu'il sera toujours endotherme et permettra d'obtenir des très basses températures. Il sera cependant difficile à mettre en oeuvre une tel dilution isotherme.

### 3) Dilution réversible à travers une superfuite

L'utilisation d'une superfuite sur l' $^4\text{He}$  permet d'empêcher la diffusion à contre-courant de l' $^3\text{He}$ . Contrairement au cas de l'utilisation d'un diaphragme qui crée un travail supplémentaire dû à la différence de pression, la superfuite n'induit aucune irréversibilité.

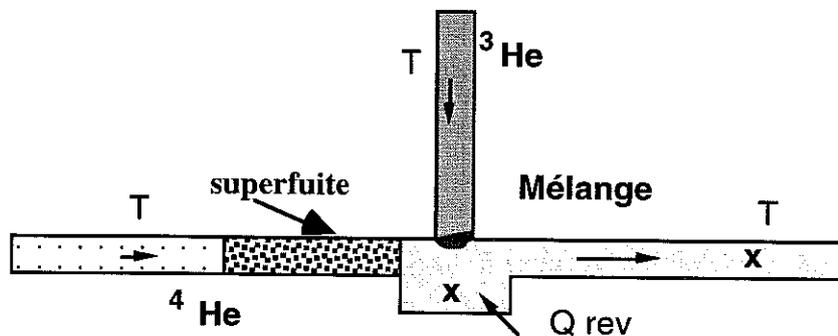


Figure 1a.11 Dilution réversible avec une superfuite.

Dans la figure 1a.11, j'ai représenté l' $^4\text{He}$  pur qui passe à travers la superfuite et il se mélange avec l' $^3\text{He}$  pur qui arrive en créant une séparation de phase. La puissance à fournir pour avoir une dilution isotherme est la même que dans le cas réversible. Le long du tube de mélange, la concentration est constante et elle est la même que sur la courbe de séparation de phase.

#### b) Gradient de température dans les tubes d'injection et de sortie

En pratique, il y a toujours un gradient de température le long des tubes d'injection jusqu'au point de mélange et le long du tube de sortie. On étudie ici comment ce gradient influence la dilution.

### 1) Equilibre du mélange dilué en présence d'un gradient de température

Si dans un tube qui contient du mélange dilué on applique un gradient thermique, il s'établira comme pour une superfuite, un équilibre du potentiel chimique  $\mu_4$  de l' $^4\text{He}$  le long du tube. Cela conduit à une variation de la concentration de l' $^3\text{He}$  en fonction de la température. Cette variation s'obtient en écrivant que la somme de la pression osmotique et de la pression fontaine reste constante. La figure 1a.12 montre un tel réseau de courbes isobares pour des pressions osmotiques variant à partir de 2200 pascal par pas de 2000 pascal.

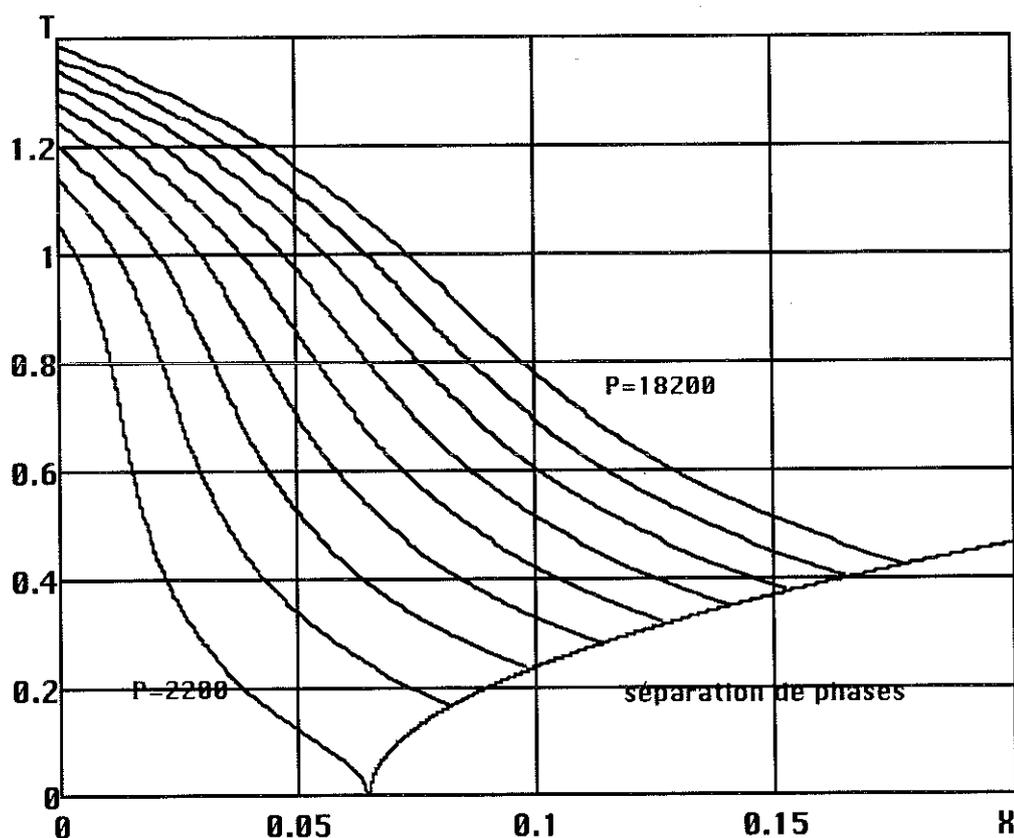


Figure 1a.12 Courbes à potentiel chimique  $\mu_4$  constant

A faible concentration, l' $^3\text{He}$  dilué se comporte comme un gaz et si  $V$  est le volume molaire, le produit  $\Pi V$  est proportionnel à la température. Comme  $V$  varie comme l'inverse de la concentration  $x$ , la pression osmotique  $\Pi$  est proportionnelle au produit  $x T$ . Les courbes à pression osmotique constante sont donc des hyperboles dans le diagramme  $x, T$ .

Cependant, lorsque la température augmente, la pression fontaine  $P_f$  se met à augmenter très rapidement. Pour garder constant  $\Pi + P_f$ , il faut donc que la

concentration diminue. Cet effet explique que les courbes à potentiel chimique<sup>13</sup>  $\mu_4$  constant s'arrêtent sur l'axe des concentrations nulles à une température finie.

## 2) Application au tube d'injection <sup>4</sup>He

### **Gradient de concentration.**

Un gradient de température sur le tube de l'<sup>4</sup>He produit une diffusion à contre-courant de l'<sup>3</sup>He vers des températures plus élevées. Le potentiel chimique  $\mu_4$  constant le long du tube implique une diminution de concentration en l'<sup>3</sup>He vers les hautes températures. Cette concentration devient nulle à partir d'une température de l'ordre de 1 K.

Même si cette diffusion existe, elle est stationnaire et elle ne perturbe pas la dilution.

On voit donc qu'il n'est pas nécessaire d'utiliser une superfuite pour empêcher la diffusion de l'<sup>3</sup>He et réaliser une dilution réversible.

### **Conduction thermique.**

La conduction thermique le long du tube d'injection d'<sup>4</sup>He dépend du type de tube utilisé dans le circuit.

- dans la partie froide, la diffusion à contre-courant de l'<sup>3</sup>He dans l'<sup>4</sup>He injecté va changer les propriétés thermiques du fluide; il n'y a plus de conduction superfluide. La conduction thermique dans ce mélange sera moins importante que celle dans l'<sup>4</sup>He pur.

- dans la partie chaude, le diamètre du tube utilisé impose un écoulement à une vitesse qui dépasse la vitesse critique. De cette façon, on diminue le film superfluide et aussi la conduction thermique<sup>14</sup> dans le liquide.

## 2) Application au tube d'injection <sup>3</sup>He

Le long du tube d'injection de l'<sup>3</sup>He, les phénomènes qui se produisent sont plus simples à cause du fait que l'<sup>3</sup>He est dans la phase normale à tout moment.

La conduction thermique dans le fluide est celle de la phase normale. A basse température, la faible solubilité de l'<sup>4</sup>He dans l'<sup>3</sup>He va produire une très faible diffusion. En même temps, il y a la possibilité de formation d'un film superfluide

qui va remonter le long du tube jusqu'à des températures plus importantes. A ces températures, la solubilité en  $^4\text{He}$  est plus importante et les problèmes qui peuvent apparaître seront identiques à ceux d'une dilution classique.

### 3) Application aux tubes de sortie du mélange

Il se produira les mêmes phénomènes de diffusion le long du tube de sortie du mélange dilué. Cependant, ici les conséquences sont différentes.

Le mélange, qui est à la concentration  $x$ , se déplace vers l'extérieur et donc vers des températures plus chaudes. Le gradient de pression osmotique qui va se former va agir sur l' $^3\text{He}$  en empêchant en partie sa sortie vers l'extérieur en le faisant diffuser vers les parties froides.

Pour réaliser une circulation continue des deux fluides, on doit réaliser l'extraction de l' $^3\text{He}$  en même temps que celle de l' $^4\text{He}$ . Nous allons discuter maintenant des différentes solutions permettant de résoudre ce problème.

#### c) **Extraction de l' $^3\text{He}$ dans le tube de sortie du mélange**

##### 1) Extraction irréversible

La façon la plus simple d'extraire tout l' $^3\text{He}$  qui est dilué au point froid est d'utiliser des diaphragmes ou des petits tubes où la vitesse d'écoulement du fluide est supérieure à la vitesse critique. La pression osmotique ne peut plus établir un équilibre et le dilué qui sort garde la même concentration, indifféremment de la température à laquelle il se trouve.

Le chauffage par viscosité lié à cette méthode ne permettra pas le refroidissement à basse température. Par contre, l'utilisation de ce procédé à des températures plus hautes sera très utile.

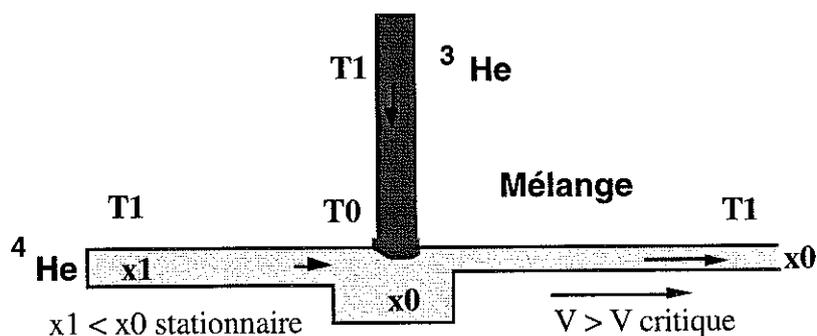
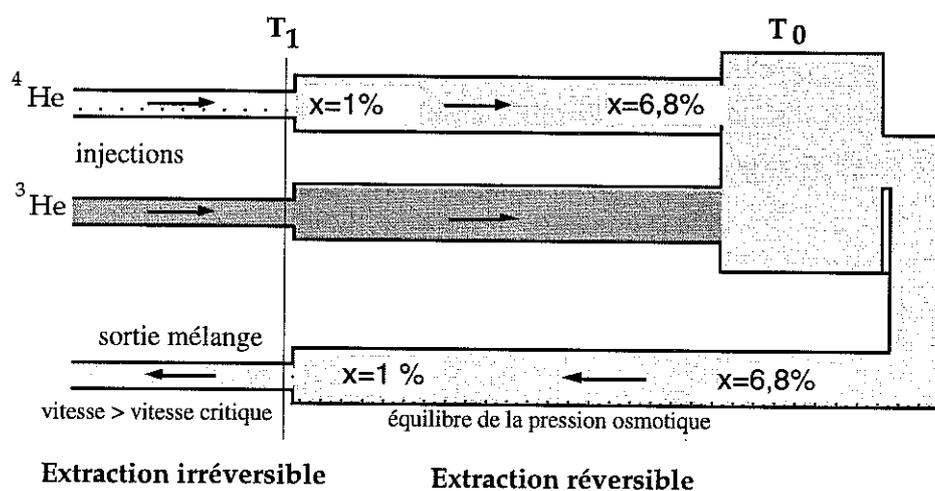


Figure 1a.13 Extraction irréversible de l' $^3\text{He}$

## 2) Extraction réversible en partie froide sans excès d' $^3\text{He}$

Pour descendre à basse température, on doit trouver un moyen d'extraire le dilué en gardant la même concentration qu'à basse température. Une solution consiste à injecter l' $^3\text{He}$  avec une quantité telle qu'il remplace celui qui est extrait dans le tube de sortie, à l'équilibre à une température plus chaude  $T_1$ . A partir de cette température  $T_1$ , on utilise l'extraction irréversible décrite au paragraphe précédent (Figure 1a.14). Cette méthode permet de réaliser une circulation des deux fluides en continu, tout en gardant dans la partie froide ( $T < T_1$ ) un équilibre de la pression osmotique et une dilution réversible.



**Figure 1a.14** Dilution réversible en partie froide uniquement, sans excès d' $^3\text{He}$ .

Le long du tube de sortie, il y a un gradient de concentration en fonction de la température qui sera stationnaire, sans affecter le fonctionnement.

L'inconvénient de cette solution est que la concentration à la sortie est très faible. Comme la puissance frigorifique de la dilution est fonction de la concentration d' $^3\text{He}$  qui se dilue, cette méthode risque de ne pas fournir assez de puissance pour compenser les pertes thermiques à basse température et fournir des basses températures raisonnables.

Pour augmenter la puissance frigorifique dans ce cas, on doit utiliser des débits d' $^4\text{He}$  très importants. Comme l'enthalpie de l' $^4\text{He}$  est négligeable, une augmentation du débit ne contribuera pas à l'augmentation des pertes thermiques à ce niveau.

Aucun des essais réalisés pour mettre en évidence ce type de fonctionnement n'a donné de bons résultats. La raison est sans doute que la puissance disponible était trop faible, même avec le débit maximum d' $^4\text{He}$  injecté (limité à 40  $\mu\text{mol}/\text{sec}$  par le débitmètre). Pour bien réaliser ce type d'expérience, il faudrait travailler avec un grand diamètre de tube d'injection d' $^4\text{He}$  permettant des débits plus élevés, afin d'avoir une puissance plus raisonnable à froid.

La dilution réversible sur la courbe de séparation de phase, comme nous venons de la présenter, présente deux avantages:

1. L'existence d'un mélange monophasique dans le tube de sortie du mélange (pas de surface de séparation influencée par la gravitation);
2. L'utilisation d'une quantité d' $^3\text{He}$  qui se dissout complètement à froid; tout l' $^3\text{He}$  injecté contribue à la puissance de refroidissement.

Par contre, ce procédé présente deux difficultés majeures:

1. Le gradient de température qui existe en pratique sur le tube de mélange dilué va produire une différence de pression osmotique. La concentration deviendra très faible à plus haute température et il ne faudra pas dépasser cette concentration pour ne pas créer une accumulation d' $^3\text{He}$  et un mélange diphasique dans le tube.
2. Il sera très difficile de stabiliser la position de la surface de séparation de phase, car elle dépend des débits respectifs d' $^3\text{He}$  et d' $^4\text{He}$  qui doivent être exactement dans le bon rapport. Trop d' $^3\text{He}$  déplace la séparation de phase dans le tube de sortie, ce qui conduit à un mélange diphasique en sortie. Un manque d' $^3\text{He}$  conduit à une remontée de la surface de séparation dans le tube d' $^3\text{He}$ .

### 3) Extraction par excès d' $^3\text{He}$

Nous avons vu qu'il était très difficile d'ajuster les débits pour stabiliser la séparation de phase au point de jonction. Nous allons voir ici ce qui se passe lorsque le débit d' $^3\text{He}$  est en excès. Une partie de l' $^3\text{He}$  injecté ne pourra pas se diluer et il va se créer une succession de gouttes de mélange concentré et de mélange dilué tout au long du tube de sortie comme indiqué sur la figure 1a.15.

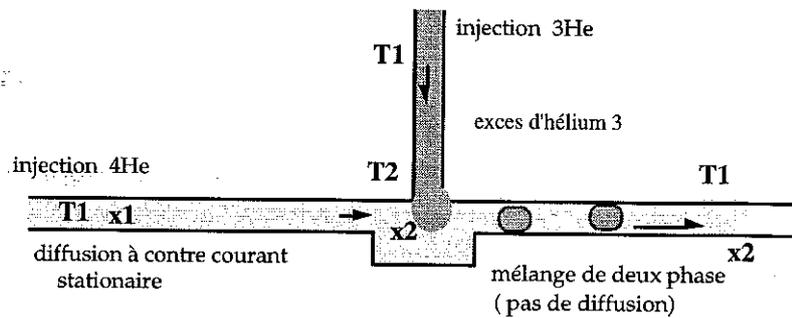


Figure 1a.15 Dilution avec de l' $^3\text{He}$  en excès

Nous n'avons plus maintenant une phase diluée tout au long du tube de sortie. La diffusion de l' $^3\text{He}$  à contre-courant n'est donc plus possible car elle est bloquée à chaque séparation de phase.

Les gouttes de la phase diluée et de la phase concentrée qui sont en contact se trouvent à tout moment sur la courbe de séparation de phase. Comme la concentration à saturation dans le dilué augmente avec la température, l' $^3\text{He}$  de la phase concentrée va se diluer progressivement à mesure que la température augmente, pour maintenir la saturation de la phase diluée. Cependant, à une certaine température, dépendant de la concentration moyenne injectée, tout l' $^3\text{He}$  sera dissout et l'on n'aura plus qu'une seule phase. Typiquement, pour une concentration de 20%, cela arrive vers 400 mK.

A partir de ce point, comme on l'a vu précédemment, la pression osmotique empêchera l'extraction de l' $^3\text{He}$ . La solution adoptée consiste à utiliser une extraction irréversible en utilisant des tubes de faible diamètre à partir d'une température  $T_1$  inférieure à cette température limite.

*Ce type de procédé représente la solution actuelle utilisé pour le fonctionnement de la dilution en cycle ouvert.*

### Conduction thermique dans le tube de mélange

On va calculer ici l'effet d'un gradient thermique sur le tube de sortie qui contient le mélange diphasique. En effet, la conduction thermique du mélange dilué est profondément modifiée lorsqu'il est en présence d' $^3\text{He}$  pur à chaque extrémité. Dans ce cas, le mélange dilué aux deux extrémités se trouve sur la courbe de séparation de phase et cela définit une concentration différente à chaque extrémité. On a alors un gradient de pression osmotique qui va entraîner une

diffusion de l' $^3\text{He}$  dans le dilué, de l'extrémité chaude vers l'extrémité froide. Cela conduit à une dilution à l'extrémité chaude avec absorption de chaleur et une démixtion à l'extrémité froide avec dégagement de chaleur. On aura donc une conduction thermique effective très grande.

Nous présentons ici une estimation de la conduction thermique dans un tube de mélange dilué dans ces conditions. Pour cela, nous calculons en présence d'une variation de température  $\Delta T$  entre les extrémités, la différence de pression osmotique. Connaissant la viscosité du mélange dilué, on en déduit le débit de diffusion de l' $^3\text{He}$   $\dot{n}_3$  et la puissance mise en jeu dans la dilution et la démixtion aux extrémités. Cette puissance, proportionnelle à la différence de température, nous donne une conductibilité thermique effective.

La variation de la pression osmotique le long de la courbe de séparation de phase pour  $T < 0,2 \text{ K}$  est donné par la formule<sup>15</sup> :  $\Pi_{\text{os}} = 23 + 861 T^2 - 420 T^4 \quad [\text{mb}]$

En approximation du deuxième ordre :

$$\Pi_{\text{os}} = A + B T^2$$

avec les constantes :  $A = 2,3 \cdot 10^3 \text{ (Pa)}$  et  $B = 86,1 \cdot 10^3 \text{ (Pa K}^{-2}\text{)}$

La variation de cette pression pour un écart de température  $\Delta T$  est :

$$\Delta \Pi = 2 B T \Delta T$$

Cette différence de pression est reliée au débit d' $^3\text{He}$   $\dot{n}_3$  qui se déplace par diffusion sous l'action de la pression osmotique. Suit à son mouvement une force de viscosité va s'opposer :

$\Delta P = \dot{n}_3 Z \eta_d V_d$  ; où  $\eta_d$  : coefficient de viscosité et  $Z$  : l'impédance du tube  
avec:

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

Le volume molaire  $V_d$  du mélange dilué peut s'exprimer en fonction du volume molaire de l' $^4\text{He}$  connaissant la concentration  $x_d$ .

On a alors

$$\Delta P = \dot{n}_3 \frac{128 L}{\pi d^4} \eta_d \frac{V_4}{x_d}$$

En égalant cette pression à la différence de pression osmotique, on obtient:

$$\dot{n}_3 = \frac{B \pi d^4 x_d T}{64 L V_4 \eta_d} \Delta T$$

La chaleur transférée le long du tube est donnée par la chaleur de dilution associée au débit, soit  $Q = 84 \dot{n}_3 T^2$

La conduction thermique effective du tube est donnée par

$$K_{\text{effective}} = \frac{L}{\pi d^2} \frac{Q}{\Delta T} = \frac{84 B d^2 x_d T^3}{64 V_4 \eta_d}$$

La viscosité  $\eta_d$  varie comme l'inverse du carré de la température. On a donc une variation en  $T^5$  de cette conduction effective.

En prenant  $\eta_d = 0,3 \cdot 10^{-5} T^{-2}$

$$V_4 = 27,5 \cdot 10^{-6}$$

$$x_d = 0,0649$$

On trouve :

$$K_{\text{effective}} = 0,88 \cdot 10^{14} d^2 T^5 \quad (\text{W K}^{-1} \text{ m}^{-1})$$

A  $T=0,1$  K et pour un diamètre de 0.2mm, on a ;

$$K_{\text{effective}} = 142 \quad (\text{W K}^{-1} \text{ m}^{-1})$$

Par comparaison, les conductions thermique du mélange dilué et de l' $^3\text{He}$  concentrée sont:

$$K_d = 0,05 \quad (\text{W K}^{-1} \text{ m}^{-1}) \quad \text{et} \quad K_c = 8 \cdot 10^{-3} \quad (\text{W K}^{-1} \text{ m}^{-1})$$

La conduction thermique effective du mélange dilué est donc bien supérieure à la conduction thermique normale dans les conditions qui nous intéressent (température de l'ordre de 100 mK). Du fait de la forte variation en température, cette conduction effective devient négligeable en dessous de 20 mK.

Du fait de la forte valeur de la conductivité thermiques effective du dilué, si une quantité de chaleur  $Q$ , traverse le mélange, le gradient thermique va s'établir principalement dans la phase concentrée comme indiqué sur la figure ci-dessous:

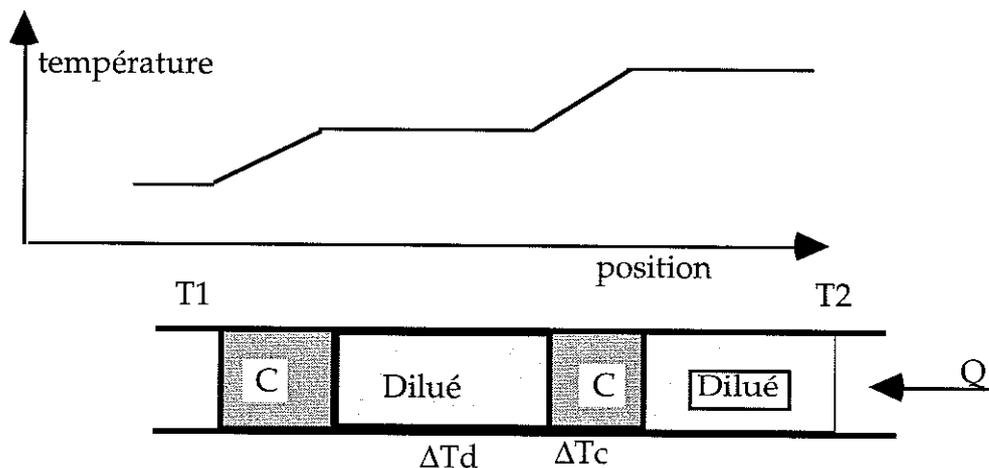


Figure 1a.16 Gradient de température le long du tube de mélange diphasique.

Ce gradient de température implique un transport de masse à l'intérieur du mélange dilué.

Dans notre cryostat à dilution, cette succession des gouttes présente le long du tube de sortie n'est pas stationnaire. Elle se déplace vers la sortie et donc vers les haute températures. En même temps, l'ensemble de ces gouttes se réchauffe continûment dans l'échangeur. La variation de la température avec temps mesurée sur un point fixe du tube a donc l'allure présentée sur la figure suivante.

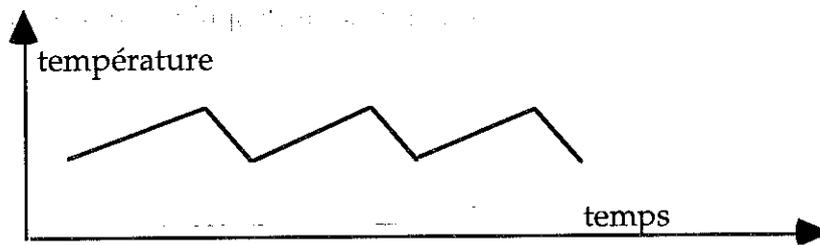


Figure 1a.17 La variation de la température dans un point du tube de mélange

La montée en température correspond au passage du dilué tandis que la descente rapide correspond au passage du concentré.

A une température de 100 mK et pour une concentration en  $^3\text{He}$  de 20%, le rapport entre la variation de température entre les deux extrémités d'une goutte de mélange dilué est de l'ordre de  $3 \cdot 10^{-4}$ .

### Conclusion

L'existence d'un mélange di-phasique sur le tube de sortie contribue au changement de conduction thermique dans la phase diluée.

Le gradient thermique le long de la goutte de dilué est négligeable à cause d'une grande conductivité thermique du mélange dilué entre les deux extrémités qui sont toutes les deux sur la courbe de séparation de phase. En plus de la conductivité thermique de la phase diluée s'ajoute la conductivité thermique des atomes d' $^3\text{He}$  qui se déplace à l'intérieur de la phase diluée, ce qui augmente la conductivité thermique du mélange dilué.

A cause de sa faible conductivité thermique par rapport au mélange dilué, c'est sur la goutte de mélange concentré que le gradient thermique va s'établir normalement.

#### d) Comparaison avec une dilution classique.

##### 1) Méthode de dilution

Si on compare la dilution en cycle ouvert avec un cryostat à dilution classique<sup>16</sup>, le seul point commun est la dilution de l' $^3\text{He}$  dans l' $^4\text{He}$  dans une chambre appelée "boîte à mélange" qui est représentée sur la figure 1a.18. L'évaporateur qui assure le cycle fermé de la dilution classique voit son fonctionnement imposé par la force de gravitation. Pour s'affranchir de toutes les influences de la gravitation, on supprime l'évaporateur et on réalise une dilution en cycle ouvert.

La concentration de l' $^3\text{He}$  dilué dans l' $^4\text{He}$  se trouve toujours à une valeur  $x_s$ , qui est la valeur sur la courbe de séparation de phase (Annexe 1). Cette concentration  $x$  varie avec la température à laquelle la dilution se fait.

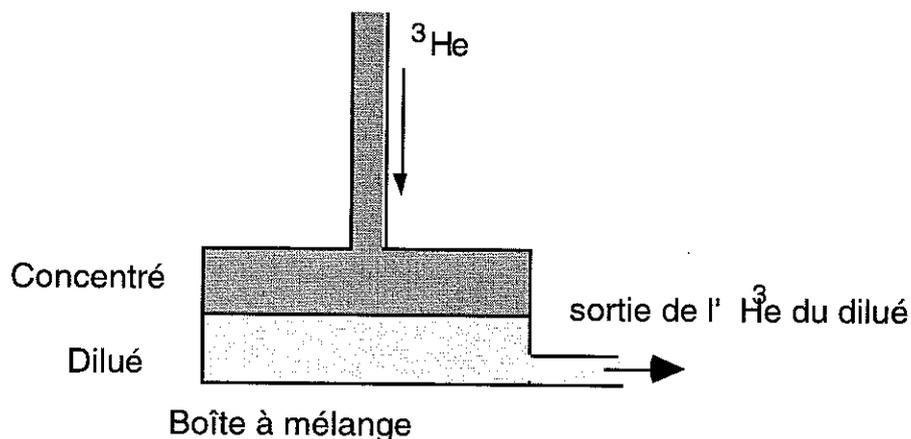


Figure 1a.18 Boîte à mélange pour une dilution classique.

Le processus de mélange se fait de la même façon pour une dilution en cycle fermé ou en cycle ouvert.

La condition nécessaire pour avoir de la puissance frigorifique en continu est de pouvoir injecter de l' $^3\text{He}$  dans la phase diluée. De même, il faudra extraire par une méthode quelconque, l' $^3\text{He}$  dissout dans le mélange dilué pour assurer la continuité de la dilution.

- **Appauvrir le mélange.**

Dans les dilutions classiques, l'évaporateur permet, grâce à la pression de vapeur élevée de l'<sup>3</sup>He, de séparer les isotopes par gravitation et de faire circuler l'<sup>3</sup>He. Dans les tubes de mélange dilué, la pression osmotique va faire diffuser l'<sup>3</sup>He vers l'évaporateur, appauvrissant ainsi le mélange dilué dans la boîte à mélange.

Dans la dilution en circuit ouvert, la méthode utilisée pour appauvrir le mélange dilué au point froid est la suivante. Un apport d'<sup>4</sup>He pur qui remplace le mélange dilué extrait fait diminuer la concentration  $x_s$ . Ce mélange se trouve en contact avec la phase concentrée d'<sup>3</sup>He injecté séparément qui va se dissoudre pour rétablir la concentration à saturation. Cette méthode permet de réaliser une dilution en continu au point froid.

## 2) Puissance de la dilution avec excès d' <sup>3</sup>He.

Le bilan d'enthalpie pour le cas où le mélange se fait en excès (il y a une séparation spontanée des deux phases concentrée et diluée) donne la chaleur absorbée  $Q_r$ , lors de la dilution de  $n_3$  moles d'<sup>3</sup>He dans  $n_4$  moles d'<sup>4</sup>He:

$$n_3 \cdot H_3 + n_4 \cdot H_4 = (1+x)n_4 \cdot H_d + (1-x)n_3 H_c + Q_r$$

où  $H_3, H_4, H_d, H_c$  sont les enthalpies d'<sup>3</sup>He, d'<sup>4</sup>He, du dilué et du concentré.

La puissance de dilution au point froid du système dépend principalement du débit d'<sup>4</sup>He injecté, sachant que l'<sup>3</sup>He est envoyé en excès et que seule la quantité qui correspond à 6,6 % du mélange sera diluée. La puissance de refroidissement à ce point est  $Q_r = 84 \cdot n_3 \cdot T^2$  où  $n_3$  est le nombre de moles d'<sup>3</sup>He qui se diluent et  $T$  la température à laquelle la dilution est faite .

Pour des débits de 2  $\mu\text{mol/s}$  d'<sup>3</sup>He et 8  $\mu\text{mol/s}$  d'<sup>4</sup>He, seule se dilue 0,66%  $\mu\text{mol/sec}$  d'<sup>3</sup>He, et la puissance disponible sera  $Q_r = 650 \text{ nW}$  à une température de 0,1 K.

En réalité, la constante 84, qui est fonction de l'enthalpie de mélange et de l'enthalpie d'<sup>3</sup>He est valable à une pression nul. Si la pression augment, il y a un changement dans les valeurs d'enthalpies et ça se traduit par une diminution de la valeur de la constante qui intervient dans l'expression de la puissance.

La pression à l'injection à laquelle on travaille pour une dilution en cycle ouvert est comprise entre 5 bars et 10 bars.

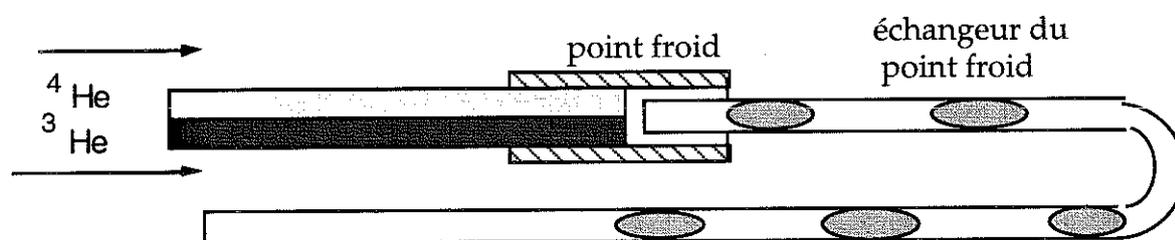
La quantité d' $^3\text{He}$  qui n'est pas diluée au point froid, va former des gouttes de mélange concentré qui sont séparé de celle du mélange dilué par la surface de séparation de phase. La concentration sur la courbe de séparation de phase augment avec l'augmentation de la température et donc implicate la concentration dans la phase dilué. On aura alors une dilution progressive des gouttes de concentré, en fonction de la température à laquelle on se trouve, ce qui fournit une puissance frigorifique supplémentaire. Cette dilution supplémentaire le long de l'échangeur, l'on peut utiliser pour refroidir des supports, fils de mesure.

## I-B Etude des échangeurs thermiques

Je présente plus en détail tous les échangeurs thermiques qui entrent dans la construction d'une dilution en cycle ouvert.

### I-B-1 Refroidissement de l'échantillon.

Dans la pratique, le mélange pour la dilution en cycle ouvert est réalisé au point où les deux capillaires d'injection se rencontrent. Ce point représente le point froid du système (figure 1b.1).



**Figure 1b.1** Le point de mélange des deux injections.

A cause du volume très petit de cette jonction en raison de la gravitation (voir chapitre I-B-4), on dispose d'une surface d'échange, thermique très faible. Pour refroidir la plaque froide du cryostat, on utilise un échangeur appelé échangeur du point froid.

Pour avoir une surface d'échange suffisante grande, on réalise l'échangeur à partir d'un capillaire qui est thermalisé sur toute sa longueur à la partie froide du cryostat. En effet, l'utilisation d'un échangeur fritté est délicate car il ne faut pas perturber l'écoulement des bulles successives de mélange.

Typiquement, ce capillaire est réalisé en CuNi de 500 mm de longueur, 0,2 mm de diamètre intérieur et 0,5 mm de diamètre extérieur (même diamètre que les capillaires d'injection).

Le capillaire est enroulé sur un tube en cuivre et soudé à l'étain pour une bonne thermalisation. Ce tube est en contact mécanique ou même soudé sur la plaque froide du cryostat.

### I-B-2 Echangeur à contre-courant de la dilution

Pour refroidir les injections d' $^3\text{He}$  et d' $^4\text{He}$ , on utilise un échangeur à contre-courant. Cet échangeur aura des caractéristiques différentes suivant le type d'extraction utilisé:

- La partie froide de l'échangeur continu: extraction par mélange diphasique.
- La partie chaude de l'échangeur continu: extraction irréversible de  $^3\text{He}$ .

#### a) La partie froide de l'échangeur continu

La partie froide de l'échangeur continu est utilisée à basse température pour une extraction réversible de  $^3\text{He}$  en présence d'un mélange diphasique. Il doit remplir certaines conditions :

##### 1) Tube de dilué

Pour que la gravitation n'agisse pas sur les gouttes du dilué et du concentré, il faut que les gouttes soit assez petites. Dans ce cas, cette force sera négligeable devant les forces de tension superficielles. Pour cette raison, le diamètre des tubes ne devra pas dépasser 0,4 mm.

Du fait du chauffage par viscosité, le diamètre des tubes ne doit pas être inférieur à une certaine valeur qui est fonction aussi des débits de circulation utilisé pour la dilution. On utilisera des capillaires de diamètre typiquement 0.2 ou 0.3 mm et pour des très faible débit on est descendu même à un diamètre de 0,1 mm.

##### 2) Tube d'injection $^3\text{He}$

A basse température, la phase concentré du mélange ne contient pratiquement que de  $^3\text{He}$ ; il y a une seule phase le long du tube. La force de gravitation ne joue aucune rôle le long de ce tube; elle n'intervient pas dans le choix du diamètre.

Par contre, la viscosité à basse température devient important et finalement le choix du diamètre est fait de façon à avoir des chauffages par viscosité négligeables.

Le diamètre utilisé en pratique est d'environ 0,2 mm. Le chauffage à  $T=0,1$  K produit dans un tel tube pour un débit de  $2 \mu\text{mol}/\text{sec}$  sera de:

$$Q = \frac{128 L \eta V_3^2 n_3^2}{\pi d^4} \quad \eta_3 = 2 \cdot 10^{-7} T^{-2} \text{ (Poiseuille)}$$

$$Q = \frac{128 L \cdot 2,2 \cdot 10^{-7} V_3^2 n_3^2}{\pi d^4 T^2} \quad \text{où } L = \text{longueur du tube, } d = \text{diamètre,}$$

$Q = 3 \text{ nW}$  pour une longueur de 1 mètre .

### 3) Tube d'injection $^4\text{He}$

A cause de la solubilité de l' $^3\text{He}$  dans l' $^4\text{He}$ , le diamètre de tube d'injection d' $^4\text{He}$  doit être choisi de façon à avoir toujours un processus réversible à l'endroit où les deux injections se rejoignent. Pour cela, le diamètre doit être suffisamment grand pour permettre la diffusion à contre-courant de l' $^3\text{He}$  dans le tube d'injection de l' $^4\text{He}$ .

Le fluide au long du tube d'injection de l' $^4\text{He}$  est monophasique, donc la force de gravitation n'intervient pas.

La viscosité produit dans un tube de diamètre de 0,2 mm et longueur 1 mètre à  $T = 0,1 \text{ K}$  et un débit de dilué de  $10 \mu\text{mol/sec}$  sera:

$$Q = 6 \text{ nW} .$$

$$\eta_d = 5 \cdot 10^{-8} T^{-2} \text{ (Poiseuille)}$$

### 4) Réalisation pratique

En pratique, on préfère utiliser le même diamètre pour les injections et pour le tube de sortie. Habituellement, les échangeurs en continu sont réalisés de façon concentrique, avec le tube d'injection à l'intérieur du tube de sortie, ce qui permet un bon échange thermique entre les deux fluides.

Dans le cas d'une dilution en cycle ouvert, les types d'échangeurs en continu réalisés sont:

- **échangeur concentrique:** les deux tubes d'injection passent à l'intérieur du tube de sortie.

Ce système assure un bon couplage thermique entre les fluides. Pour diminuer l'apport de chaleur dans la partie froide, les tubes d'injection doivent être thermalisés sur chaque étage thermique. La sortie des tubes à chaque niveau va alourdir le montage.

Cette configuration ne doit pas affecter le processus de dilution, donc elle peut être utilisée seulement à des températures supérieures à 2 K.

- **échangeur constitué des trois tubes soudés ensemble.**

Le couplage thermique peut être moins bon que dans le cas précédent. Il se fait à travers la soudure étain et les parois des tubes. Le montage optimal dans ce cas est d'avoir le tube de sortie soudé au milieu entre les deux tubes d'injection.

Ce type d'échangeur peut être utilisé à toutes les températures, le mélange diphasique n'étant pas affecté par la configuration de l'échangeur.

Dimensions typiques:

Les diamètres sont donc limités et pour obtenir un bon échange thermique, il faudra une longueur suffisante. On doit avoir un optimum entre la surface d'échange nécessaire et la longueur qui est limitée par la viscosité.

La partie froide de l'échangeur continu a une longueur typique de 2,5 m. Il est formé de trois tubes en CuNi, de diamètre intérieur 0,2 mm et diamètre extérieur 0,5 mm. Ces tubes sont soudés ensemble pour un bon contact thermique entre les fluides .

**b) La partie chaude de l'échangeur continu**

Cette partie de l'échangeur est utilisée à plus haute température pour une extraction irréversible de l'<sup>3</sup>He.

1) Tube de dilué

Dans le tube de sortie, le rôle est complètement différent. Si on a un mélange monophasique d'une certaine concentration  $x$ , un gradient de température produit un gradient de pression osmotique qui agit sur l'<sup>3</sup>He et le pousse vers les basses températures. Une possibilité d'extraction de l'<sup>3</sup>He est la friction mutuelle entre les molécules de l'<sup>3</sup>He et l'<sup>4</sup>He, ce qui implique pour le mélange une vitesse de déplacement supérieure à la vitesse critique. Le calcul du diamètre pour avoir une vitesse supérieure à la vitesse critique est:

$$\frac{(n_4 V_{41} - n_3 V_{31})}{S} > v_{\text{critique}}$$

$$\text{d'où le diamètre du tube est: } d < \sqrt{\frac{4 * (n_4 V_{41} - n_3 V_{31})}{\pi v_{\text{critique}}}}$$

En général, la vitesse critique à basse température diminue avec l'augmentation de la température.

Donc, cette partie chaude de l'échangeur continu a comme but l'extraction de l'<sup>3</sup>He vers l'extérieur de manière irréversible. Pour cela, la valeur du diamètre du tube doit être inférieure à 60  $\mu\text{m}$ .

## 2) Tube d'injection de l'<sup>3</sup>He

Le diamètre du tube d'injection de l'<sup>3</sup>He est choisi aussi pour avoir une vitesse d'écoulement qui dépasse la vitesse critique. L'avantage d'avoir un petit diamètre :

- limitation du film superfluide de l'hélium qui peut remonter de la partie froide,
- diminution de l'apport de chaleur par conduction thermique à travers la colonne d'<sup>3</sup>He.

Le faible diamètre peut augmenter les pertes par viscosité.

La chaleur due à la viscosité à T=0,5 K, dans un tube de diamètre  $\varnothing=50 \mu\text{m}$ , sur une longueur de 0,1 m et pour le débit de  $2 \mu\text{mol}/\text{sec}$  ( $\eta = 2,2 \cdot 10^{-7}$  Poiseuille):

$$Q = 15 \text{ nW}$$

## 3) Tube d'injection de l'<sup>4</sup>He

Les diamètres de ces tubes sont choisis de façon à avoir une vitesse de déplacement des fluides à l'intérieur supérieure à la vitesse critique.

Le rôle de cette restriction pour le tube d'injection d'<sup>4</sup>He est d'empêcher la diffusion en contre-courant de l'<sup>3</sup>He dans de l'<sup>4</sup>He par pression osmotique et aussi de l'<sup>4</sup>He dans de l'<sup>3</sup>He. On remarque qu'à haute température cette pression osmotique est malgré tout négligeable.

Une autre avantage donné par l'utilisation des tubes de petits diamètres est de limiter la conduction thermique dans le fluide. La viscosité à ce niveau est négligeable. (Voir propriétés thermiques de l'<sup>3</sup>He et de l'<sup>4</sup>He pur, annexe 1).

## 4) Réalisation pratique

Il se compose de 3 tubes de même diamètres . Ces trois tubes sont thermalisés ensemble par soudure à l'étain, l'un à côté de l'autre avec le tube qui contient le mélange au milieu. Les dimensions sont: diamètre intérieur  $40 \mu\text{m}$ , diamètre extérieur  $0,23 \text{ mm}$  et une longueur de  $0,5 \text{ m}$ .

### I-B-3 Calcul des performances d'un échangeur

Dans cette section on présente en détail les caractéristiques des tubes choisis pour la réalisation des échangeurs, ainsi qu'un court calcul de longueur optimale, et

de diamètre intérieur des tubes. Dans le calcul on prend en compte un seul phénomène à la fois (viscosité, résistance de Kapitza), que l'on considère prédominante. La réalisation pratique des échangeurs est présentée en **Annexe 3**.

### a) Dimensionnement d'un échangeur simple.

Dans cette section, nous calculons les puissances mises en jeu par la viscosité, la résistance de Kapitza et l'enthalpie du mélange dilué. Cela nous permet d'obtenir l'ordre de grandeur des dimensions d'un échangeur.

#### 1) Puissance dissipée par viscosité

La limite minimum des diamètres des tubes utilisés est imposée par la viscosité à l'intérieur du tube qui est fonction du débit et de la température minimale au bout de l'échangeur.

Un ordre de grandeur du chauffage produit par la viscosité à l'intérieur de chaque tube de la partie froide de l'échangeur continu est fait dans les conditions suivantes:

$T=0,1$  K;  $L=1$  m; diamètre  $d=0,2$  mm:

- pour  $2 \mu\text{mol/s}$  d' $^3\text{He}$   $Q= 3$  nW (calculé plus haut)
- pour  $10 \mu\text{mol/s}$  d' $^4\text{He}$   $Q= 6$  nW (calculé plus haut)
- pour un mélange qui contient 7% d' $^3\text{He}$  dilué, le chauffage par viscosité est du même ordre de grandeur que sur le tube d' $^4\text{He}$ ,  $Q=6$  nW.

Le chauffage total sera  $Q= 15$  nW. Il commence à devenir non négligeable pour des températures inférieures à 0,1 K.

#### 2) Echange de chaleur par résistance de Kapitza

Un autre paramètre, qui influence l'échange thermique dans les tubes et qui dépend du gradient thermique qui s'établit, est le coefficient d'échange thermique entre la paroi et les deux fluides qui sont en contact avec cette paroi (dans ce cas c'est l' $^3\text{He}$  qui est injecté chaud et le dilué froid qui va vers la sortie); à basse température, on peut négliger l'enthalpie de l' $^4\text{He}$ .

Si la résistance de Kapitza est négligeable, l'échange thermique est bon; si elle devient plus importante on doit augmenter la surface d'échange pour la minimiser. Des valeurs sont données dans le paragraphe suivant.

A cause de la résistance de Kapitza à basse température, les fluides ont besoin d'une surface d'échange de plus en plus importante pour assurer un bon échange thermique.

La résistance de Kapitza entre l' $^4\text{He}$  respectivement l' $^3\text{He}$  et une surface en Cu-Ni est donnée par la formule:

- pour l' $^4\text{He}$  :  $R_k * T^2 = 45 \text{ (K*cm}^2\text{/W)}$
- pour l' $^3\text{He}$  :  $R_k * T^2 = 130 \text{ (K*cm}^2\text{/W)}$

La variation de la résistance de Kapitza est fonction : de la surface qui est en contact  $S$ , des pertes qu'il y a dans le système  $Q$  et de la variation de température  $\Delta T$ . La relation est la suivante:

$$R_k = S \Delta T / Q.$$

Application:

- Pour un débit d' $^3\text{He} = 2 \mu\text{mol/sec}$  et des pertes du système de 100 nW, on calcule la longueur nécessaire d'un tube à  $T=0,1 \text{ K}$ , pour avoir un  $\Delta T=0,02 \text{ K}$ . Le diamètre du tube est  $d=0,02 \text{ cm}$ .

$$\Delta T = \frac{130 Q}{T^2 \pi d L}; \quad L(\text{cm}) = \frac{130 Q}{\Delta T T^2 \pi d} = 1 \text{ cm}$$

- Pour un débit de  $10 \mu\text{mol}$  d' $^4\text{He}$  en même conditions :

$$L(\text{cm}) = 0,35 \text{ cm}$$

### 3) Puissance disponible le long de l'échangeur

L'échangeur est réalisé par soudure à l'étain du tube de sortie entre les deux tubes d'injection, pour un bon couplage thermique entre eux, ce qui implique une circulation à contre-courant. De ce fait, l'échangeur dispose d'une puissance frigorifique qui est utilisée pour refroidir les injections.

Calculons la puissance disponible le long de la partie froide de l'échangeur qui contient un mélange diphasique, celui-ci étant supposé parfait.

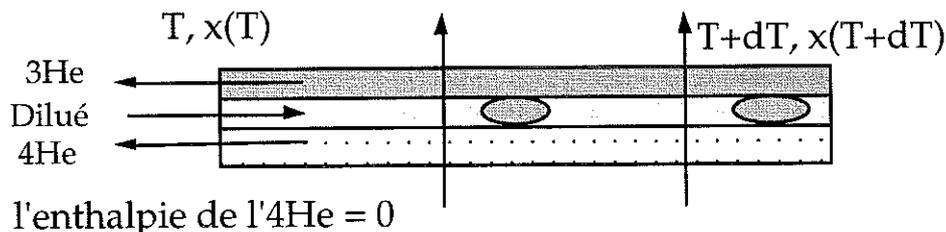


Figure 1b.2 Puissance disponible le long d'un échangeur.

Entre deux points, à des températures  $T$  et  $T+dT$ , la puissance disponible est donnée par la formule suivante (en négligeant l'enthalpie de  ${}^4\text{He}$ ):

$$dQ_r = X_s(T+dT) \dot{n}_4 H_d(T+dT) - X_s(T) \dot{n}_4 H_d(T) + [\dot{n}_3 - X(T+dT)\dot{n}_4] H_3(T+dT) - (\dot{n}_3 - X(T)\dot{n}_4) H_3(T) - \dot{n}_3 H_3(T+dT) + \dot{n}_3 H_3(T)$$

En négligeant les termes de deuxième ordre en  $dT$ , on obtient l'expression:

$$dQ_r = (dx/dT) \dot{n}_4 T^2 dT (H_d + H_3) + x \dot{n}_4 T dT (C_d T + C_3 T + 2H_d + 2H_3) - \dot{n}_3 (C_3 T + 2H_3) T dT$$

pour  $T$ ,  $dT$ ,  $\dot{n}_3$ ,  $\dot{n}_4$  imposé.

La fonction  $x(T)$  représente la concentration d' ${}^3\text{He}$  dans le dilué sur la courbe de séparation de phase. En négligeant les termes du deuxième ordre en  $dT$ , on obtient l'expression suivante:

$$\frac{dQ_r}{dT} = \dot{n}_4 \left[ \frac{dx}{dT} (H_d - H_3) + x (C_d - C_3) \right]$$

Le premier terme correspond à la dilution progressive des bulles d' ${}^3\text{He}$ . Le second correspond à la différence de chaleur spécifique entre le dilué et le concentré correspondant au réchauffement du mélange comme dans une dilution classique (seule la fraction du dilué intervient). La fraction d' ${}^3\text{He}$  non dilué n'intervient pas dans ce bilan.

Pour des débits de  $2 \mu\text{mol/s}$  d' ${}^3\text{He}$  et  $8 \mu\text{mol/s}$  d' ${}^4\text{He}$ , on obtient une puissance de l'ordre de  $1 \mu\text{W}$  entre 100 et 200 mK et de  $7 \mu\text{W}$  pour des températures de 300 à 500 mK.

### b) Simulation de la température le long de l'échangeur

Une simulation qui tient compte de ces trois phénomènes a été faite par T. Maciaszek (CNES Toulouse). Il est parti de la configuration suivante:

- La température de départ est imposée à  $T=1,7$  K. La partie chaude de l'échangeur continu est constituée de 3 tubes CuNi soudés ensemble, de diamètre  $40 \mu\text{m}$  et de longueur 1 m.

- La partie froide de l'échangeur continu est constitué aussi de 3 tubes CuNi soudé ensemble, de diamètre  $200 \mu\text{m}$  et de longueur 2 mètre.

Le débit simulé est  $1,5 \mu\text{mol/s}$  d' ${}^3\text{He}$  et  $10 \mu\text{mol/s}$  d' ${}^4\text{He}$ , et la température a été calculée dans les trois fluides, toutes les 5 mm, en tenant compte de la puissance de

l'échangeur, la viscosité et la résistance de Kapitza. La variation de la température est représentée dans le graphique 1b.3.

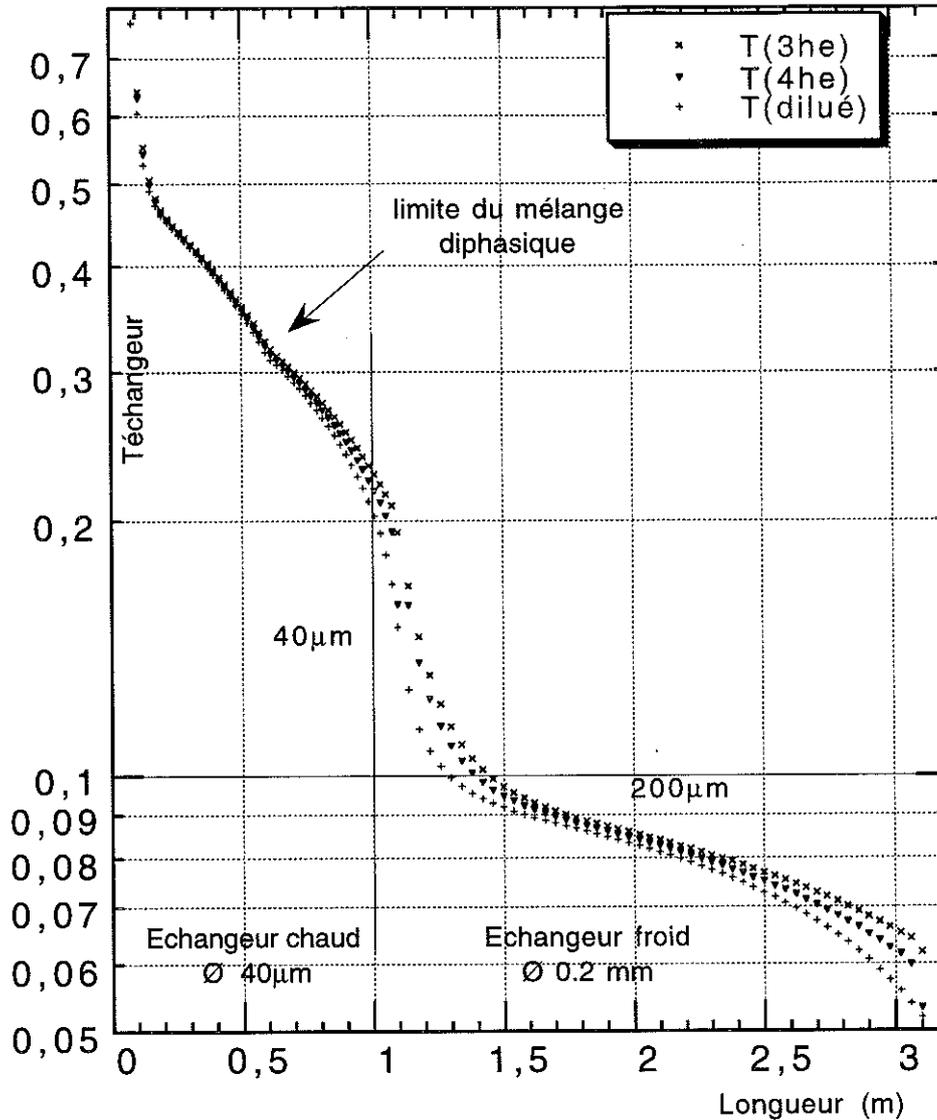


Figure 1b.3 La température simulée le long d'un échangeur.

L'étude du graphique montre une variation de température très brutale sur les 0,15 m au début de la partie chaude de l'échangeur continu. La température diminue d'un facteur 3,4: elle descend de  $T=1,7$  K à  $T=0,5$  K.

Sur le reste de la longueur de l'échangeur continu, la pente de refroidissement est moins brutale, mais reste non négligeable. La température diminue d'un facteur 2,5; de  $T=0,5$  K à  $T=0,2$  K.

A  $T=0,35$  K on remarque une cassure dans la pente, cette température correspond au moment où l'on passe d'un mélange diphasique à un mélange monophasique.

Sur l'échangeur froid, on remarque une situation semblable: un gradient important de température s'établit au début de l'échangeur: sur le premier 0,25 m la température diminue d'un facteur 2: la température passe de  $T=0,2$  K à  $T=0,1$  K.

Sur le reste de la longueur, la température diminue lentement, jusqu'à 0,05 K après 2 m d'échangeur.

Sur le graphique, on a représenté la température des fluides à l'intérieur de chaque tube. On observe un bon couplage thermique le long de l'échangeur, sauf aux endroits de changement des échangeurs.

### c) Echangeur avec thermalisation des fils électriques

Pour plusieurs applications, nous avons été amenés à utiliser des fils électriques de mesure en grand nombre. Une thermalisation successive de ces fils le long des échangeurs en continu est souhaitable pour minimiser les pertes sur la partie froide.

Un choix possible est de bobiner l'échangeur autour de ces fils. Le risque qui peut intervenir est de court-circuiter l'échangeur du point de vue thermique. Dans la partie qui suit, on va aborder ces problèmes.

En général, la résistance électrique des fils varie peu avec la température et leur conduction thermique est donnée par la loi de Wiedeman-Frantz.

Nous faisons d'abord un calcul de la chaleur qui serait apportée par ces fils si ils n'étaient pas thermalisés entre l'étage à 1,6 K et la plaque du point froid.

$$K = \sigma * L * T \text{ avec } \sigma = 1/\rho \text{ et } \rho = R * S / l$$

où  $\sigma$  : conductivité électrique

$\rho$  : résistivité électrique

$L$  : constante de Lorentz  $2,5 * 10^{-8} \text{ Wm/K}^2\Omega$

$l$  : longueur du fil électrique

$S$  : surface de passage

Connaissant  $K$ , la loi de Fourier donne les pertes des fils :

$$Q = K * S * (dT/dy) \text{ où}$$

$K$  est la conductivité thermique

$S$  est la surface

$dT/dy$  est le gradient de température au point  $y$  considéré.

Remplaçant l'expression de  $K$ , on obtient

$$dQ = L \cdot T/R \cdot dT$$

Par intégration entre les deux températures  $T_1=1,5$  K et  $T_2=10$  mK on a :

$$Q = L/R \cdot (T_1^2 - T_2^2) / 2$$

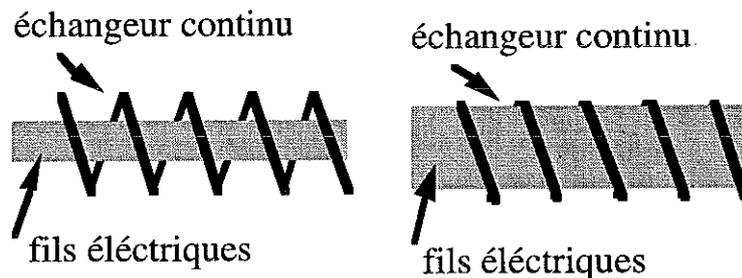
$$Q = 317 \text{ nW}$$

Pour des débits typiques de  $n_3 = 2 \mu\text{mol/s}$  et  $n_4 = 8 \mu\text{mol/s}$ , la puissance maximale disponible sur la dilution est donnée par  $Q = 84 \dot{n}_3 T^2$ , où  $\dot{n}_3$  est la fraction d' $^3\text{He}$  dilué.

On a alors pour  $Q = 317 \text{ nW}$   $T = 82 \text{ mK}$

Cette température théorique minimale nous montre qu'il sera, dans ces conditions, très difficile de descendre en dessous de 100 mK, compte tenu des autres pertes intrinsèque au système (viscosité, résistance de Kapitza).

Cela impose une thermalisation le long de l'échangeur continu entre 1,6 K et le point froid, comme dans la figure 1b.4



**Figure 1b.4** Mode de refroidissement des fils électriques et rigidification du circuit de dilution.

Nous allons calculer maintenant les performances d'un échangeur où les fils sont parfaitement bien thermalisés.

Le refroidissement de ces fils blindés se fait par la puissance de refroidissement disponible sur l'échangeur. On suppose que le débit d' $^3\text{He}$  représente 20 % du débit total injecté. La puissance disponible est obtenue en écrivant l'équation du bilan thermique:

$$n_3 H_{3\text{he}} + n_4 H_{4\text{he}} = -Q + xH_d + (n_3-x) H_{3\text{he}}$$

où  $n_3$  et  $n_4$  est la concentration de l' $^3\text{He}$  respectivement l' $^4\text{He}$  injecté

$x$  est la quantité d' $^3\text{He}$  qui dilué dans l' $^4\text{He}$  à une température donnée

$H$  est l'enthalpie des fluides

A très basse température, l' $^4\text{He}$  perd toutes ses propriétés thermodynamiques et se comporte comme un vide vis-à-vis de l' $^3\text{He}$ . C'est pour cela que son enthalpie est négligeable et que la chaleur qui peut être absorbée par dilution est:

$$Q = x (H_d - H_{3\text{he}}) = x \cdot H_{\text{mélange}} \text{ (J/mol)} \quad (1)$$

En fonction de la valeur de  $Q$ , on va calculer la valeur de résistance des fils blindés.

L'écoulement de chaleur tout au long de la direction  $x$  des fils électriques peut s'écrire:

$$Q = K S (dT/dy)$$

La conductivité thermique peut être exprimée en fonction de la conductivité électrique :

$$K = \sigma L T \text{ avec } \sigma = 1 / \rho \text{ et } \rho = R S / l$$

$$\text{On obtient: } Q = \sigma L T S (dT/dy) \quad (2)$$

Par identification entre les équations 1 et 2, on obtient :

$$\frac{x H_{\text{mélange}}}{T} dx = \sigma L S dT$$

$$\frac{dR}{T} = \frac{L S l T}{l x H_{\text{mélange}} S} dT$$

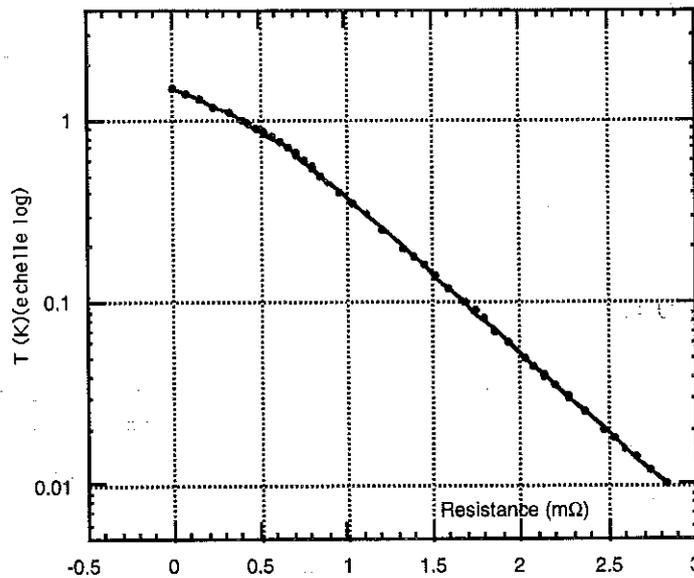
Dans cette équation, on a tenu compte de la concentration d' $^3\text{He}$  dans le dilué qui varie en fonction de la température jusqu'à 400 mK, où tout l' $^3\text{He}$  est dilué ( $x = 20\%$ ). L'enthalpie du mélange varie aussi en fonction de la température et de la concentration du dilué.

La résistance des fils électriques à basse température peut être considérée comme constante (la résistance thermique varie alors comme  $T$ ).

La conductivité thermique de tous les fils électriques peut être calculée en fonction de leur résistance électrique en utilisant la loi de Wiedeman-Frantz:

On utilise des fils électriques blindés de 12 conducteurs. La résistance totale (fils+blindage)  $R_t = 1,85 \Omega / \text{m}$ . Elle varie peu avec la température.

La résistance totale des fils et de leur blindage est  $R = 0,177 \text{ Ohm}$  à la température ambiante.



**Figure 1b.5** Température minimale en fonction de la résistance des fils.

Connaissant les valeurs de l'enthalpie du mélange pour chaque température, on peut calculer la résistance minimale des fils électriques que l'on thermalise tout au long de l'échangeur par l'intégration de cette équation. Le détail des calculs est donné dans l'Annexe .

En prenant comme point de référence la valeur de résistance à 1,6 K, nous pouvons déterminer la température minimale à laquelle on peut descendre pour une variation de résistance donnée. Pour obtenir une température de 10 mK, la résistance minimale calculée est de 2,8 milli-Ohms. La valeur mesurée à la température de l'azote pour notre résistance est de 177 milli-Ohms et elle reste constante à plus basse température.

On peut remarquer que la descente à des températures plus basses n'est pas limitée par la valeur de cette résistance, mais proviendra des autres limitations dues au procédé de dilution.

On peut évaluer le gain réalisé par la thermalisation des fils en comparant la résistance du conducteur permise pour un refroidissement à 80 mK.

- sans thermalisation :  $R = 177 \text{ m}\Omega$

- avec thermalisation :  $R = 1.8 \text{ m}\Omega$

On observe que le gain est de l'ordre de 100.

### I-B-4 Rôle de la gravitation

La dilution en cycle ouvert a comme but le fonctionnement en apesanteur. On va faire une courte évaluation de l'influence de la gravitation sur cette dilution.

#### a) Dans la boîte à mélange

Si la boîte à mélange avait un volume non négligeable et si la gravitation n'était pas présente, il y aurait des bulles de concentré et de dilué en contact. Leur formation et leur taille sont fonction de la tension superficielle et de la pression dans la boîte. Sur le capillaire de sortie, il y aura une succession de bulles de concentré et de bulles de dilué, mais leur passage sera aléatoire et peut produire des perturbations.

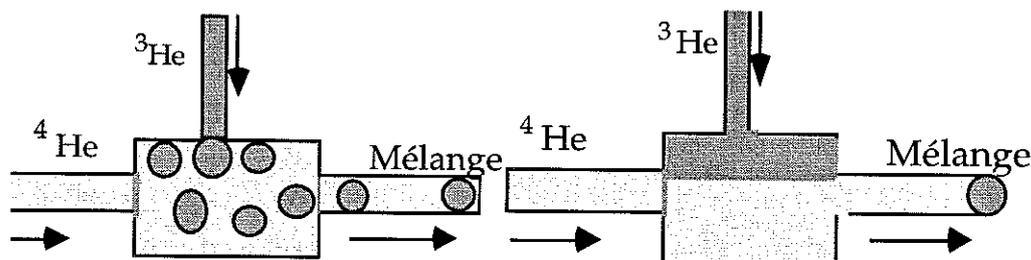


Figure 1b.6 Le mélange diphasique au point froid.

Les bulles formées sortent, poussées par la pression d'injection.

Si, dans cette boîte qui contient le mélange diphasique, la force de gravitation intervient, la séparation entre les deux phases est plus nette, et la sortie des gouttes peut devenir plus réguliè. Toute rotation de cette boîte change les conditions de sortie du mélange et peut aussi empêcher le processus de refroidissement.

Pour que les effets de gravitation sur la séparation de phase soient négligeables et que la dilution se fasse de la même façon dans l'espace et sur terre, on diminue les dimensions de la boîte à mélange. De cette façon, la surface de séparation de phase qui existe sera déterminée seulement par la tension superficielle et la circulation des fluides par les effets de viscosité. Sur le capillaire de sortie, il y aura une succession de deux phases avec une période qui est fonction du débit et du volume d'accumulation au point de jonction des deux injections. Pour réduire le temps d'accumulation, la boîte à mélange est réduite à un capillaire de diamètre

intérieur égal à 0,2 mm, qui réalise le passage entre les deux injections et le capillaire de sortie.

### b) Situation dans le tube de sortie du mélange

Une autre condition imposée par la gravitation concerne le diamètre du tube de sortie. Ce diamètre doit être suffisamment petit pour que les bulles de concentré ne puisse pas passer à travers les bulles de dilué; la force due à la tension superficielle doit être supérieure à la force avec laquelle les bulles sont poussées. En même temps, le diamètre doit être assez grand pour que les pertes par viscosité sur la partie froide soient négligeables.

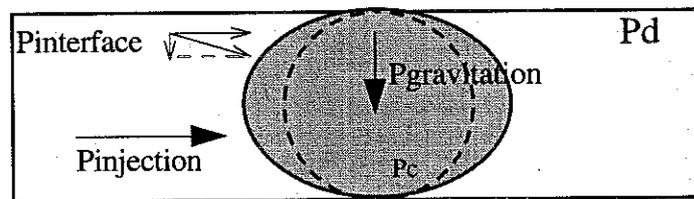
Les densités massiques :

$$\rho_{\text{hélium3}} = 82 \text{ (kg/m}^3\text{)} \text{ et } \rho_{\text{hélium4}} = 145 \text{ (kg/m}^3\text{)}$$

$$\rho_{\text{concentré}} = 99 \text{ (kg/m}^3\text{)} \text{ et } \rho_{\text{dilué}} = 155 \text{ (kg/m}^3\text{)}$$

Le coefficient de tension superficielle<sup>17</sup> est :

$$\sigma_{\text{hélium3}} = 0,16 \text{ (erg/cm)} \text{ et } \sigma_{\text{hélium4}} = 0,37 \text{ (erg/cm)}$$



**Figure 1b.7** Forces qui agissent sur une goutte de concentré située à l'intérieur d'un tube, dans le dilué.

Dans cette configuration, sur la terre, le point le plus sensible est le point qui est en haut de la goutte de concentré. On calcule les pressions qui s'exercent à ce niveau.

\* La pression due à la tension de surface pour une sphère est:  $P_s = \frac{\sigma}{r}$ ; où  $r$  est le rayon de la goutte et  $\sigma$  le coefficient de tension superficielle. Des valeurs de cette pression pour différents rayons de la goutte sont présentées dans la table suivante:

	$r=0,1 \text{ mm}$	$r=0,15 \text{ mm}$	$r=0,2 \text{ mm}$
4 hélium	3,7 N/m <sup>2</sup>	2,46 N/m <sup>2</sup>	1,85 N/m <sup>2</sup>
3 hélium	1,53 N/m <sup>2</sup>	1,02 N/m <sup>2</sup>	0,765 N/m <sup>2</sup>
interface	2,17 N/m <sup>2</sup>	1,44 N/m <sup>2</sup>	1,085 N/m <sup>2</sup>

**Table 1.B.1** Pression due à la tension de surface.

Etant donné que la tension de surface de l' $^4\text{He}$  est plus importante que celle de l' $^3\text{He}$ , le danger de casser une goutte d' $^3\text{He}$  est plus probable.

\* La pression due à la gravitation est :  $P_{\text{gravitation}} = \rho g h$

$\rho$  = densité massique;  $g$  = accélération gravitationnel; le  $h$  = hauteur de la colonne de mélange.

Les valeurs des densités massiques ont été données plus haut.

On considère que le concentré à basse température est de l' $^3\text{He}$  pur. On calcule alors la pression dans la goutte d'hélium 3, en fonction du diamètre du tube de sortie. Les valeurs obtenues sont données dans la table ci-dessous:

$P_{\text{gravitationnel}}$ pour	$h=0,2$ mm	$h =0,3$ mm	$h=0,4$ mm
4 hélium	0,284 N/m <sup>2</sup>	0,426 N/m <sup>2</sup>	0,568 N/m <sup>2</sup>
3 hélium	0,16 N/m <sup>2</sup>	0,241 N/m <sup>2</sup>	0,321 N/m <sup>2</sup>
dilué à 7%	0,304 N/m <sup>2</sup>	0,456 N/m <sup>2</sup>	0,608 N/m <sup>2</sup>

**Table 1.B.2** Pression au sommet de la goutte due à la gravitation.

\* La pression d'écoulement à basse température:

Pendant le fonctionnement de la dilution en cycle ouvert, la pression d'injection

- à l'injection, on a 5 bars de gaz à 300 K,
- à basse température, cette pression devient plus faible à cause des pertes de charge et de la liquéfaction du gaz. Cette pression est la même dans les gouttes de concentré et de dilué.

On écrit l'équation de l'équilibre des pressions en haut de la goutte de concentré:

$$\text{sur axe x: } P_{\text{injection dilué}} = P_{\text{injection concentré}} \sim 5 \cdot 10^5 \text{ N/m}^2$$

$$\text{sur axe y: } P_{\text{gravitation}} + P_{\text{interface}} = P_{\text{paroi}} \sim 2,5 \text{ N/m}^2$$

### Conclusion: dilution en circuit ouvert

La dilution en cycle ouvert est le seule procédé de refroidissement en continu par mélange des deux isotopes de l'hélium qui fonctionne en apesanteur.

Ce type de dilution comporte deux circuits d'injection indépendants, pour l' $^3\text{He}$  pur et l' $^4\text{He}$  pur. Ils se rejoignent au point froid du système, là où le mélange se produit. Pour pouvoir refroidir en continu, on doit extraire la phase concentrée qui

s'accumule au point froid. Ce mélange, concentré et dilué, est extrait par un troisième tube vers l'extérieur.

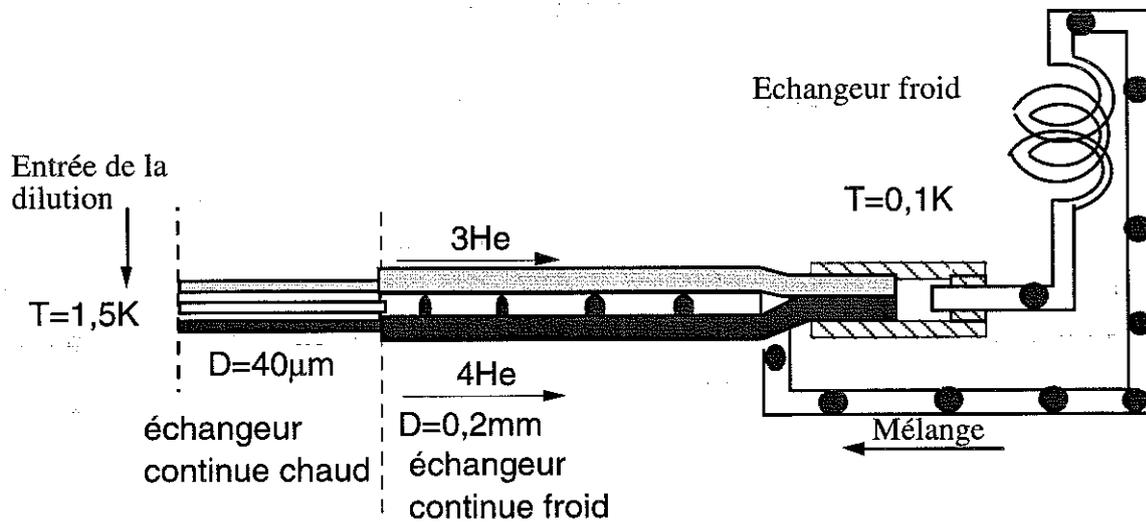


Figure 1b.8 Schéma du circuit de dilution entre le point froid et l'étage à  $T=1,5\text{ K}$

Si on compare la dilution en cycle ouvert avec une dilution classique, le principale point commun est la partie équivalente de la boîte à mélange, le point le plus froid du système.

La dilution en cycle ouvert ne présente pas d'évaporateur, d'où l'impossibilité de travailler en cycle fermé; tout le mélange obtenu dans la partie froide est pompé vers l'extérieur. Le fonctionnement prévoit des réserves de stockage à l'ambiante pour injecter l' $^3\text{He}$  et l' $^4\text{He}$  sous pression, ce qui permet de s'affranchir de l'utilisation des compresseurs.

Pour une application spatiale, le stockage des gaz sous pression est très utile en terme de volume, poids, fiabilité et vibration. Le vide de l'espace est utilisé pour le pompage du mélange. L'avantage d'un tel circuit est l'élimination de toute partie mécanique (pompe, compresseur) qui produit des vibrations, et une fiabilité.

Une autre caractéristique du système est l'utilisation de tubes d'un faible diamètre, d'où un faible poids du circuit de dilution et une grande flexibilité pour la géométrie de montage.

## I-C La détente Joule -Thompson

La température maximale d'amorçage est la température à partir de laquelle la puissance frigorifique de la dilution est supérieure aux pertes du système. Comme on l'a montré sur la figure 1a.4, la puissance de refroidissement due à la dilution a un maximum compris entre 1,5 K et 2 K.

A des températures plus hautes, l'enthalpie de l' $^4\text{He}$  devient non négligeable, et la puissance de la dilution devient très faible pour compenser toutes les pertes thermiques existant dans le système.

La réalisation d'un étage intermédiaire à 1,5 K, où toutes les pertes qui viennent des températures  $T > 1,5$  K sont arrêtées, peut se faire en utilisant une détente Joule-Thompson. Cette détente est un processus adiabatique réalisé à enthalpie constante. Elle peut être réalisée en faisant passer le fluide sous pression dans un capillaire de diamètre suffisamment faible et qui, à la sortie de celui-ci, dans un tube de diamètre plus importante se détend. La chaleur absorbée par une telle détente dépend des propriétés du fluide. Cette chaleur est nulle pour un gaz parfait mais devient importante lorsque l'on se rapproche du point de liquéfaction du gaz.

L'utilisation d'une détente Joule-Thompson, dans le cadre de la dilution en cycle ouvert, permet de réaliser un étage intermédiaire à  $T = 1,5$  K, nécessaire pour le fonctionnement de la dilution.

### I-C-1 Principe et performances de la détente Joule Thompson

#### **a) Rappel: détente Joule-Thompson sur l' $^4\text{He}$ .**

La réalisation d'une détente en l' $^4\text{He}$  permet un refroidissement jusqu'à des températures de l'ordre de 1 K. Les conditions de fonctionnement de la détente imposent les performances que l'on peut obtenir. Pour obtenir des températures inférieures à 4 K, la pression d'injection doit être supérieure à 2 bars et inférieure à 20 bars.

1) Détente sans échangeur

Le fonctionnement d'une détente Joule-Thomson peut être suivi dans le diagramme pression-enthalpie (figure 1c.1).

La figure présente un cycle de détente avec pour conditions initiales une pression d'injection de 5 bars et une température de  $T = 4$  K. Cela correspond au point  $A_0$ .

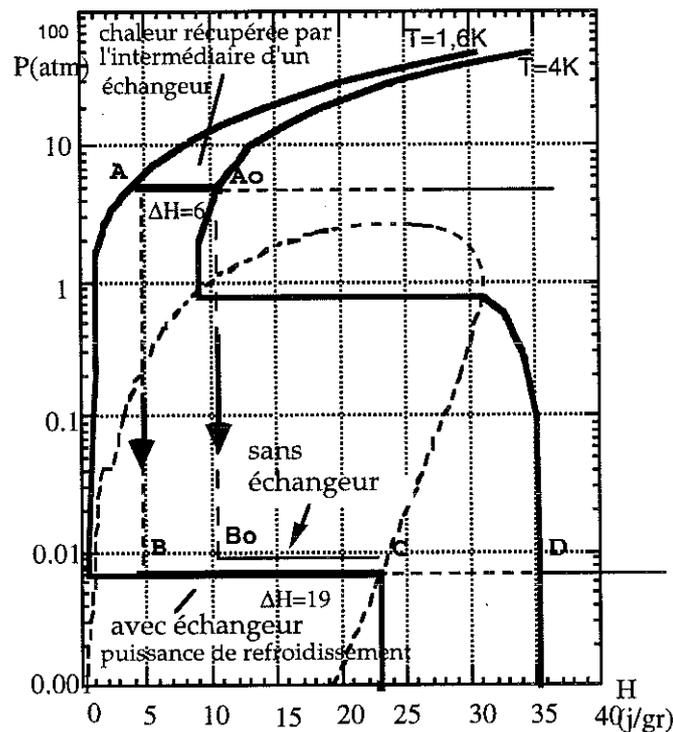


Figure 1c.1 Le diagramme enthalpique de l' $^4\text{He}$ .

La détente est faite à enthalpie constante ( $H = \text{constante}$ ) et le système passe de  $A_0$  à  $B_0$ . Cet état, caractérisé par une température finale, est défini par la pression de pompage à la sortie de la détente. Après la détente, on obtient un mélange de liquide et de gaz. On voit sur le diagramme enthalpique de l' $^4\text{He}$  (annexe 1) que la température maximale à partir de laquelle on peut refroidir à  $T = 2$  K sans échangeur thermique est de 7 K.

Pour un débit  $\dot{n}$ , la puissance frigorifique dont on dispose à ce niveau, tout en gardant une température stable, est :

$$Q = \dot{n} [H(C) - H(B_0)]$$

La détente Joule-Thompson permet le refroidissement à des températures inférieures à 2 K, ce qui est très utile dans le cas d'une dilution pour la réalisation d'un étage intermédiaire de refroidissement.

Un avantage important de cette méthode de refroidissement est une grande stabilité en température pour des variations de puissances appliquées.

## 2) Détente avec échangeur

L'utilisation d'un échangeur permet d'abaisser la température du fluide chaud avant de réaliser la détente. Sur le diagramme enthalpique, partant du point  $A_0$ , l'utilisation de l'échangeur thermique permet le refroidissement jusqu'au point A. La puissance nécessaire à ce refroidissement est récupérée sur l'enthalpie du fluide qui sort (points C à D).

La détente fait passer le système du point A au point B. Comme précédemment, la température finale ne dépend que de la pression à la sortie de la détente  $P_s$ .

Pour un débit  $\dot{n}$ , la puissance frigorifique dont on dispose à ce niveau, tout en gardant une température stable, est :

$$Q = \dot{n} [(H(C) - H(B))]$$

Cette puissance est plus importante que dans le cas d'une détente sans échangeur. Si l'échangeur thermique est parfait, la détente sur l' $^4\text{He}$  peut commencer en théorie à partir de 60 K. En pratique, elle n'est utilisable qu'à partir d'une température inférieure à 25 K à une pression inférieure à 20 bars.

Dans la figure 1c.2 sont représentées quelques puissances disponibles sur l'étage de la détente en fonction des différents débits molaires de circulation.

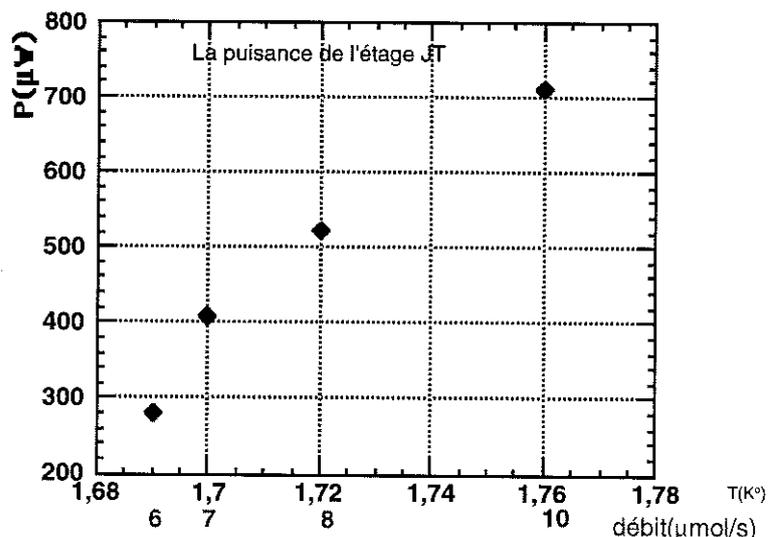


Figure 1c.2 Puissance de la détente Joule-Thomson sur l' $^4\text{He}$  en fonction du débit et de la température.

Les valeurs représentées sont des valeurs mesurées. En fonction des pressions d'injection imposées par ces débits, on retrouve les mêmes valeurs calculées théoriquement sur le diagramme enthalpique de l' $^4\text{He}$ .

### 3) Détentes utilisables avec la dilution en cycle ouvert

La dilution fonctionne avec des débits très faibles et une détente associée dispose d'une puissance frigorifique de l'ordre de centaines de microwatts. Cette puissance doit refroidir non seulement cet étage, mais elle doit supporter le rayonnement de l'étage à l'intérieur duquel elle se trouve. Pour cette raison, la température maximale à partir de laquelle on peut faire une détente pour la dilution est inférieure à 9 K, en utilisant un échangeur thermique.

#### **Détente sur l' $^4\text{He}$**

L'inconvénient dans l'utilisation de l' $^4\text{He}$  est l'existence du film superfluide pour  $T < 2 \text{ K}$  qui augmente le débit nécessaire et diminue la puissance de refroidissement maximale qu'on peut obtenir. Cette détente a déjà été présentée.

#### **Détente sur l' $^3\text{He}$**

Pour une détente sur l' $^3\text{He}$ , on dispose d'une puissance de refroidissement à partir d'une température inférieure à 5 K sans échangeur et 15 K avec un échangeur thermique.

La température finale à laquelle on descend avec la détente sur l' $^3\text{He}$  est plus basse pour une même variation de pression par rapport à une détente sur l' $^4\text{He}$ .

En même temps, la puissance frigorifique disponible pour les mêmes débits est beaucoup plus faible dans ce cas. La pression d'injection dans ce cas doit être supérieure à 0,8 bar et inférieure à 8 bars.

L'utilisation d'une dilution à partir de l'étage Joule-Thompson impose les débits de fonctionnement pour la détente et les dimensions du circuit de dilution vont influencer les conditions de fonctionnement de la détente.

Dans le cas d'une dilution en cycle ouvert qui utilise une détente Joule-Thompson sur l' $^3\text{He}$  à partir de 4,2 K, la pression sur le circuit d'injection doit être supérieure à 5 bars.

### b) Emplacement de la détente associée à la dilution

Dans le cas d'une dilution en cycle ouvert, l'emplacement de la détente Joule-Thomson peut se faire soit sur les injections, soit sur la sortie du mélange. En fait, les performances de la détente ne dépendent que des pressions d'entrée et de sortie.

#### 1) Détente sur les injections

Si l'on installe un capillaire de détente aux niveau de chaque injection, la pression va chuter rapidement au niveau de cette impédance, mais elle restera relativement importante dans les circuits de dilution. En effet, l'impédance de ces circuits (capillaires de diamètre typique  $40\ \mu\text{m}$ ) maintiendra toujours cette pression à une valeur bien supérieure à la pression osmotique (extraction irréversible).

La détente finale aura donc toujours lieu à la sortie des circuits de dilution où on obtient la plus basse pression du circuit.

La température de l'étage sera déterminée par la pression d'aspiration et le tube de pompage.

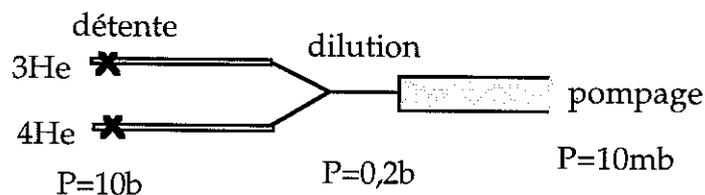


Figure 1c.3 Détente réalisé avant la dilution, sur les injections

- L'inconvénient de cette méthode est que la détente réalisée sur les fluides injectés produit généralement un mélange de bulles de gaz et de fluide qui doit être recondensé pour la dilution et qui risque de créer des instabilités de débit sur le circuit de mélange. Il serait possible d'éviter ce problème en réalisant une détente isotherme.

- L'avantage de cette géométrie est de pouvoir faire le mélange à basse pression. La puissance de refroidissement due à la dilution reste donc indépendante des pressions d'injection.

## 2) Détente sur la sortie du mélange dilué

Pour éviter les problèmes de recondensation des bulles créées par la détente, il est possible de la réaliser sur le mélange, après la sortie des circuits de dilution.

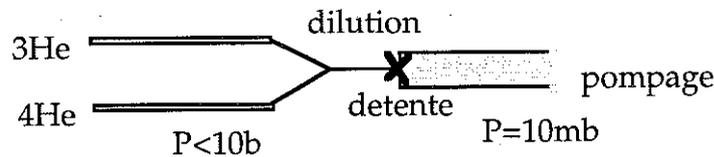


Figure 1c.4 Détente réalisée après la dilution, sur le tube de sortie

En pratique, tous les montages que nous avons faits utilisent une telle détente sur le tube de sortie. Le schéma complet de la dilution en cycle ouvert avec une détente sur la sortie est présenté sur la figure 1c.5.

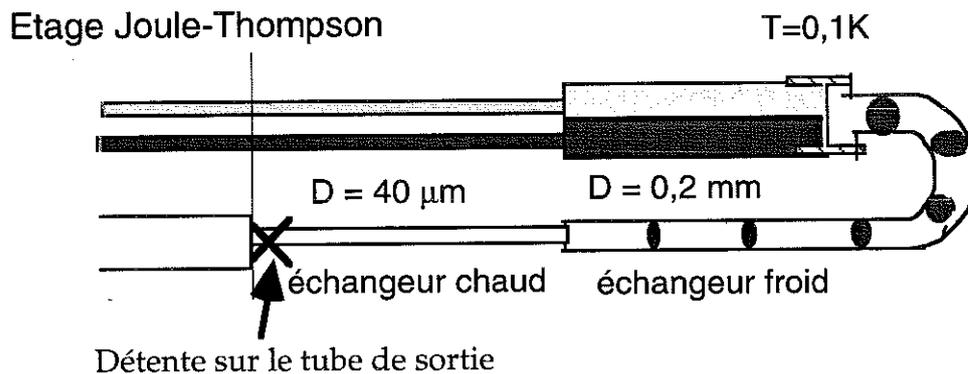


Figure 1c.5 Dilution associée à un étage Joule-Thompson.

Cette géométrie présente un inconvénient: le mélange de la dilution est fait à haute pression et la puissance de refroidissement associée diminue avec la pression. Cet effet, lié aux propriétés du liquide de Fermi, a déjà été observé<sup>18</sup>, mais nous n'avons pas trouvé dans la littérature, de valeur précise de cette diminution. Pour une impédance donnée, la pression et la puissance de refroidissement vont varier avec le débit.

Cette géométrie est la solution employer actuellement dans la réalisation des toutes les dilutions en cycle ouvert.

### c) Performances de la détente sur le mélange

Pour calculer certains paramètres importants dans une détente Joule-Thompson faite sur un mélange, on part d'une boîte qui contient du mélange dilué à une certaine température  $T$ . Au-dessus du liquide, on est en présence de vapeurs d' $^3\text{He}$  et d' $^4\text{He}$  à une pression partielle correspondant aux pressions de vapeur saturante respectives.

Dans le cas d'une détente par circulation en continu d'un mélange, le gaz extrait de la cellule a une concentration  $x_g$  liée au rapport des pressions partielles. Cette concentration est en générale très différente de celle présente dans le liquide  $x_l$ . La concentration du mélange qui circule correspondra donc à la concentration du gaz et non à celle du liquide.

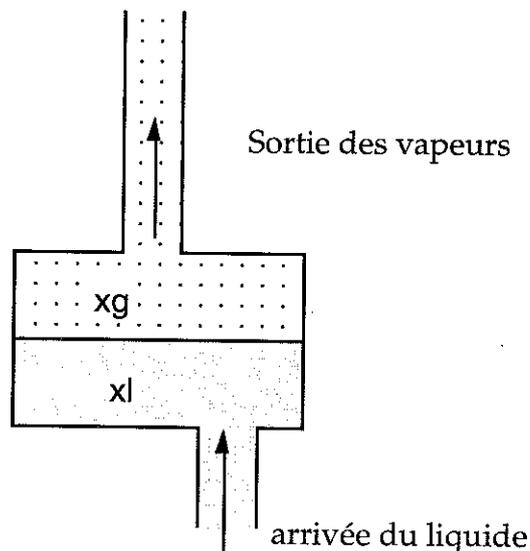


Figure 1c.6 Pompage sur une réserve de mélange à concentration  $x_l$

#### 1) Calcul de la température

Pour ce calcul, on suppose que les pressions partielles de vapeur saturante sont celles du gaz pur, pondérées par la concentration de chaque isotope dans le liquide.

Soit  $P_{v3}(T)$  et  $P_{v4}(T)$  les pressions de vapeur saturantes de l' $^3\text{He}$  et de l' $^4\text{He}$  respectivement.

A partir de la température  $T$ , on calcule les pressions partielles  $P_3$  et  $P_4$  des deux isotopes dans le gaz, puis la pression totale  $P$  et la concentration  $x_g$  dans le gaz. On obtient:

$$P_3 = x_l P_{v3}(T)$$

$$P_4 = (1 - x_l) P_{v4}(T)$$

(1)

$$P = P_3 + P_4 = x_l (P_{v3} - P_{v4}) + P_{v4} \quad (2)$$

$$x_g = \frac{P_3}{P_3 + P_4} = \left[ \frac{P_{v4}}{P_{v3}} \left( \frac{1}{x_l} - 1 \right) + 1 \right]^{-1} \quad (3)$$

Comme on l'a vu, si l'on utilise un mélange qui circule de concentration  $x$ , on aura  $x_g = x$  et  $x_l \ll x$ .

Il nous faut inverser cette formule pour retrouver la concentration dans le liquide  $x_l$  et la température  $T$ , connaissant la concentration dans le gaz  $x_g$  et sa pression  $P$ . Pour cela, on a besoin d'une expression algébrique de  $P_{v3}(T)$  et  $P_{v4}(T)$  en fonction de  $T$ .

On peut écrire la pression de vapeur de l' $^3\text{He}$  et l' $^4\text{He}$  sous la forme:

$$P_{v3} = a_3 \exp\left(-\frac{B_3}{T}\right)$$

$$P_{v4} = a_4 \exp\left(-\frac{B_4}{T}\right) \quad (4)$$

avec  $a_3 = 2 \cdot 10^5$ ;  $B_3 = 5$ ; et  $a_4 = 3,6 \cdot 10^5$ ;  $B_4 = 9,8$ ;

On tire  $x_l$  de l'équation (3) et on remplace  $P_{v3}$  et  $P_{v4}$  par leurs expressions:

$$x_l = \frac{1}{\left[ 1 + \left( \frac{P_{v3}}{P_{v4}} \right) \left( \frac{1}{x_g} - 1 \right) \right]}$$

$$x_l = \frac{1}{1 + \frac{a_3}{a_4} \exp\left(-\frac{-B_3+B_4}{T}\right) \left( \frac{1}{x_g} - 1 \right)} \quad (5)$$

En remplaçant le résultat dans l'équation (2) on trouve:

$$P \left( x_g - x_g \frac{a_3}{a_4} \exp\left(-\frac{-B_3+B_4}{T}\right) + \frac{a_3}{a_4} \exp\left(-\frac{-B_3+B_4}{T}\right) \right) = a_3 \exp\left(-\frac{B_3}{T}\right) \quad (6)$$

Comme  $(-B_3+B_4)$  est très proche de  $B_3$ , je pose:

$Y = \exp(B_3/T) = \exp(-(-B_3+B_4)/T)$  et on peut résoudre l'équation:

$$a_3 P (x_g - 1) Y^2 - a_4 P x_g Y + a_3 a_4 = 0 \quad (7)$$

On trouve 
$$Y = \frac{a_4 P x_g \pm \sqrt{\Delta}}{2 a_3 P (x_g - 1)} \quad (8)$$

avec 
$$\Delta = (P x_g a_4)^2 - 4 a_3^2 a_4 P (x_g - 1)$$

On peut négliger le terme  $a_4 P x_g$  devant  $\sqrt{\Delta}$  et, en prenant la solution positive, on obtient:

$$Y = \frac{\sqrt{(P x_g a_4)^2 - 4 a_3^2 a_4 P (x_g - 1)}}{2 a_3 P (x_g - 1)}$$

En remplaçant  $Y = \exp(B_3/T)$  par son expression en fonction de T, on trouve

$$T = \frac{2 B_3}{\ln\left(\frac{P (x_g a_4 / a_3)^2 - 4 a_4 (x_g - 1)}{4 P (x_g - 1)^2}\right)} \quad (9)$$

Le tableau ci-dessous nous donne la température obtenue T ainsi que la concentration dans le liquide  $x_l$ , pour différentes pressions d'aspiration P et différentes concentrations du mélange qui circule  $x = x_g$ . En effet, la concentration du mélange est égale à la concentration dans le gaz.

P(Pa)	X=5%	X=10%	X=20%	X=40%
P=100 (1mb)	T=1.21 K $X_l=0,24 \%$	T=1.20 K $X_l=0,49 \%$	T=1.18 K $X_l= 1 \%$	T=1.15 K $X_l= 2,4 \%$
P=200	T=1.32 K $X_l= 0,33 \%$	T= 1,31 K $X_l= 0,68$	T=1.295 K $X_l= 1,4 \%$	T=1.25 K $X_l= 3,3 \%$
P=500	T=1.5 K $X_l= 0,49$	T=1,497 K $X_l= 0,98 \%$	T=1.47 K $X_l= 2 \%$	T=1.41 K $X_l= 5 \%$
P=1000 (10mb)	T=1.68 K $X_l= 0,62 \%$	T= 1,67 K $X_l= 1,29 \%$	T= 1,64 K $X_l= 2,7 \%$	T=1.57 K $X_l= 6,5\%$

Table 1.C.2

Remarque: Si l'on veut détruire le film superfluide de l' $^4\text{He}$  par apport d' $^3\text{He}$ , la concentration nécessaire d' $^3\text{He}$  dans le liquide doit faire passer le système dans la partie de la ligne lambda où le mélange est dans un état normal.

De  $T=1$  K à  $T=1,5$  K, la concentration d' $^3\text{He}$  dans le liquide varie de 60% à 40%. Dans ces conditions, la concentration d' $^3\text{He}$  dans le gaz sera très importante et les performances de la détente seront celles d'une détente en  $^3\text{He}$  pur.

$$x_l = \frac{P_{g3}}{P_{v3}} \quad \text{où} \quad P_{g3} = x_g * P = x_l P_{v3}$$

Pour la température de fonctionnement calculée dans la table à différentes concentrations d' $^3\text{He}$  dans le gaz, la concentration correspondante dans le liquide est inférieure à 6,5 %.

Les points de fonctionnement caractérisés par la concentration et la température se trouvent, dans ce cas, en dessous de la courbe lambda, dans la zone superfluide.

On en conclut que le mélange liquide existant sera toujours superfluide et il va impliquer la formation d'un film superfluide d'hélium le long du tube.

## 2) Calcul de la puissance disponible

La puissance disponible sur cet étage est proportionnelle au débit molaire de la circulation et dépend aussi des pressions aux extrémités de l'impédance de la détente. Pour une impédance donnée, ces pressions dépendent du débit utilisé.

Pour différentes pressions d'injection, une estimation de la puissance disponible sur cet étage peut se faire en sommant les puissances obtenues par détente sur l' $^3\text{He}$  et sur l' $^4\text{He}$  pur:

A partir de  $T=2$  K et différentes pressions d'injections, avec une pression à la sortie de  $5 \cdot 10^{-3}$  b pour l' $^4\text{He}$  et  $7 \cdot 10^{-2}$  b pour l' $^3\text{He}$ , on obtient :

	H( $^4\text{He}$ liquide - gaz)	H( $^3\text{He}$ liquide - gaz, 3b)
P injection=1 b	79,2 joules/mol	38 joules/mol
P injection=3 b	72 joules/mol	32 joules/mol
P injection=5 b	68 joules/mol	26 joules/mol
P injection=10 b	53,2 joules/mol	11 joules/mol

Pour des débits typiques d' $^3\text{He}$  et d' $^4\text{He}$  de  $2$  ( $\mu\text{mol} / \text{sec}$ ) et  $8$  ( $\mu\text{mol} / \text{sec}$ ), on obtient à une pression  $P=3$  b, une puissance de :  $Q_r = 640 \mu\text{W}$  .

Pour une configuration de circulation imposée, les débits utilisés imposent la pression d'injection de la détente.

Si les débits d'injection diminuent, la puissance de la détente qui est proportionnelle au débit va diminuer, mais les performances vont aussi se détériorer à cause d'une baisse de la pression à l'injection.

### **I-C-2 Réalisation pratique de la détente**

#### **a) Refroidissement des injections à 1,5 K -frittés**

La détente Joule-Thompson nous permet de disposer d'une puissance de refroidissement que l'on utilise pour refroidir les injections d'hélium et réaliser un étage intermédiaire. Le refroidissement se fait par conduction thermique, on a donc besoin d'une grande surface d'échange. Pour avoir une grande surface d'échange tout en gardant un espace réduit, on utilise des échangeurs discrets frittés.

Un fritté est un volume rempli de grains de cuivre (poudre de 0.1 à 1 mm) ou de poudre d'argent (700 Å). Le recuit assure un couplage rigide entre les grains. Ces grains sont en bon contact thermique entre eux et avec l'extérieur. Le fluide froid passe entre les grains et échange de la chaleur. La surface d'échange dans ce cas est beaucoup plus importante que si on thermalisait à travers un tube. Au niveau de l'étage Joule-Thompson, on utilise des frittés sur chaque capillaire pour le refroidissement des injections. Pour le dilué qui sort, on utilise un échangeur discret fritté (grains de 0,1 mm) pour la récupération de la puissance calorifique froide.

#### **b) L'échangeur continu**

Entre l'étage 4 K et l'étage Joule-Thompson, on utilise aussi un échangeur continu pour refroidir les injections. Cela permet, comme on l'a vu, d'améliorer les performances frigorifiques obtenues par la détente.

Cet échangeur est composé d'un tube de pompage en cupronickel d'un diamètre intérieur de 2 à 3 mm. Autour de ce tube sont bobinés et soudés à l'étain les tubes d'injection, pour assurer un bon couplage thermique. Ces tubes peuvent aussi être passés à l'intérieur du tube de pompage pour qu'ils soient en contact direct avec le fluide sortant.

### c) Le tube de pompage

On calcule le diamètre optimal<sup>19</sup> du tube de pompage de façon à diminuer les pertes de charge le long du tube et pour assurer une bonne détente. La valeur maximale est imposée par le film superfluide qui se forme, ce qui implique une augmentation de débit et introduit beaucoup de pertes, et la valeur minimale est imposée par la pression d'aspiration nécessaire à la détente.

On calcule le diamètre de pompage en utilisant la formule **démontrée dans l'annexe** de la perte de charge, pour l'intervalle de température  $T = 1,5 \text{ K}$  et  $T = 10 \text{ K}$ .

$$d[\mu\text{m}] = 128 \sqrt{\frac{l(\text{m}) \text{ débit}(\text{cm}^3/\text{min})}{P^2(\text{bar})}}$$

pour  $P = 0,01 \text{ bar}$ , on obtient  $d = 2,5 \text{ mm}$

Après  $T = 10 \text{ K}$ , on considère le mélange d'hélium comme un gaz idéal. La température de sortie dans l'espace est de  $200 \text{ K}$  et, si on considère que le volume est constant, on aura une perte de charge entre la sortie et l'étage Joule-Thompson d'un facteur 20. La pression dans l'espace est inférieure à  $10^{-6} \text{ bar}$ , le facteur 20 donne une pression sur l'étage Joule-Thompson de  $5 \cdot 10^{-4} \text{ bar}$ , ce qui est inférieur à la valeur prise en calcul plus haut, donc cette pression de  $0,01 \text{ bar}$  peut être assurée.

Cette valeur convient et on a choisi le diamètre intérieur du tube entre  $2,5 \text{ mm}$  et  $3 \text{ mm}$ .

On regarde maintenant le film superfluide qui sort sur ce tube.

Conformément aux valeurs (Annexe 1), le débit volumique qui passe à travers le film superfluide à  $T = 2 \text{ K}$  est de  $3 \cdot 10^{-5} [\text{cm}^3/\text{cm sec}]$ . Il est fonction du périmètre du tube.

Pour un diamètre  $d = 0,25 \text{ cm}$ , le périmètre est de  $0,785 \text{ cm}$  et le débit d'hélium superfluide de  $2,3 \cdot 10^{-5} [\text{cm}^3/\text{sec}] = 0,8 \mu\text{mol}/\text{sec}$  (10% du débit d' $^4\text{He}$  utilisé).

### Conclusion: dilution en circuit ouvert avec détente

Jusqu'à présent, la dilution en cycle ouvert offre la possibilité d'atteindre des basses températures ( $T < 50 \text{ mK}$ ) sans l'intervention de la force de gravitation, mais

seulement pour des expériences qui ne demandent pas une puissance de refroidissement importante.

Etant limité dans le cas du mélange diphasique par le diamètre des tubes à froid qui ne doit pas dépasser 0,4 mm, des problèmes de chauffage par viscosité peuvent apparaître à basse température, dans le cas où l'on veut utiliser de grands débits pour obtenir des puissances importantes.

Pour le fonctionnement de la dilution en cycle ouvert, l'existence d'un étage intermédiaire à  $T < 2$  K est impératif. Il peut être réalisé par pompage sur un bain d'hélium ou par une détente Joule-Thomson.

Le fonctionnement de la dilution avec des réserves sous pression permet de réaliser une détente sur le circuit de dilution, mettant une simple impédance sur le tube de dilué. La puissance disponible à ce niveau est de quelques centaines de microwatts.

L'intérêt d'utiliser une détente Joule-Thomson pour la dilution en cycle ouvert est que, dans ce cas précis, elle représente une "source gratuite de froid" pour avoir un étage à  $T < 2$  K.

Les avantages qui impliquent l'utilisation de la détente Joule-Thomson sont les suivantes:

- sur terre : pour l'utilisation d'un cryostat d'hélium pour l'étage à 4 K  $\rightarrow$  permettant le remplissage du vase d'hélium sans réchauffement; besoin d'une pompe à la sortie,
- dans l'espace : pas d'utilisation des pompes ou d'autres machines pour la circulation de l'hélium, le mélange est pompé par le vide de l'espace,
- utilisation des machines qui produisent des températures  $T < 9$  K. A partir de cette température, la dilution peut commencer par l'intermédiaire de la détente Joule-Thomson qui assure un étage de refroidissement à  $T < 2$  K.

## **Chapitre II : Etude expérimentale**

### **de la dilution en cycle ouvert**



---

# Chapitre II : Etude expérimentale de la dilution

## en cycle ouvert

---

## II-A Montage expérimental de test

### II-A-1 Les cryostats de test

Nous avons utilisé trois différents types de cryostats pour tester le fonctionnement d'une dilution en circuit ouvert:

- Un cryostat à l'hélium avec vide commun
- Un cryostat à l'hélium classique de laboratoire
- Un cryostat avec circulation d'hélium

#### a) Cryostat à hélium avec vide commun

##### 1) Le cryostat

Ce cryostat est constitué d'une réserve d'hélium liquide (figure 2a.1). Elle est protégée du rayonnement extérieur par un écran connecté à une autre réserve d'azote liquide. L'isolation entre ces étages et l'extérieur est réalisée par un vide commun à l'ensemble du cryostat.

La partie dilution elle-même sera installée dans ce même vide, fixée sous le réservoir principal d'hélium. Ce cryostat sera utilisé soit à 1.8 K en pompant sur le bain pour tester un système à dilution simple, soit à une température de 4 K pour tester un système de dilution complet avec refroidissement d'un étage intermédiaire par détente Joule-Thompson.

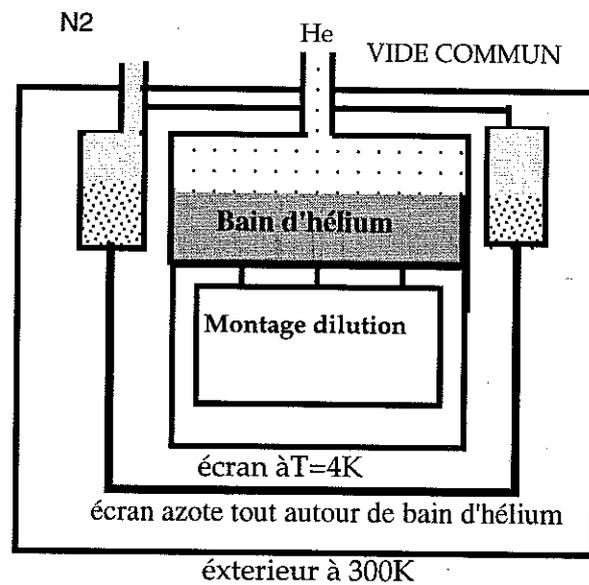


Figure 2a.1 Schéma d'un cryostat avec un bain d'hélium et le même vide d'isolement entre les étages.

### 2) Le pré-refroidissement

La difficulté qui se pose avec ce type de cryostat est le refroidissement de la dilution lors du remplissage de la réserve d'hélium. En effet, le système à dilution est isolé thermiquement du bain et sera très long à refroidir.

Une façon de s'affranchir de ce problème consiste à utiliser des interrupteurs thermiques entre les différents étages. Cependant, cela rend le système plus complexe et nous avons utilisé une autre méthode, consistant à introduire du gaz d'échange (de l'hélium pur) dans le vide d'isolement. La quantité utilisée doit être très faible pour ne pas avoir une conduction importante entre l'extérieur qui est à 300 K et le bain d'hélium, et en même temps suffisante pour refroidir les étages inférieurs: l'étage de la détente Joule-Thompson et l'étage à dilution.

### 3) Les passages de gaz vers la dilution

Les tubes d'injection et de sortie des fluides utilisés pour la dilution en cycle ouvert passent directement dans le vide d'isolement du cryostat. Pour éviter un trop grand apport de chaleur sur le réservoir d'hélium liquide, les fluides sont refroidis par un échangeur thermique sur l'écran intermédiaire à 77 K. Entre les étages, on utilise des échangeurs continus pour récupérer l'enthalpie des fluides sortant et diminuer encore les apports thermiques sur le bain d'hélium.

Entre l'étage à la température de l'azote et l'étage 4 K, l'échangeur à contre-courant utilisé est constitué d'un tube extérieur (CuNi avec  $\varnothing_{\text{int}} = 2$  mm et  $\varnothing_{\text{ext}} = 2,5$  mm) utilisé pour sortir le mélange. Il contient à l'intérieur les deux tubes d'injection (CuNi  $\varnothing_{\text{int}} = 0,2$  mm et  $\varnothing_{\text{ext}} = 0,5$  mm).

Le diamètre du tube de sortie doit être suffisant pour éviter trop de pertes de charge et une température trop élevée si l'on utilise un étage Joule-Thompson.

Le schéma du circuit de dilution est:

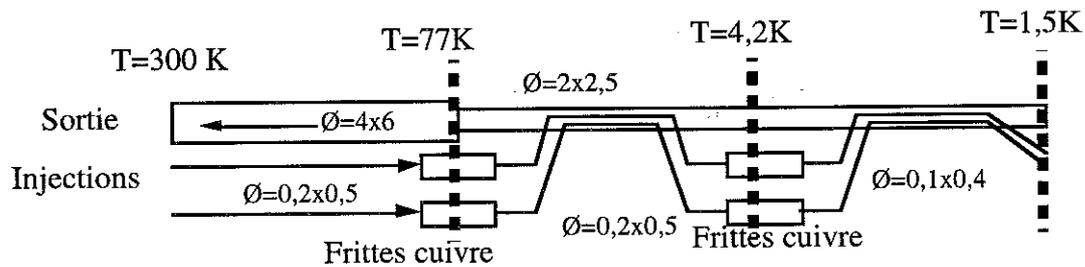


Figure 2a.2 Schéma du circuit de dilution de l'azote au point froid.

#### 4) Consommation du cryostat

Les puissances d'échauffement par rayonnement sur le cryostat sont données par la formule:

$$W_r = \sigma e S (T_2^4 - T_1^4) \quad \text{où } T_2 > T_1$$

$\sigma$  : constante de Stefan-Boltzmann ( $5,67 \cdot 10^{-8} \text{ W/m}^2\text{K}$ )

$S$  : surface considérée.  $S = 0,47 \text{ m}^2$

$T_1, T_2$  : températures des deux surfaces avec  $T_2 > T_1$

$e$ : facteur qui tient compte du pouvoir émissif des deux surfaces et des facteurs de forme. Pour des surfaces en aluminium<sup>20</sup>, on a:  $e_1 = 0,08$  à  $T = 300 \text{ K}$  et  $e_2 = 0,03$  à  $T = 77 \text{ K}$ , ce qui nous donne :  $e_{\text{moyen}} = \sqrt{e_1^2 + e_2^2} = 0,085$ .

Les puissances calculées sont:

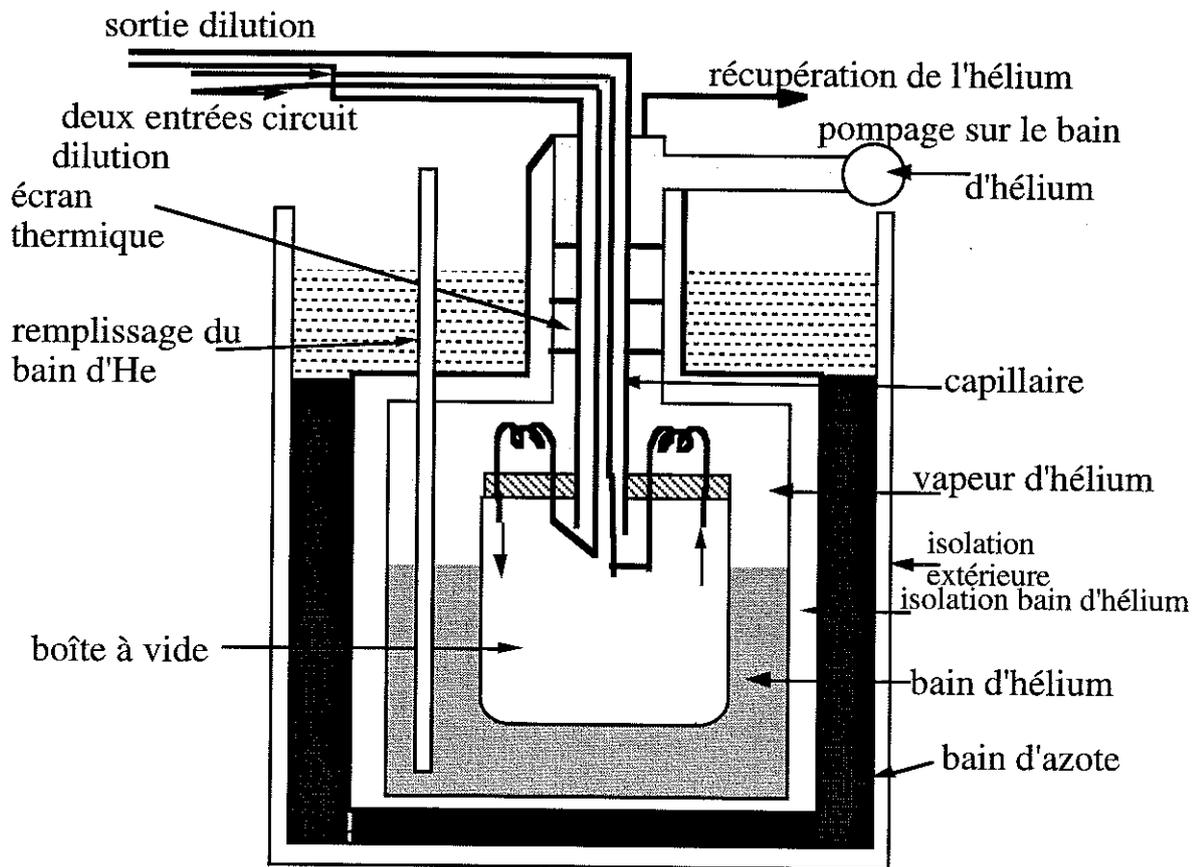
- sur l'écran azote,  $W_r = 18 \text{ W}$ ; la valeur mesurée avec un compteur volumétrique classique donne  $13 \text{ W}$  (une consommation plus faible), donc l'émissivité de l'écran est inférieure à la valeur prise pour le calcul. Le bain d'azote a un volume de 4,8 litres.

- sur l'écran 4 K,  $W_r = 24$  mW calculé; la valeur mesurée avec un compteur volumétrique classique donne une consommation de 1 litre/jour; le volume du bain est de 4,3 litres, ce qui donne une autonomie de 4 jours.

### b) Cryostat à hélium classique de laboratoire

Ce type de cryostat est présenté sur la figure 2a.3. Il comprend:

- un bain d'azote séparé de l'extérieur par un vide d'isolement;
- un bain d'hélium avec un vide d'isolement indépendant;
- une enceinte sous vide fermée à l'aide d'un joint indium qui constitue la cellule expérimentale.



**Figure 2a.3** Schéma d'un cryostat avec un bain d'hélium et le vide d'isolement entre les étages indépendants.

L'avantage de ce cryostat est le temps de refroidissement très court de la cellule expérimentale. Le gaz d'échange à l'intérieur de la cellule thermalise l'étage de

dilution seulement avec le bain d'hélium. Un pompage sur le bain permet de refroidir la cellule à  $T = 1,5$  K, ce qui permet d'amorcer directement la dilution.

Nous n'avons pas utilisé ce cryostat avec un ensemble de dilution associé à un étage de détente Joule-Thompson car le volume expérimental est trop petit. Cependant, il est très agréable d'utilisation pour des expériences rapides de test d'un étage à dilution.

Le passage des capillaires d'injection dans les vapeurs qui remontent du bain d'hélium liquide peut poser des problèmes d'oscillation de Taconis. Pour éviter ces problèmes, nous avons descendu ces tubes dans le tube de pompage de l'enceinte à vide expérimentale. Dans ce cas, les fluides sont mal thermalisés et il faut les faire passer dans un échangeur dans le liquide d'hélium.

Les tubes de  $\varnothing = 0,2/0,5$  mm descendent jusqu'à la bride de la cellule où on les thermalise. On remonte ensuite dans le liquide avec des tubes très fins  $\varnothing_{int} = 60$   $\mu\text{m}$  et une longueur de 20 cm. La sortie de ces tubes traverse la bride de la cellule et ils sont thermalisés sur des frittés vissés sur cette bride.

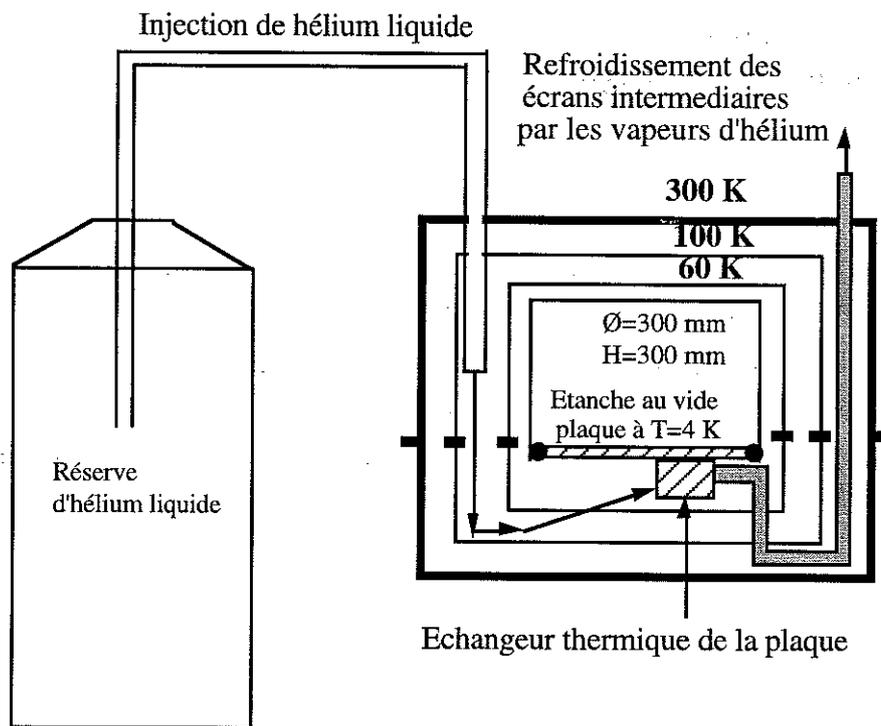
L'autonomie du bain d'hélium pompé est de 14 heures, ce qui permet de faire des expériences assez courtes.

### c) Cryostat avec circulation d'hélium

Ce type de cryostat ne contient pas de bain d'azote ou d'hélium. Le refroidissement de l'enceinte expérimentale est fait seulement par circulation d'hélium liquide à partir d'une réserve d'hélium qui se trouve à côté du cryostat. Les écrans thermiques pour le rayonnement sont refroidis par les vapeurs d'hélium qui vont vers la sortie. L'enceinte expérimentale est une enceinte étanche ce qui permet l'utilisation d'un gaz d'échange pour le refroidissement du système monté à l'intérieur de cette enceinte. Les autres écrans sont à 30 K et 80 K avec vide commun.

Les avantages de ce cryostat sont:

- l'étanchéité de l'enceinte expérimentale;
- les dimensions importantes de l'enceinte expérimentale qui a un diamètre  $\varnothing=300$  mm et une hauteur de 300 mm.
- régulation facile de la température de l'enceinte expérimentale à toute température supérieure à 4,5 K.



**Figure 2a.4** Schéma d'un cryostat à circulation d'hélium qui assure le refroidissement à une température variable entre 10 K et 4 K.

### II-A-2 Circulation des fluides

Pour bien contrôler la circulation des fluides dans le cryostat, on utilise un bâti de circulation (figure 2a.5). Le principe de ce bâti est le suivant:

Pour l'injection des gaz, nous utilisons des bouteilles d' $^3\text{He}$  et d' $^4\text{He}$  pur gazeux sous pression qui peuvent être remplacées, même en cours d'expérience. Un contrôle de la pression, et donc de la quantité restante dans les bouteilles, est obtenu par des manomètres.

Parce qu'à basse température tous les éléments se solidifient sauf l'hélium, une grande pureté de ces gaz est nécessaire sous peine de bouchons dans les circuits froids. La méthode la plus répandue de purification de l'hélium est l'utilisation de pièges à charbon actif qui sont maintenus à la température de l'azote liquide.

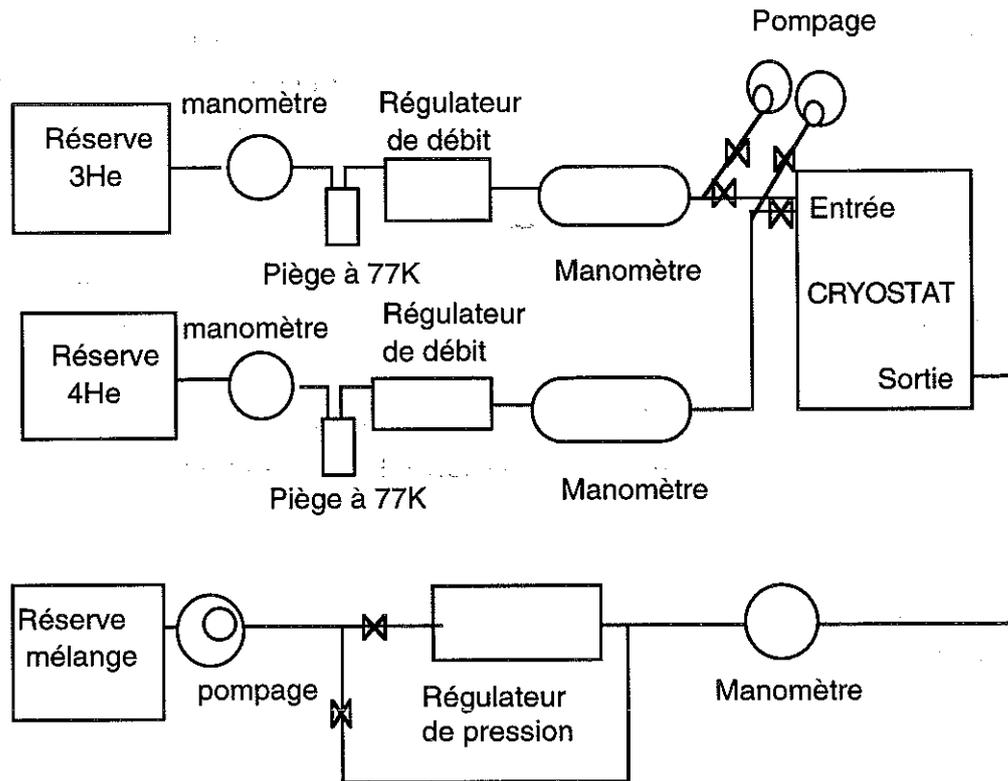


Figure 2a.5 Schéma du bâti de circulation des gaz.

Les débits sont contrôlés à l'aide de régulateurs de débit. Ces régulateurs sont composés d'un débitmètre massique, suivi d'une vanne de régulation commandée par un étage de régulation électronique type P.I.D. Ces débitmètres sont livrés étalonnés, mais un contrôle de l'étalonnage nous a montré des déviations de 10 à 30 %. Il est donc prudent de toujours vérifier l'étalonnage en mesurant les variations de pression dans un volume connu.

Après le débitmètre, un manomètre mesure la pression d'injection à l'entrée du cryostat. Il y a aussi un raccord avec une pompe pour le cas où un pompage des tuyaux d'injection serait nécessaire. Les circuits d' $^3\text{He}$  et d' $^4\text{He}$  sont identiques.

Le mélange qui sort du cryostat est pompé et mis en réserve. Le pompage peut être réalisé directement sur le tuyau de sortie dans le cas d'un cryostat avec détente Joule-Thompson. Pour un étage à dilution simple, il est possible d'utiliser un régulateur de pression pour maintenir constante la pression de sortie.

### II-A-3 La distillation du mélange

Compte tenu du prix de l' $^3\text{He}$ , il est intéressant, au laboratoire, de récupérer le mélange sortant du cryostat à dilution. Il est alors nécessaire d'en extraire l' $^3\text{He}$ , ce

que l'on réalise en utilisant un dispositif de distillation. Ce système est schématisé sur la Figure 2a.6.

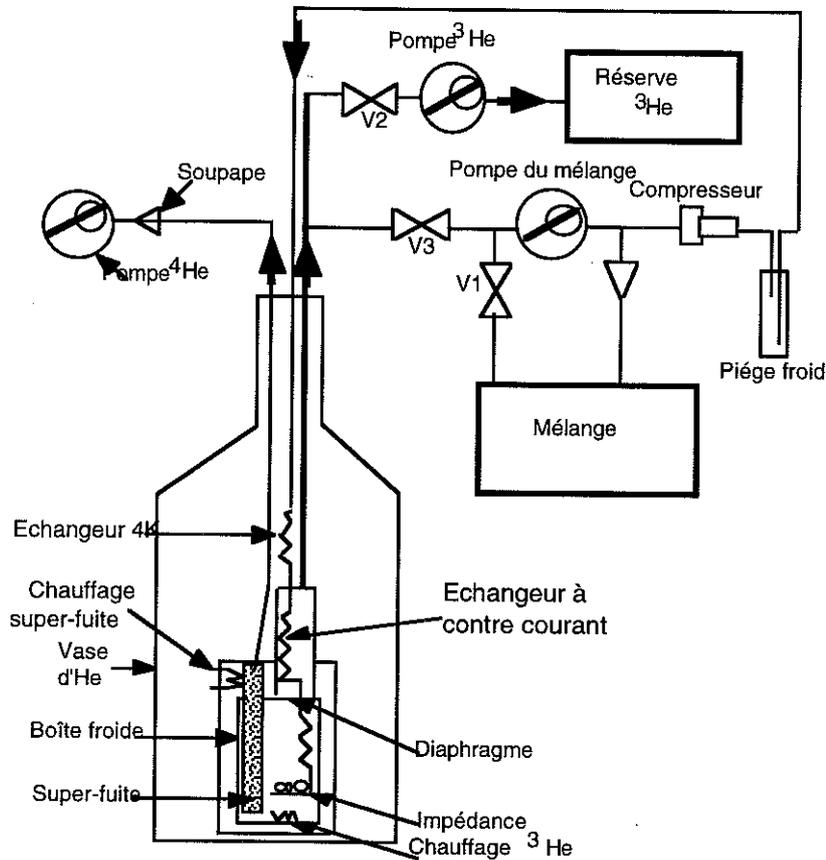


Figure 2a.6 Schéma d'un circuit de distillation du mélange.

Pour la séparation de l' $^3\text{He}$  et de l' $^4\text{He}$ , on utilise simultanément deux procédés différents :

- le chauffage du mélange pour la récupération des vapeurs d' $^3\text{He}$ .
- l'extraction de l' $^4\text{He}$  à l'aide d'une superfuite.

Par l'intermédiaire d'une pompe, on expédie une quantité de mélange sous pression (1 à 3 bars) dans le circuit d'injection. Une détente Joule Thompson permet de liquéfier ce mélange et de l'introduire dans la boîte du distillateur. Dans cette boîte, on a une superfuite qui permet l'extraction en continu de l' $^4\text{He}$ . Il est pompé par un capillaire et rejeté. De ce fait, le mélange s'enrichit progressivement en  $^3\text{He}$ . Les vapeurs d' $^3\text{He}$  vont circuler dans le circuit de mélange et seront analysées par un spectromètre. Lorsque la pureté de l' $^3\text{He}$  devient supérieure à 98 %, une électrovanne s'ouvre pour pomper l' $^3\text{He}$  et le stocker dans la réserve d' $^3\text{He}$  pur. Si la concentration est inférieure à cette valeur, alors le mélange sera renvoyé encore

une fois dans le cryostat. On complète au fur et à mesure avec du mélange de la réserve. Pour maintenir l'ébullition du mélange à un débit suffisant (à faible débit, le film superfluide dégrade la pureté de l' $^3\text{He}$ ), la boîte de distillation est chauffée par le gaz chaud injecté et, si cela n'est pas suffisant, on utilise une résistance chauffante.

Le montage comporte aussi un piège à 77 K pour le filtrage et un compresseur pour la circulation du mélange dans le circuit. Le diaphragme de  $D=1$  mm est employé pour limiter le film d' $^4\text{He}$ . La distillation peut se faire en régime continu. Il peut être distillé environ 100 litres de mélange par jour.

Pour que la distillation puisse commencer, on doit avoir au moins une quantité minimum de mélange dans la réserve, pour réaliser la liquéfaction.

Ce distillateur a été complètement automatisé en utilisant des électrovannes, des capteurs de pression pour suivre l'évolution en pression à chaque niveau et des capteurs de température.

#### II-A-4 La mesure des températures

Les thermomètres souvent utilisés sont des résistances de carbone de différentes valeurs, qui ont une variation importante sur la plage de températures qui nous intéresse.

- On utilise souvent des résistances de 100 ohm qui sont très sensibles dans la région de température 4 K - 1 K. Le temps de réponse à la variation de température n'est pas très important à ce niveau. Ces résistances sont fixées par collage avec différentes colles utilisées à basse température.
- Pour des températures inférieures à 1 K, on utilise des résistances de carbone de 51 Ohm. Elles sont modifiées pour être adaptées aux mesures à basse température et pour avoir un temps de réponse plus rapide. Elles sont limées des deux côtés pour enlever la couche isolante et aussi une partie du carbone de la résistance. On obtient une résistance assez plate (0.6 mm d'épaisseur) avec une valeur supérieure à 70 Ohm. Après la soudure des contacts électriques, la résistance est entourée d'une fine feuille de papier à cigarette (isolation électrique) et le tout est entouré par une feuille d'argent fine. Le collage est fait avec une résine epoxy (stycast blanc). La température minimum mesurable des thermomètres est de l'ordre de 10 mK à 20 mK.

Ce type de résistance va avoir un temps de réponse très rapide étant donné le contact "direct" entre la résistance et la feuille d'argent qui est montée de façon mécanique ou par soudure .

L'inconvénient :

- les fils de mesure qui sortent du thermomètre sont très fragiles;
- le montage répétitif par soudure à étain de la feuille d'argent contribue au chauffage de toute la résistance à des température de l'ordre de 300°C, ce qui peut produire en temps une dérive de la valeur de la résistance étalonné, et donc avoir un faux étalonnage. La dérive se produit vers une augmentation de la résistance.

Si l'encombrement et le temps de réponse ne sont pas critiques, il est possible de monter la résistance sur un petit connecteur. Cela permet une connexion et une déconnexion plus facile.

Tous ces thermomètres en carbone sont étalonnés par rapport à des thermomètres connus sur un autre cryostat<sup>21</sup>.

Les autres thermomètres que nous utilisons sont :

- des résistances de germanium qui sont très stables en température et en temps. La température minimale de mesure est de 50 mK. La température plus haute dépend du dopage de germanium. La température la plus haute que j'aie mesurée en utilisant une résistance de germanium est de 15 K;

- des résistances de platine RuO<sub>2</sub> qui sont utilisées couramment à basse température. Elles ont une bonne précision et une bonne stabilité dans le temps;

- des résistances formé d'un monocristal de Silicium dopé par implantation avec du phosphore, très sensibles en température en fonction du dopage réalisé.

La plage de températures pour avoir une bonne sensibilité est assez restreinte.

## II-B Mesure expérimentale des performances

Pour tester les performances de la dilution en cycle ouvert, nous avons réalisé différentes parties froides de la dilution.

### II-B-1 Réalisation d'une dilution pour des faible débits

La dilution en cycle ouvert a été conçue pour fonctionner en absence de gravité et les principales applications sont des applications spatiales.

Dans ce cas, le fonctionnement en cycle ouvert impose l'utilisation des réserves sous pression d' $^3\text{He}$  et d' $^4\text{He}$  et le pompage de sortie est fait par le vide de l'espace. Cela implique un temps de fonctionnement de la dilution défini par les quantités de gaz embarquées. Si on arrive à réaliser un système qui fonctionne avec de faibles débits, cela va augmenter le temps de fonctionnement et, pour un temps défini, cela va réduire le volume de stockage.

Dans la dilution en cycle ouvert, la puissance de refroidissement est directement liée aux débits que l'on injecte. L' $^3\text{He}$  doit toujours être injecté en excès pour des raisons que l'on a expliquées dans le chapitre I.

Comme la puissance de refroidissement est assez faible, on doit limiter au maximum toutes les pertes de chaleur qui arrivent sur la partie froide. Les principales pertes qui peuvent gêner la dilution sont la conduction thermique dans les fluides, la viscosité dans les tubes, la conduction thermique dans les supports de la plaque à 0,1 K.

Le choix de la dimension des tubes dans notre cas à été fait en vue d'utiliser les plus faible débits même si les températures sera supérieur à 0,1 K. Cela permet d'avoir un temps de fonctionnement dans l'espace beaucoup plus long. Pour telles conditions un échangeur froid avec le diamètre interne du tube de 0,1 mm sera suffisamment grand pour que le chauffage par viscosité soit négligeable à des température supérieur à 0,1 K. Le dimensions du système cryogénique sont :

- échangeur chaud: longueur 0,5 m et diamètre intérieur  $\varnothing = 40 \mu\text{m}$
- échangeur froid: longueur 2,5 m et diamètre intérieur  $\varnothing = 0,1 \text{ mm}$

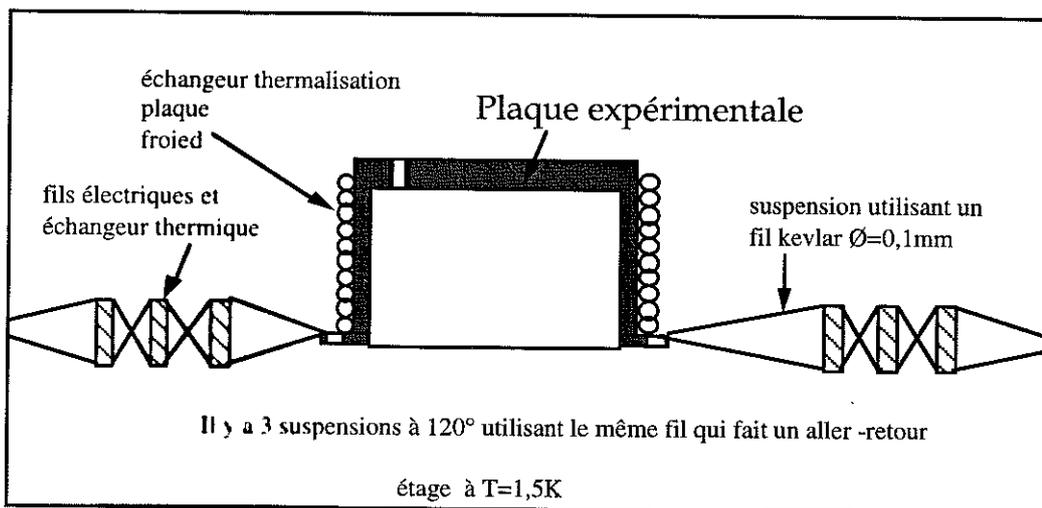
- échangeur de thermalisation de la plaque froide: longueur 2,3 m et diamètre intérieur  $\varnothing = 0,2$  mm.

Tout les tubes utilise sont en cupronickel.

La thermalisation est faite de la façon suivante:

L'échangeur chaud et l'échangeur froid sont bobinés en spirale autour des fils électriques de mesure et tous ces fils sont enroulés en spirale entre les étages 1.5 K et 0.1 K.

L'échangeur de thermalisation de la plaque froide est bobiné et soudé à l'étain autour de la plaque à 0,1 K. Cette méthode donne un gain d'espace et une bonne thermalisation.



**Figure 2b.1** Schéma de montage et suspensions de la partie froide d'une dilution en cycle ouvert pour des faibles débits

Comme suspension, nous avons choisi un fil kevlar à cause de ses performances mécaniques et thermiques.

Le fil qui part de  $T = 1,5$  K supporte l'échangeur en 3 points avant d'arriver sur la partie froide. Cela permet de limiter aussi les pertes par conduction thermique dans le fil kevlar si ils arrivent directement de  $T = 1,5$  K à  $T = 0,1$  K.

Les performances thermiques obtenues avec ce système ont été testées sur un cryostat où l'étage à 1,5 K a été réalisé par pompage d'un bain d'hélium et aussi sur un cryostat où on utilise une détente Joule-Thompson pour obtenir cette température.

$n_3(\mu\text{mol}/\text{sec})$	$n_4 (\mu\text{mol}/\text{sec})$	T(mK)-plaque froid	Puissance (nW)
0.7	2,8	130	0
1	4	95	0
1	6	80	0
1.5	6	90	0
1.5	8	80	0
2.5	8	93	0
2.5	8	108	100
2.5	8	162	400
1	4	95	0
1	4	109	25
1	4	120	49

En regardant les valeurs de ce tableau, on a des informations importantes sur les éventuelles limitations en température imposées par le système.

Pour le premier débit, la limitation en température est donnée par la puissance effective de la dilution.

Augmentant ces débits dans la même proportion, donc implicitement la puissance de dilution, le système refroidit.

Injectant toujours en excès de  $^3\text{He}$ , on observe qu'une augmentation du débit d' $^4\text{He}$  va augmenter aussi la puissance; la quantité d' $^3\text{He}$  qui va se diluer va augmenter. Pour la même quantité d' $^4\text{He}$ , une augmentation de la quantité d' $^3\text{He}$ , va produire un échauffement. Cela nous donne des informations sur les pertes par conduction thermique amenées par l' $^3\text{He}$ . En effet, l'utilisation en excès implique le refroidissement supplémentaire d'une quantité d' $^3\text{He}$  refroidi à basse température. Seulement 6,7 % vont se diluer et absorber de la chaleur, le reste part et se dilue dans les parties les plus chaudes.

Une augmentation encore plus forte des débits ne va pas avoir une contribution plus importante au refroidissement. Etant donné que le système a été conçu pour de faibles débits, la viscosité intervient de façon très importante dans ce cas précis.

Les applications où l'on utilise de faibles débits sont essentiellement en astrophysique où le rayonnement sur la partie froide est de quelques nanowatts et aussi d'autres applications où les pertes à ce niveau sont très faibles.

(Ce type de système est monté actuellement à J.P.L. California et les débits optimaux sont  $\dot{n}_3 = 1 \mu\text{mol}/\text{sec}$  et  $\dot{n}_4 = 4 \mu\text{mol}/\text{s}$ ).

Actuellement, l'application principale dans un satellite est pour des mesures d'astrophysique qui utilisent des bolomètres. Comme la température minimale nécessaire est de 100 mK, ce type de montage a été conçu pour privilégier les plus faibles débits possibles en dépit de la température. Tout même on demande une température inférieure à 0,15 K.

### **II-B-2 Réalisation d'une dilution pour les basses températures**

Dans ce qui suit, je présente un montage qui a pour but de tester les performances de la dilution en cycle ouvert et voir ses limites en température. A cause du mélange di-phasique présent au point froid, l'utilisation des échangeurs discrets est défavorable pour la dilution en cycle ouvert. Par ailleurs, à basse température, la résistance de Kapitza empêche de faire de bonnes thermalisations sur des longueurs très courtes. L'augmentation de la longueur va améliorer l'échange thermique, mais en même temps, la viscosité va commencer à devenir importante en chauffant le fluide à l'intérieur.

L'échangeur continu conçu pour refroidir à très basse température, qui part de l'étage 1,5 K jusqu'au point froide, est réalisé en trois parties:

- La partie chaude de l'échangeur, nécessaire pour l'extraction irréversible: longueur = 0,7 m et diamètre intérieur  $\varnothing = 32 \mu\text{m}$  en cupronickel.
- La partie intermédiaire de l'échangeur, où l'écoulement est laminaire: longueur = 2,3 m et diamètre intérieur  $\varnothing = 0,2 \text{ mm}$  en cupronickel.
- La partie froide de l'échangeur pour l'extraction réversible: longueur = 3,2 m et diamètre intérieur  $\varnothing = 0,3 \text{ mm}$  en cupronickel.

L'échangeur froid servant à la thermalisation de la plaque froide a les caractéristiques suivantes: longueur = 0,5 m et diamètre intérieur  $\varnothing = 0,3 \text{ mm}$ .

Le désavantage qu'il y a à utiliser ces échangeurs continus est le temps très long d'équilibre (minimum 12 heures) pour chaque changement de débit ou d'échauffement par vibration. Cette constante de temps est due au volume plus important et surtout à la longueur de l'échangeur continu (supérieure à 6 m).

Comme support pour les deux premiers échangeurs, nous avons utilisé un fil en nylon d'un diamètre supérieur à  $\varnothing = 0,3 \text{ mm}$ . Il est thermalisé en 5 points sur l'échangeur avant d'arriver dans la partie très froide, ce qui diminue les pertes thermiques amenées par ce fil.

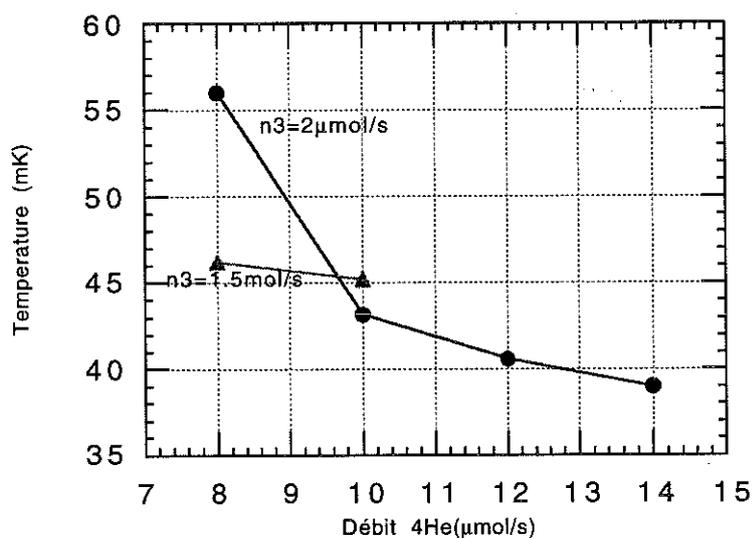
La suspension de l'échangeur froid n'est pas rigide. L'échangeur est enroulé en spirale et on utilise du fil de coton comme suspension pour empêcher un contact

thermique net entre les spires. La dilution montée de cette façon est très sensible aux vibrations.

Les performances thermiques obtenues avec ce système:

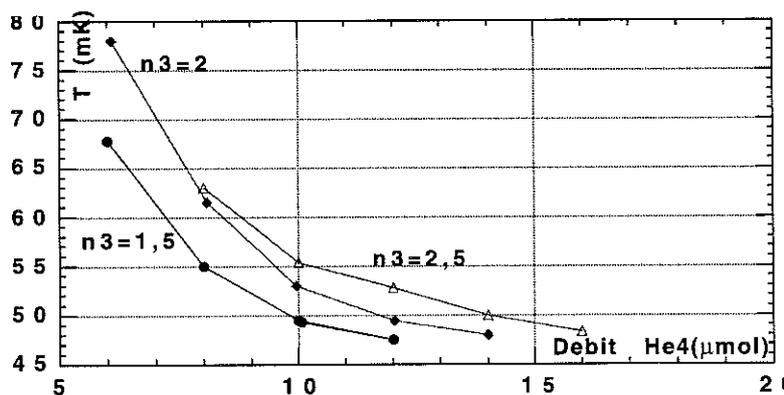
La meilleure température a été obtenue pour des débits relativement importants :  $\dot{n}_3=4$  [ $\mu\text{mol}/\text{sec}$ ] et  $\dot{n}_4=16$  [ $\mu\text{mol}/\text{sec}$ ] et la température est de 36 mK.

Tous les autres débits ont été représentés dans le graphique suivant:



**Figure 2b.2** La température minimum mesurée en fonction des différents débits d'injection.

Si la partie la plus grosse de l'échangeur continu est enlevée, la température minimum se situe autour de 50 mK (figure 2b.3). Une fois la température minimum atteinte par ce type de dilution, elle va augmenter de façon très brutale.



**Figure 2b.3** La température minimum mesurée en fonction des différents débits d'injection.

On peut conclure que, dans ce cas, la limitation en température est donnée par la viscosité. Par simple augmentation de longueur d'échangeur et de diamètre, la température descend au-dessous de 40 mK.

Nous avons aussi fait des tests utilisant des échangeurs discrets faits dans le même bloc de cuivre où sont thermalisés les deux injections et la sortie. Les températures obtenues sont inférieures à 0,1 K. Nous n'avons pas obtenus de résultats meilleurs qu'avec un simple échangeur continu.

### **II-B-3 Réalisation d'une dilution de forte puissance**

Ce montage a été réalisé pour refroidir des bolomètres dans une expérience embarquée en ballon stratosphérique<sup>22</sup>. Cette expérience comporte déjà un étage de refroidissement à 300 mK et la dilution est utilisée uniquement pour refroidir les bolomètres à 100 mK. Les bolomètres sont montés par des supports rigides fixés sur l'étage à 300 mK et la puissance apportée reste relativement importante.

Par contre, la durée de la mission est limitée à 20 jours et un débit important est possible: typiquement jusqu'à 40  $\mu\text{mol/s}$  en  $^4\text{He}$ .

Les deux injections sont refroidies à 300 mK par l'utilisation d'échangeurs discrets.

A cause des problèmes intrinsèques liés au processus même de la dilution, le diamètre des tubes qui peut être utilisé doit être inférieur à 0,4 mm. Cette limitation va avoir des influences sur les débits maximum d'utilisation à cause de la viscosité qui devient très importante à basse température.

#### **a) Pré-refroidissement.**

On doit assurer le pré-refroidissement de cette partie du système à partir de 300 K. En principe, le refroidissement se fait par la conduction thermique et le rayonnement, l'utilisation du gaz d'échange dans le vide du calorimètre est interdite (l'amélioration du vide se fait par l'utilisation des graines de charbon qui pompent tous les gaz à partir d'une température inférieure à 20 K).

Le refroidissement passif par radiation thermique étant très long, la nécessité d'un interrupteur thermique<sup>23</sup> s'impose. Nous discutons en annexe, la possibilité de réaliser un interrupteur thermique à très faibles pertes.

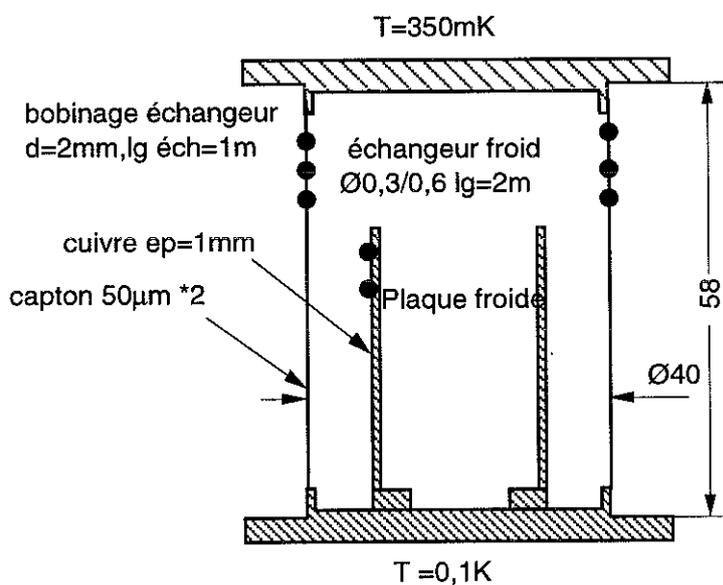
### b) Caractéristiques de la dilution

La partie froide de ce cryostat est présentée schématiquement sur la figure 2b.4

La plaque supérieure ainsi que les injections sont thermalisées sur l'étage à  $T=350$  mK.

A partir de cet étage, l'échangeur est bobiné autour d'un cylindre en capton utilisé comme support pour la plaque froide, où les deux injections se rejoignent pour réaliser le mélange. Le cylindre en capton est constitué de deux couches pour avoir une meilleure rigidité.

Comme surface d'échange pour la récupération de l'enthalpie froide produite, on utilise une longueur de 0,3 m de tube de mélange bobinée autour d'un cylindre en cuivre (représenté à l'intérieur sur la Figure 2.B.4).



**Figure 2b.4** Montage du circuit de dilution sur un étage refroidi à 0,3 K par une pompe à charbon.

### c) Différentes pertes par conduction thermique:

- Conduction thermique due au capton utilisé comme support pour l'échangeur, si on considère qu'il n'est pas thermalisé:

longueur = 50 mm; largeur = 125 mm; épaisseur =  $2 \times 0,05 = 0,1$  mm

intégrale de conduction = 1,3 mW/m

$$Q(T = 0,5 \text{ K et } T = 0 \text{ K}) = 12,5/50 * 1,3 \mu\text{W} = \underline{325 \text{ nW}}$$

En réalité, il y a un échange thermique entre le capton et l'échangeur thermique, les pertes par conduction dans le capton étant inférieures à 300 nW.

- Conduction thermique dans le dilué :

$$l = 1,5 \text{ m, pour } x = 5\%, K = 50 \text{ mW/Km, section } S = 0,067 \text{ mm}^2$$

$$Q = 50 \cdot 10^{-3} \cdot 0,067 \cdot 10^{-6} \cdot 0,3/1,5 = \underline{0,66 \text{ nW}}$$

- Conduction thermique dans l'4He

$$lg = 1,5 \text{ m, } S = 0,067 \text{ mm}^2, K = 400 \text{ mW/K}\cdot\text{m, } dT = 0,3 \text{ K}$$

$$Q = 400 \cdot 10^{-3} \cdot 0,067 \cdot 10^{-6} \cdot 0,3/1,5 = \underline{5,36 \text{ nW}}$$

#### d) Les résultats expérimentaux

1. Un premier essai a été fait en utilisant un interrupteur thermique, sans obtenir de bon résultats, la température de la partie froide étant supérieure à 0,1 K

2. Des essais sans le interrupteur thermique ont donné les résultats représentés dans le graphique suivant:

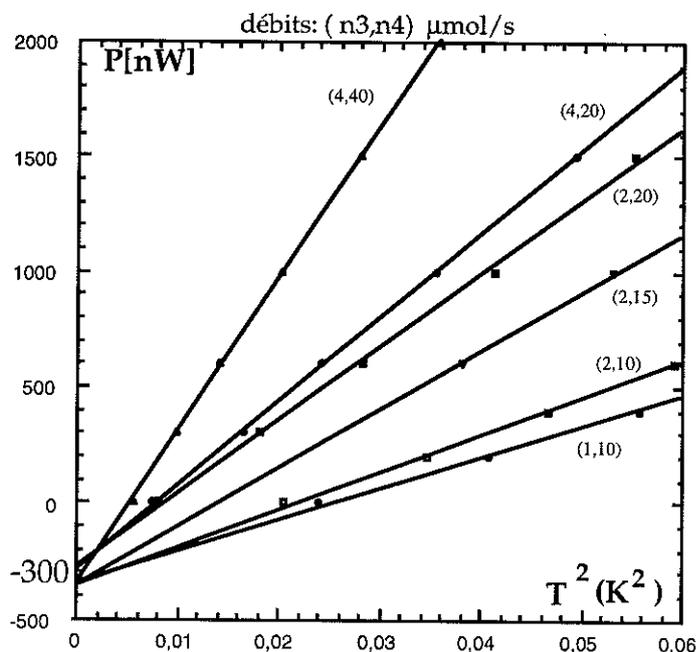


Figure 2b.5 Les performances thermiques du système pour différentes charges thermiques ajoutées sur la plaque froide.

Les courbes présentées dans la figure 2b.5 ont été mesurées avec différentes charges thermiques ( $P$ ) ajoutées sur la plaque froide du cryostat.

La conservation des puissances à ce niveau s'écrit :

$$P = W_{\text{cryostat}} + W_{\text{pertes système}}$$

- Si la charge thermique ajoutée sur la plaque froide est nulle, le système trouve son équilibre quand la puissance de la dilution va compenser les pertes du système.
- Une estimation de la valeur des pertes internes du système peut être obtenue par extrapolation, considérant que la puissance de la dilution est nulle.

Dans le graphique on remarque que pour différents débits on obtient par extrapolation la même valeur des pertes internes au système de dilution, environ 300 nW.

La température en fonction du débit à puissance nulle est :

débit n3 ( $\mu\text{mol/s}$ )	débit n4 ( $\mu\text{mol/s}$ )	Température minime (mK)
1	10	155
2	10	143
2	15	195
2	20	88
4	20	86
4	40	74

### e) Conclusion

Le montage cryogénique que on a réalisé se trouve à l'intérieur d'un étage refroidi à une température de 0,35 K. L'existence d'un étage et des écrans à ce niveau permet d'arrêter tout le rayonnement qui arrive de l'étage 4 K ainsi que l'apport supplémentaire amené par conduction à travers les supports.

Malgré cela, les résultats obtenus dans ces conditions et avec cette géométrie sont moins bons que ceux où la dilution part d'un étage intermédiaire à 1,5 K.

L'explication peut venir du support en captif qui apporte trop de conduction thermique sur la partie froide. Il a été utilisé pour des raisons de rigidité du système.

Par comparaison avec les performances des autres dilutions, on déduit une charge thermique sur la plaque froide de l'ordre de 300 nW.

## II-C Observation du processus de mélange

Dans ce chapitre, je présente les expériences que j'ai faites pour étudier les fluctuations de température qui se produisent au point de mélange de la dilution en cycle ouvert. Une meilleure compréhension permettra d'avoir une image plus claire du procédé de mélange et de contrôler éventuellement ces fluctuations.

### II-C-1 Mesures capacitatives

Les mesures faites jusqu'à présent pour étudier le mélange entre les deux fluides utilisaient une cellule capacitive<sup>24</sup>. L'inconvénient de cette méthode est la nécessité d'avoir localement un volume important, ce qui change les conditions normales de fonctionnement. En même temps le mélange passe entre les deux tubes concentriques ce qui ne permet pas bien de suivre le passage des gouttes (une éventuelle séparation de phase due à la gravitation peut apparaître).

La méthode consiste à mesurer la permittivité du fluide qui passe à travers le condensateur, la permittivité de la phase concentrée et de la phase diluée étant différente. Un étalonnage préalable est réalisé avec de l'<sup>4</sup>He pur et de l'<sup>3</sup>He pur, mais à une température plus chaude que celle de la dilution.

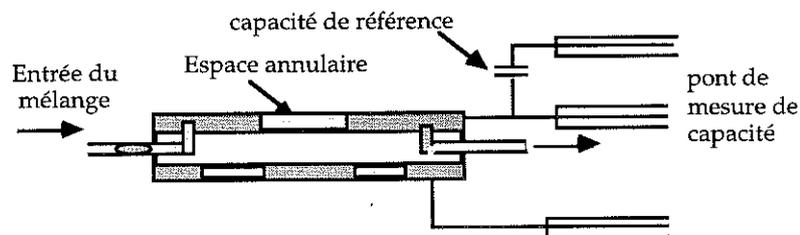


Figure 2c.1 Dispositif de mesure capacitive

Sur l'exemple donné ci-dessus (figure 2c.1), on mesure la permittivité du condensateur utilisant un pont de mesure de capacité. La permittivité du condensateur varie en fonction du fluide qui se trouve entre les armatures du condensateur; la permittivité du mélange dilué est différent de celle du mélange concentré.

Le diamètre de la cellule de mesure est de 1 mm (volume = 10,7 mm<sup>3</sup>). On trouve un signal assez régulier avec une période de passage de 12 secondes pour un débit de 40  $\mu\text{mol}/\text{sec}$  (figure 2c.2).

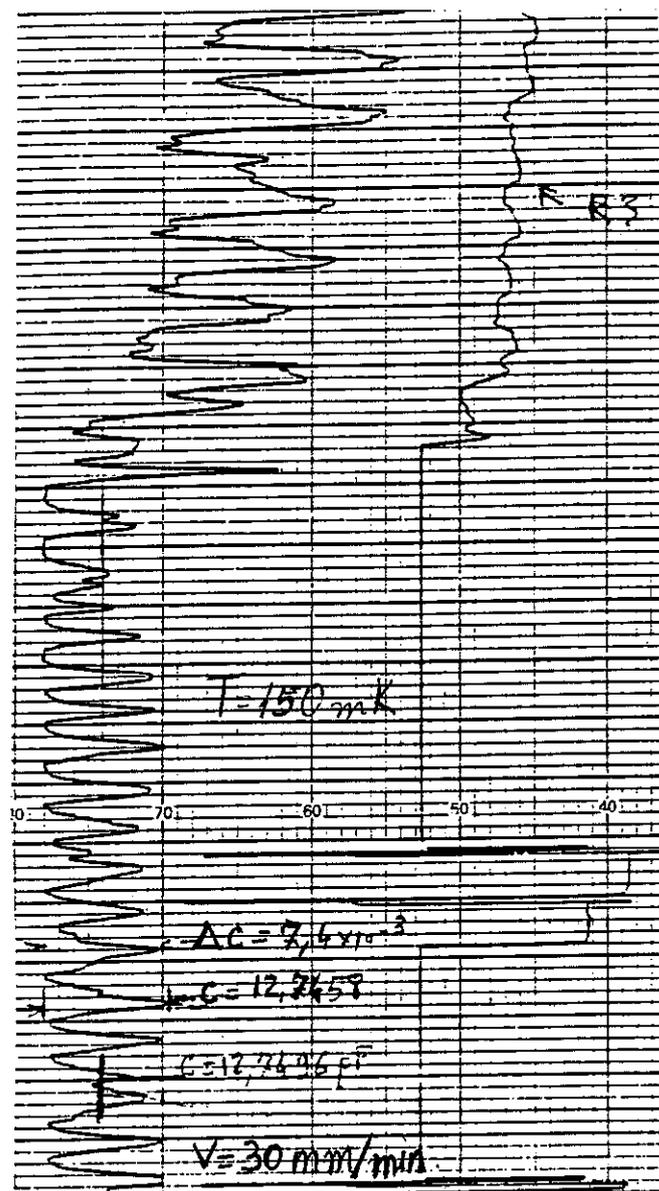


Figure 2c.2 Mesure capacitive: résultats

Dans cette expérience, il est difficile d'estimer l'influence de la gravitation à l'intérieur de la cellule.

Si on considère qu'il n'y a pas de gradient de température entre les deux bouts de la cellule, la diffusion d' $^3\text{He}$  à contre-courant est négligeable. Dans le cas contraire, elle peut influencer beaucoup les mesures.

Pendant le fonctionnement de la dilution en cycle ouvert, une variation de la température au point froid a été observée. Nous avons attribué cette variation au passage successif des gouttes d'hélium concentré ou dilué et on a essayé d'utiliser ce phénomène pour l'étude de mélange des deux isotopes d'hélium.

### II-C-2 Mesures thermiques

Des variations de température au point de mélange des fluides ont été observées à basse température, malgré une circulation continue et constante des deux fluides. Les expériences présentées dans cette section ont pour but de mesurer ces fluctuations en temps, en fonction du débit de circulation. Cette méthode permet aussi de situer l'endroit où elles se produisent et d'étudier leur propagation le long des tubes de sortie. Pour cela, les thermomètres utilisés doivent être très sensibles dans cette gamme de température et avoir un temps de réponse très rapide. Ils sont montés en très bon contact thermique avec l'extérieur du tube qui contient le fluide à étudier. L'avantage de cette méthode est de faire des mesures sans influencer le fonctionnement de la dilution.

La résistance thermique parasite (Kapitza) entre le fluide et la paroi du tube peut atténuer, voire même annuler les fluctuations de température qui se produisent à l'intérieur si elles sont très faibles, mais elle ne modifie pas la période ou la variation de température qui se produit à l'intérieur du tube. On pourrait aussi penser que le fluide diphasique peut se trouver à la même température et les fluctuations que l'on mesure à l'extérieur proviennent d'un échange thermique plus ou moins bon en fonction de la phase (concentrée ou diluée) qui est en contact avec le thermomètre.

Le comportement à faible concentration nous démontre que ces fluctuations sont dues aux phénomènes qui se produisent dans le dilué.

#### **a) Electronique de mesure des variations de température**

Les thermomètres utilisés sont :

1. Des résistances de carbone, à l'origine de 51 Ohm, qui ont été préparées comme présenté dans la section II-A-4.

2. Des capteurs qui sont à la base monocristaux de Silicium dans laquelle sont implantés, utilisant un accélérateur de particule, les atomes de phosphore. Le dopage est optimisé pour l'intervalle de température sur lequel on travaille; il présente un temps de réponse très rapide.

L'électronique utilisée a pour but des mesures de faibles variations de résistance.

Pour cela, j'ai utilisé dans un premier temps une seule détection synchrone qui mesurait la fluctuation d'un seul thermomètre, pour avoir une idée du signal que l'on pouvait détecter par cette méthode.

Ultérieurement, j'ai utilisé une autre électronique fabriquée au laboratoire et composée de deux détections synchrones. Ce système utilise un signal de modulation carré et un potentiomètre sur chaque voie permet la soustraction d'un signal de référence, permettant une plus grande sensibilité pour la mesure des variations de tension.

Toutes les résistances de thermomètres sont montées en 3 fils.

Le schéma électronique du principe de mesure est représenté dans la figure 2c.3. Le même courant passe en continu dans toutes les résistances de mesure, ce qui ne pose pas de problèmes transitoires pendant la commutation pour la mesure des différents thermomètres.

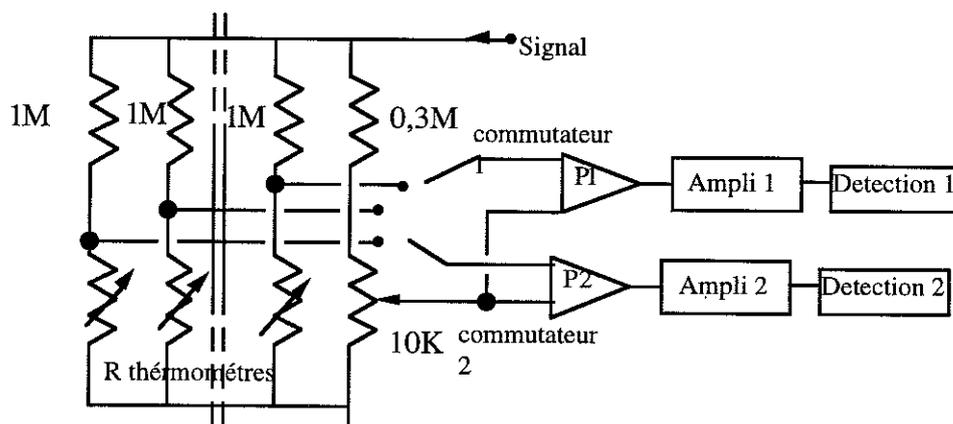


Figure 2c.3 L'électronique de mesure de variation de résistance en trois fils

Avoir deux circuits indépendants de la mesure nous permet de mesurer simultanément les variations de température en deux endroits différents, le long du tube de sortie. On peut aussi voir comment ces variations se transmettent (amplitude et forme) et calculer la vitesse d'écoulement.

Finalement, un autre changement du circuit de mesure a été fait<sup>25</sup> pour mesurer, dans la partie froide, tous les thermomètres en deux fils. L'utilisation d'un transformateur à l'avantage d'annuler les fluctuations qui proviennent du fil de masse commune à tous les thermomètres.

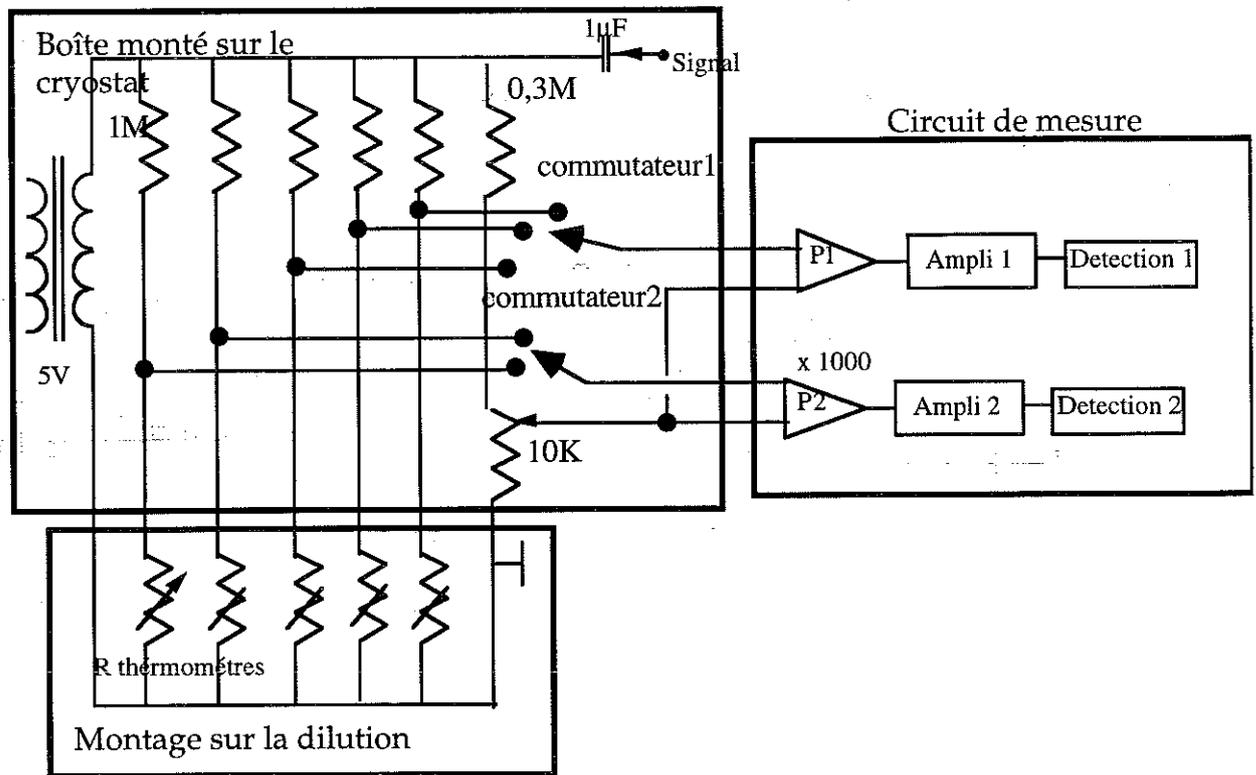


Figure 2c.4 L'électronique de mesure de variation de résistance en deux fils

A partir de  $T < 4$  K, tous les fils de mesure ont été remplacés par du fil supraconducteur; à  $T > 4$  K, on considère qu'il n'y a pas de fluctuations de résistance des fils électriques en temps dues à la température, qui puissent perturber le système. Le schéma est présenté dans la figure 2c.4.

Un diviseur de tension est utilisé sur le signal d'entrée pour choisir l'amplitude du signal de référence.

### Mesure de bruit

Le préamplificateur utilisé dans le boîtier sur la tête du cryostat est un amplificateur INA 101 de chez Analog device.

Des mesures du bruit de l'électronique, pour différentes valeurs du signal à l'entrée: 4,2V; 1,8V; 0,9V; 0,48V; 0,18V, valeurs qui sont représentées dans la figure 2c.5.

Pour un gain de valeur 1000 du préamplificateur et un gain variable de 300, dans ce cas, on voit que le bruit du circuit électronique est inférieur à 10 mV mesurable, ce qui donne une variation inférieure à 33 nV, donc moins de  $10 \text{ nV} / \sqrt{(\text{Hz})}$ .

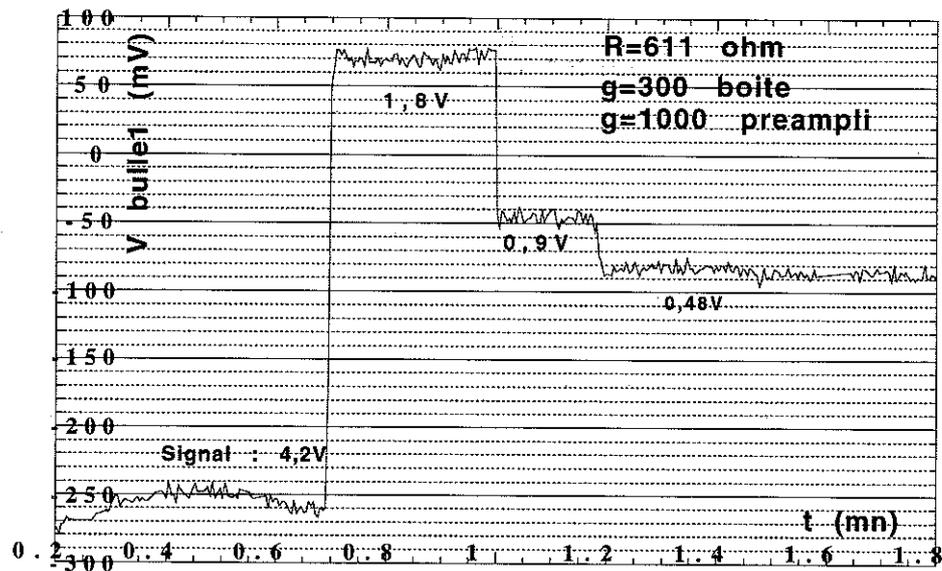


Figure 2c.5 Le bruit de l'électronique de mesure

Les mesures faites ont porté sur deux types de montage cryogénique:

- directement sur la dilution en cycle ouvert
- en utilisant une dilution normale en série avec une dilution en cycle ouvert

### b) Etude sur une dilution en cycle ouvert

Dans un premier temps, les mesures ont été faites directement sur une dilution en cycle ouvert, qui fonctionne à partir d'une température de 1,5 K. Les thermomètres sont montés sur une feuille d'argent comme indiqué au paragraphe II.A.4 et soudés directement sur les capillaires.

#### 1) Montage

Le montage cryogénique et l'emplacement des thermomètres est schématisé dans la figure 2c.6. L'utilisation des échangeurs continus jusqu'au point de mélange est nécessaire pour le bon fonctionnement de la dilution.

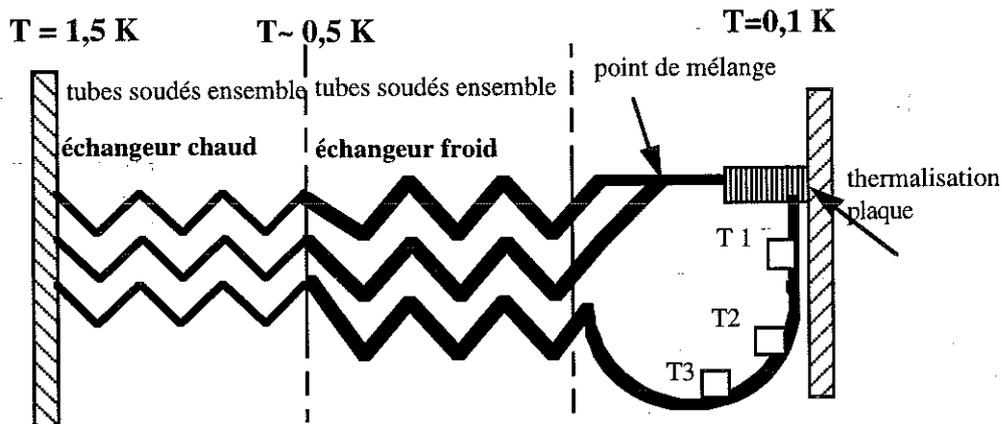


Figure 2c.6 Schéma d'emplacement des thermomètres

A la sortie de l'échangeur froid de thermalisation de la plaque froide, le capillaire de mélange dilué est isolé sur une certaine longueur avant de rejoindre l'échangeur continu. Sur cette partie sont fixés les thermomètres, à une certaine distance l'un de l'autre.

Nous présentons d'abord une étude qualitative des variations de température en fonction du temps, en un point précis du tube de mélange pour différents débits.

Les résultats obtenus sont les suivants:

## 2) La variation locale de température

Une mesure de ces variations de température pour un débit  $\dot{n}_3 = 1 \mu\text{mol/s}$  et  $\dot{n}_4 = 4 \mu\text{mol/s}$  est présentée dans la figure 2c.7.

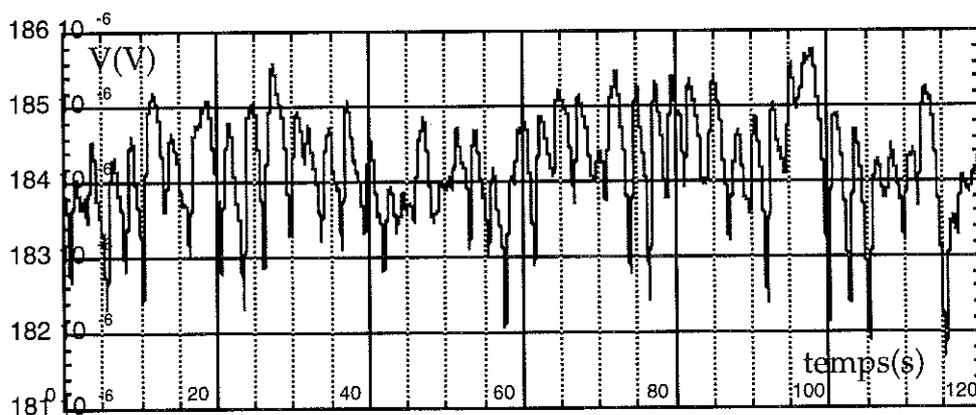


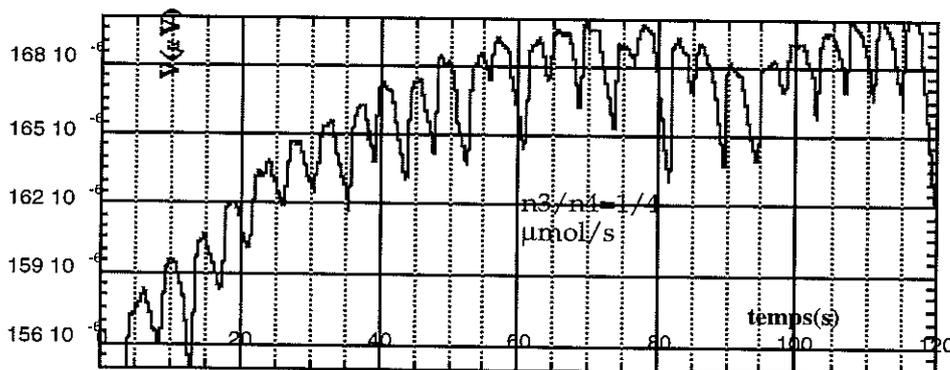
Figure 2c.7 Fluctuations de température pour un débit  $\dot{n}_3 = 1 \mu\text{mol/s}$  et  $\dot{n}_4 = 4 \mu\text{mol/s}$

A remarquer :

- l'amplitude du signal qui n'est pas constante en temps
- une période courte de fluctuation , entre 3 et 4 secondes
- une dérive éventuelle en température avec une période aléatoire.

Pendant le régime transitoire de refroidissement, on remarque une variation de la température plus régulière, avec une amplitude du signal égale en moyenne et une période de l'ordre de 4 sec. ( figure 2c.8)

Dans ce cas, le gradient de température le long du mélange diphasique est plus accentué.



**Figure 2c.8** Variation de température en régime transitoire pour un débit  $\dot{n}_3=1 \mu\text{mol/s}$  et  $\dot{n}_4=4 \mu\text{mol/s}$

Pour être sûr d'avoir un régime stationnaire, des mesures avec le même débit de circulation ont été faites pendant un temps assez long. Les résultats obtenus sont semblables à ceux de la figure 2c.7.

Le débit total est de  $5 \mu\text{mol/sec}$ , soit  $150 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^3/\text{s}$ .

Avec un diamètre de  $0.2\text{mm}$ , on obtient une vitesse de  $4,8 \text{ mm/s}$ . La période de 4 secondes nous donne une longueur de bulles (dilué+concentré) de  $19 \text{ mm}$  et un volume de bulle de  $0,6 \text{ mm}^3$ . Ce volume semble raisonnable, compte tenu des dimensions de la jonction au point de mélange des deux injections.

### 3) La variation de température en fonction du débit

Si le débit de circulation pour la dilution augmente, la température de l'étage froid peut changer. En même temps, la longueur des gouttes de concentré et dilué va se modifier.

On étudie la variation de la période de fluctuation de température en fonction du débit.

Pour un débit d' $^3\text{He}$  = 2  $\mu\text{mol/s}$  et de l' $^4\text{He}$  = 6  $\mu\text{mol/s}$  (concentration  $x=25\%$ ), le signal observé est plus régulier et la période d'oscillation est de l'ordre de 2.5 secondes.

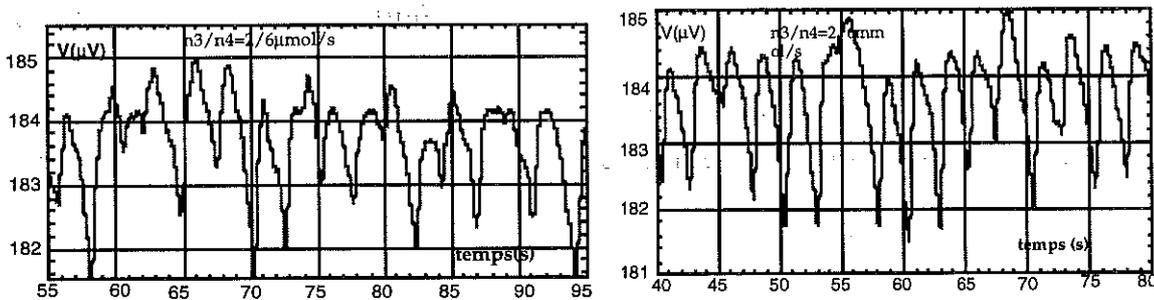


Figure 2c.9 La variation de température pour un débit  $\dot{n}_3=2 \mu\text{mol/s}$  et  $\dot{n}_4=6 \mu\text{mol/s}$ ;

La vitesse est maintenant de 7,7 mm/sec et la taille de bulle calculée est de 19,2 mm.

Dans ce cas, l'augmentation du débit ne change rien à la taille des gouttes, le déplacement se fait juste à une vitesse plus importante. On peut supposer que c'est le volume de la jonction où le mélange se fait qui impose la longueur des gouttes.

Ensuite, on maintient constant le débit d' $^3\text{He}$  à 2  $\mu\text{mol/s}$  et on augmente le débit d' $^4\text{He}$  à 8  $\mu\text{mol/s}$ . La quantité d' $^3\text{He}$  dilué au point froid va augmenter, ce qui contribue à l'augmentation de la puissance de refroidissement du mélange.

Il peut modifier aussi la longueur des gouttes: les gouttes de dilué sont plus longues que dans le cas précédent et celles du concentré plus courtes. Si on compare au cas où les débits ont été injectés en même proportion, la seule différence est la quantité plus importante de mélange dilué et concentré qui doit passer par le volume de la jonction.

Des variations de température enregistrées dans ces conditions sont présentées dans la figure 2c.10.

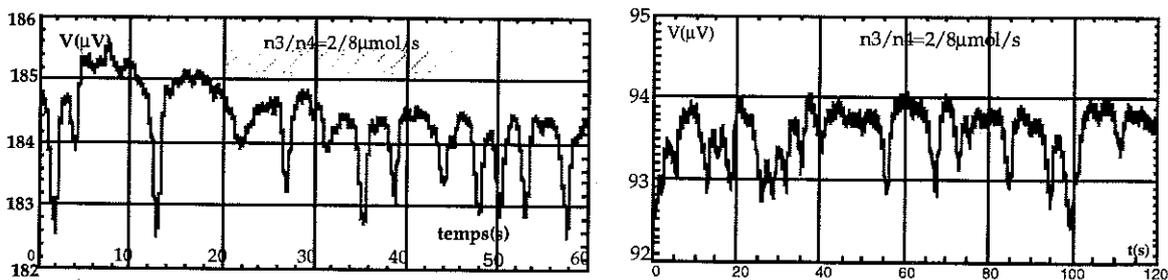


Figure 2c.10 La variation de température pour un débit  $\dot{n}_3=2 \mu\text{mol/s}$  et  $\dot{n}_4=8 \mu\text{mol/s}$ . La période varie de 5 à 10 secondes (concentration d' $^3\text{He}=20\%$ )

On distingue une période qui n'est pas très stable; elle fluctue de 5 à 10 secondes. Cette période est plus importante que celle mesurée dans les deux cas précédent. On remarque de façon indirecte que la longueur des gouttes joue un rôle dans les fluctuations de température.

La variation de la période dépend :

- de la concentration d' $^3\text{He}$
- du débit des fluides injectés et donc de la vitesse de mélange

L'amplitude du signal mesuré en tension est plus faible pour les débits plus importants. En même temps, le débit utilisé impose la température du point froid et il ne peut pas être contrôlé dans cette configuration de montage.

Les mesures de variation de température en fonction du débit ne sont pas faites à la même température, celle-ci étant imposée par les débits utilisés. La résistance des thermomètres varie de façon non linéaire avec la température et leurs fluctuations à différent température sont différentes; la variation est plus importante à des températures plus basses.

Dans ce cas, on ne peut pas conclure sur les valeurs des amplitudes du signal.

Pour le même débit et des pressions d'injection plus importantes, la forme du signal enregistré diffère de celle montrée plus haut (figure 2c.11). Dans ce cas, les conditions de fonctionnement de la dilution sont différentes. La pression sur les deux injections commence à devenir plus importante ce qui signifie le début d'un bouchage sur le tube de sortie.

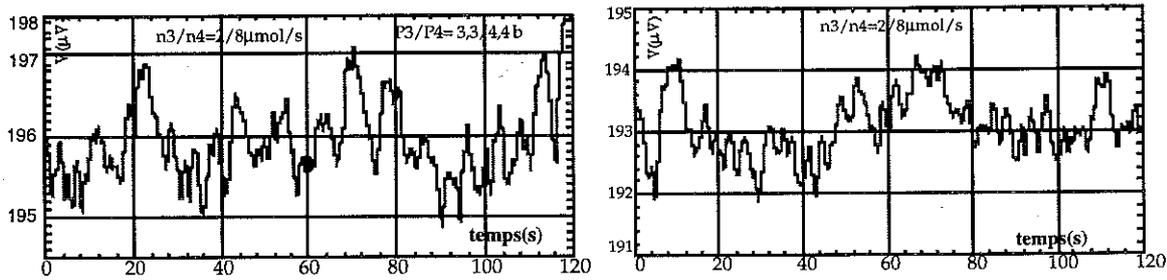


Figure 2c.11 Variation de température pour un débit  $\dot{n}_3=2 \mu\text{mol/s}$  et  $\dot{n}_4=8 \mu\text{mol/s}$  à pression élevée.

#### Conclusion:

La variation de température est enregistrée dans un point fixe sur le tube de sortie. Le mélange diphasique se déplace à l'intérieur avec une certaine vitesse. Dans tous les cas, nous avons mesuré une variation de température.

Cette variation est régulière à faible débit, mais elle devient moins régulière à des débits plus importants. Nous avons observé aussi que la période de fluctuation est liée au débit utilisé et pour différentes vitesses d'écoulement imposées par le débit et le diamètre des tubes, on retrouve la même longueur des gouttes. Les choses se compliquent à des débits plus importants.

#### 4) La variation de température le long du tube de sortie

Les variations de température le long du tube de sortie peuvent donner des informations supplémentaires sur la propagation de la perturbation et même sur la vitesse d'écoulement. Nous avons mesuré simultanément la température le long du tube de sortie en deux endroits précis. Les variations sont enregistrées par une table de traçage:

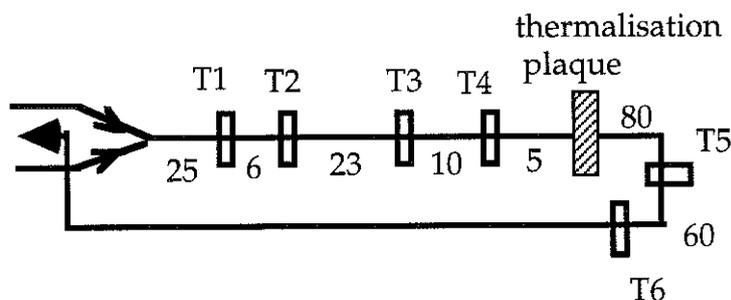


Figure 2c.12 Emplacement des thermomètres.

Pour un débit de circulation de  $\dot{n}_3=2,3 \mu\text{mol/s}$  et  $\dot{n}_4=12 \mu\text{mol/s}$ , la vitesse que l'on calcule à partir des débits volumiques de circulation est de  $13,7 \text{ mm/s}$ .

Les mesures de décalage en temps pour les thermomètres suivants donnent:

	T <sub>1</sub> -T <sub>2</sub>	T <sub>2</sub> -T <sub>4</sub>	T <sub>3</sub> -T <sub>6</sub>
décalage temps	environ à 1 sec	7,2 secondes	78 secondes
distance	6 mm	33 mm	155 mm

Les courbes présentées sont réduites de 50%. La vitesse d'enregistrement est de 1,66 mm/seconde. Le décalage dû à la table d'enregistrement est de 6 mm entre les courbes.

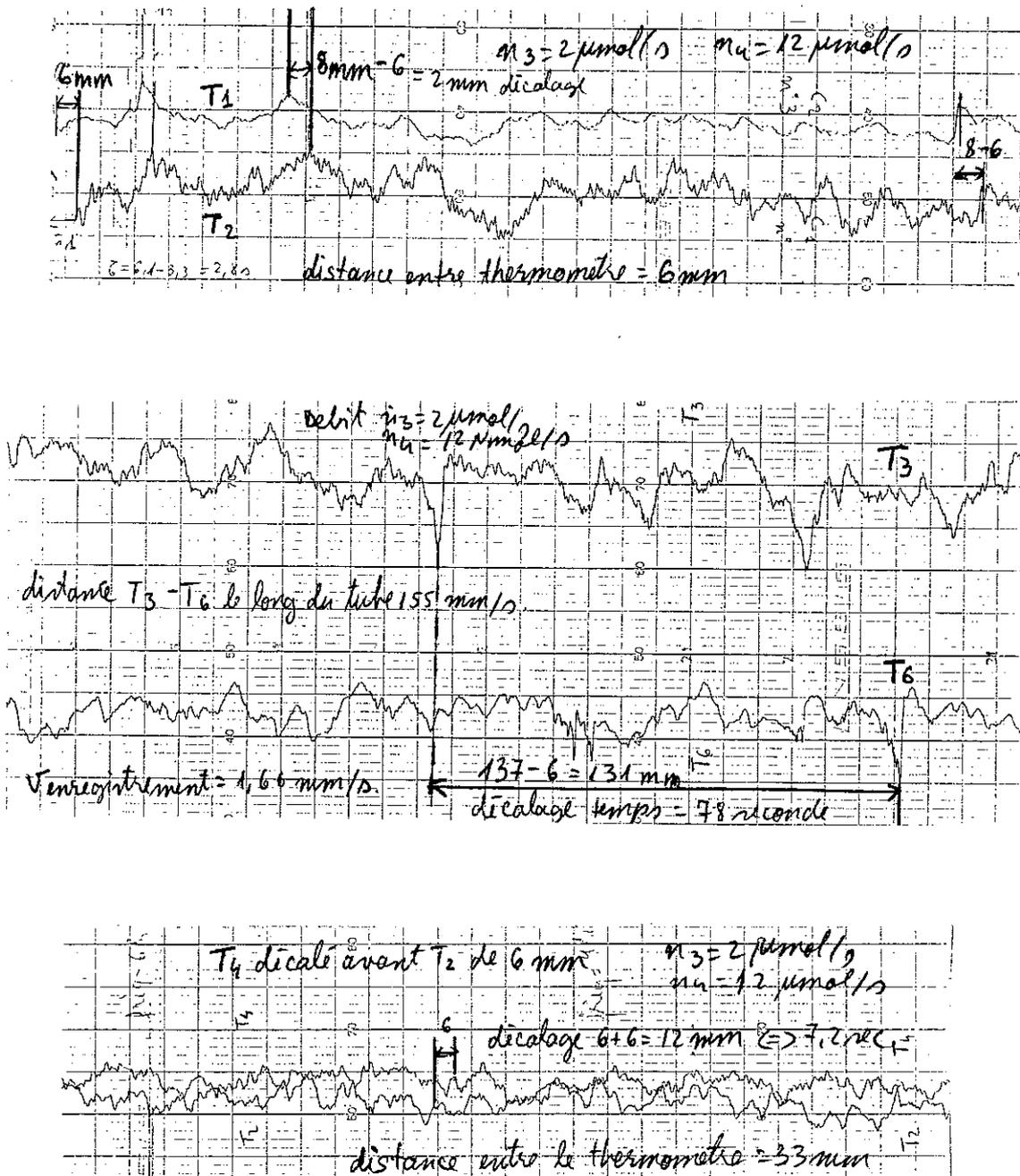


Figure 2c.13 Variation de température pour un débit  $\dot{n}_3=2,3 \mu\text{mol/s}$  et  $\dot{n}_4=12 \mu\text{mol/s}$

**Conclusion:**

Les fluctuations de température obtenues dans la partie de mélange vont se propager le long du tube de mélange, jusqu'à l'échangeur continu et aussi le long de celui-ci. Les fluides d'injection, qui sont bien thermalisés sur ce tube de sortie, vont avoir, à leur tour, des fluctuations de température avant de se mélanger. (La superposition des deux phénomènes peut produire des perturbations qui seront difficiles à étudier).

Si le procédé de mélange introduit des fluctuations de température et si en plus le mélange des deux fluides se fait à une température qui n'est pas stable, la forme des fluctuations que l'on observe est difficile à étudier.

Cette méthode de mesure ne perturbe pas le procédé de mélange ou le refroidissement, mais elle est trop sensible à d'autres facteurs qui interviennent : température de mélange, éventuelle diffusion à contre-courant d' $^3\text{He}$ , qui n'est pas contrôlable. Pour une meilleure étude, le contrôle de la température des fluides d'injection s'impose. Ce cas est présenté dans le paragraphe suivant.

**c) Etude directe du mélange****1) Mélange direct des deux fluides en équilibre**

L'utilisation des échangeurs continus est absolument nécessaire pour le bon fonctionnement de la dilution, mais, en même temps, elle perturbe les fluctuations de température produites par le mélange.

Pour s'affranchir de l'utilisation des échangeurs et pour pouvoir contrôler et garder stable la température des fluides d'injection avant de les mélanger, on utilise un deuxième cryostat à dilution, en série avec la dilution en cycle ouvert.

Sur la boîte à mélange d'un cryostat à dilution classique, on thermalise les trois capillaires du circuit de dilution en cycle ouvert à la même température  $T$  et à la même distance par rapport à la boîte à mélange (garder la même distance n'est pas vraiment nécessaire). Le schéma de l'expérience (figure 2c.13) est le suivant:

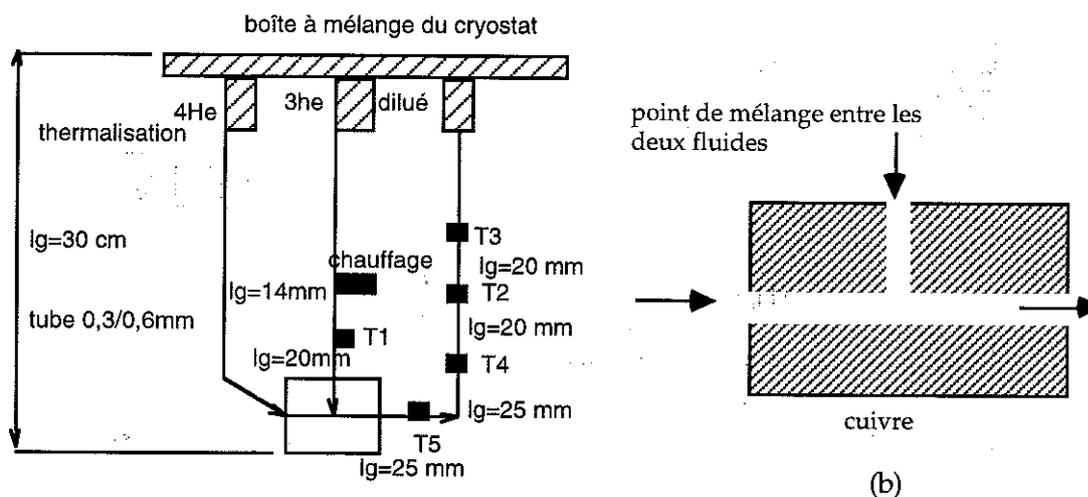


Figure 2c.14 Schéma du montage de thermomètre(a); du point de mélange (b).

Une autre caractéristique du montage est la réalisation d'un point de mélange avec une géométrie où le mélange se réalise pratiquement de la même façon que celui étudié en théorie, l' $^3\text{He}$  rencontre l' $^4\text{He}$  sous un angle de  $90^\circ$ .

Dans le cas précédent, le volume restant à l'endroit où les trois tubes sont soudés ensemble permet une accumulation non contrôlée des phases concentrée et diluée. Cette accumulation peut influencer la sortie des deux phases, donc la périodicité de passage des gouttes. Pour éliminer cette influence, le point de mélange entre les deux fluides a été réalisé comme dans la figure 2c.13b). A partir d'une petite pièce en cuivre, on réalise le circuit de mélange par perçage à un diamètre de circulation qui est de 0,3 mm. De cette façon, les deux flux de fluides se rencontrent perpendiculairement, comme dans le cas théorique que l'on a étudié, sans volume d'accumulation d'une des phases, avant de sortir le long du tube de mélange.

La vitesse d'écoulement de l' $^3\text{He}$  et de l' $^4\text{He}$  peut influencer aussi la formation des gouttes du mélange di-phasique ainsi que leur taille, mais le système va toujours arriver dans un état stationnaire où la surface de séparation de phase se trouve proche du point de mélange.

Deux études sont importantes à réaliser:

- a) Mélange sur la courbe de séparation de phase
- b) Mélange en excès d' $^3\text{He}$

- La variation de température le long du tube de sortie

Pour mesurer en temps réel la variation de température en deux endroits différents, on utilise une électronique qui présente deux voies de mesure et qui a été décrite plus haut.

Ces mesures peuvent être groupées en deux parties, en fonction de la quantité d' $^3\text{He}$  injecté.

a)  $^3\text{He}$  est injecté dans une quantité où il se dissout complètement

On mesure la variation de température avec la résistance qui est la plus proche du point de mélange (trait continu). Un deuxième thermomètre, plus loin sur le même tube de mélange, mesure les fluctuations qu'il reçoit.

On remarque un suivi avec un certain retard qui n'est pas constant, ce qui implique à certains moments une superposition des fluctuations ( figure 2c.14).

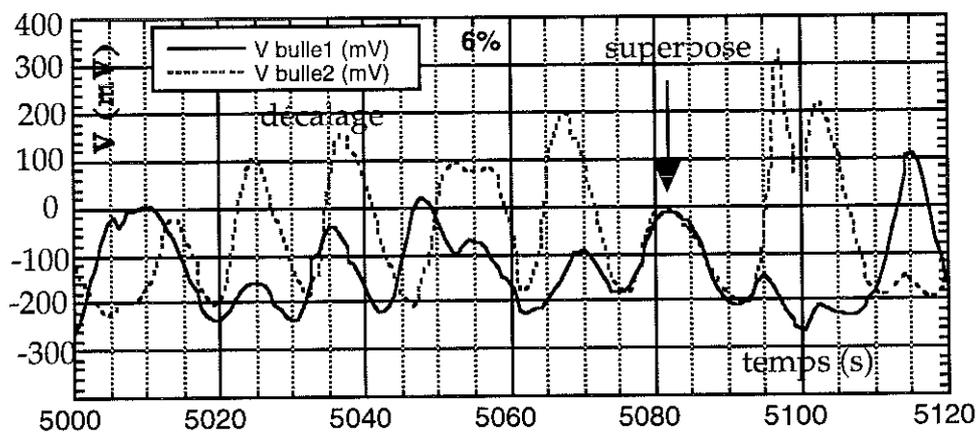


Figure 2c.15 Variation de la température pour un mélange réalisé sur la courbe de séparation de phase

Le premier thermomètre enregistre des variations de température avec une période difficile à définir.

Le deuxième thermomètre suit ces fluctuations, avec un certain retard imposé par la distance à laquelle il se trouve et par la vitesse de propagation de cette variation de température.

On remarque que ce retard initial n'est pas constant en temps; à partir d'une décalage maximal, il diminue jusqu'à l'annulation.

### Conclusion

Dans le cas d'un mélange monophasique, les phénomènes qui peuvent expliquer ce comportement sont la diffusion à contre-courant des atomes d' $^3\text{He}$  à l'intérieur du mélange dilué ainsi que l'existence d'une surface de séparation de phase qui bouge le long du tube de sortie.

#### b) $^3\text{He}$ est injecté en excès et il forme un mélange diphasique

La fluctuation du signal se transmet avec un retard qui est fonction du débit injecté. Pour un débit  $\dot{n}_3 = 1 \mu\text{mol/s}$  et  $\dot{n}_4 = 10 \mu\text{mol/s}$ , il y a un décalage en temps qui n'est pas constant; il fluctue entre 3 et 12 secondes (figure 2c.16) pour un pourcentage d' $^3\text{He}$  de 9 % et un débit global de  $11 \mu\text{mol/sec}$ . Dans ce cas, la longueur des gouttes d' $^3\text{He}$  est encore trop petite et des perturbations dans le tube de dilué se produisent.

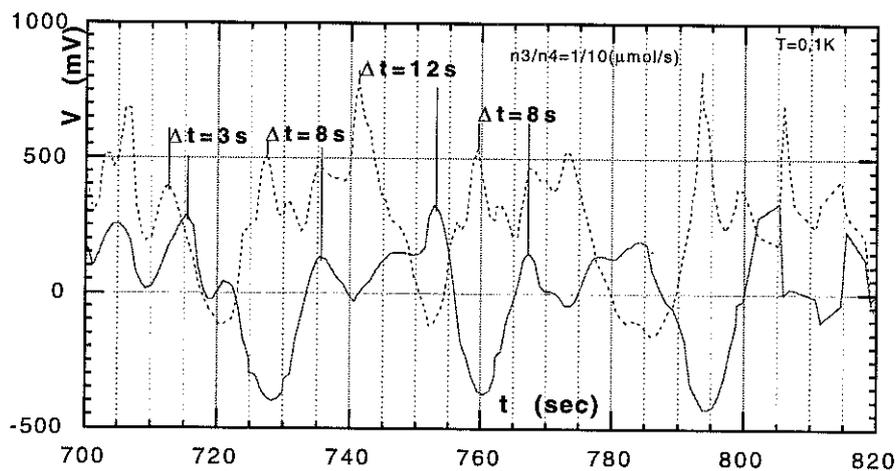


Figure 2c.16 Propagation de la température pour un pourcentage de 9% d' $^3\text{He}$

Pour des pourcentages plus importants, le retard devient plus stable (figure 2c.17). Dans ce cas, le débit total est de  $5 \mu\text{mol/sec}$ . La distance entre les deux thermomètres est d'environ 45 mm et on observe un décalage moyen en temps de 8 secondes. La vitesse de déplacement des gouttes déduit est  $v = 5,6 \text{ mm/s}$ .

Etant donné que le thermomètre  $T_5$  est monté sur le tube d'injection de  $^3\text{He}$  avant la jonction, les informations que l'on obtient ne permettent pas de calculer la vraie vitesse le long du tube de dilué.

Dans ce cas, la surface de séparation se trouve entre les deux thermomètres et le temps qu'elle met pour se transmettre le long du tube de  $^3\text{He}$  à contre-courant du flux d'injection est difficile à estimer. Ce phénomène peut expliquer la différence entre la vitesse calculée qui est de  $4,8 \text{ mm/s}$  et celle mesurée qui est de  $5,6 \text{ mm/s}$ .

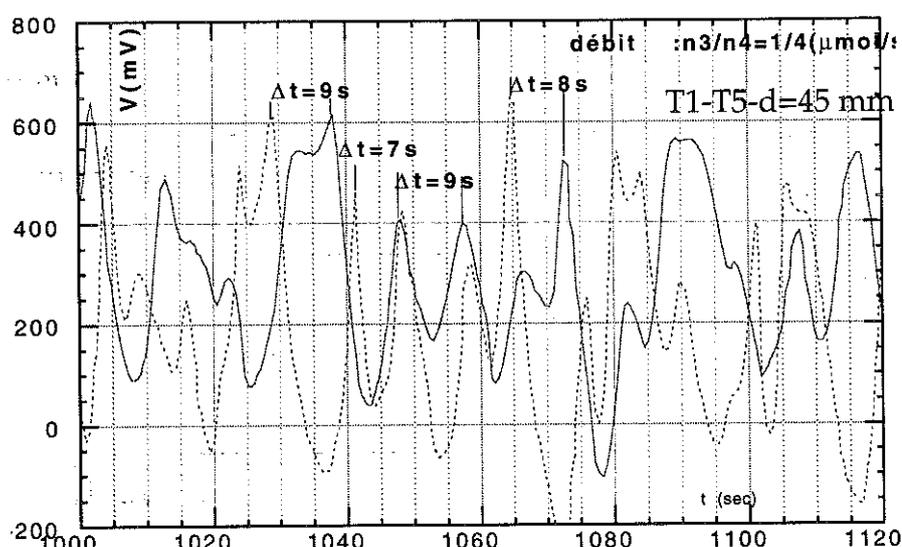


Figure 2c.17 Propagation de la température pour un pourcentage de 20% d' $^3\text{He}$

Pour des thermomètres plus éloignés, pour  $T_1$  et  $T_4$ , la distance est de 70 à 75 mm, et le déphasage en temps est plus important, ce qui montre bien que la fluctuation de température se transmet du point de jonction vers la sortie. Pour un décalage :

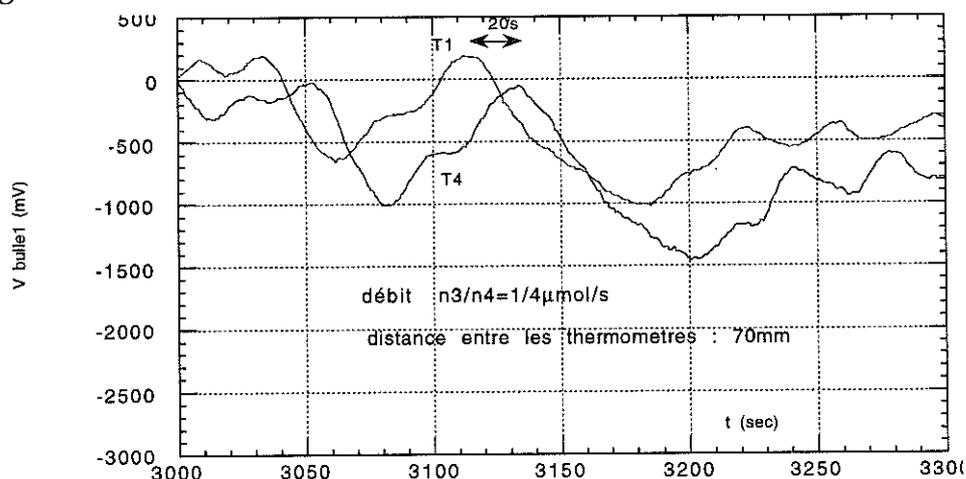


Figure 2c.18 Propagation de la température

Une autre différence entre les deux cas est l'emplacement des thermomètres. Dans la figure 2c.17,  $T_5$  se trouve sur le tube de  $^3\text{He}$  avant la jonction, alors que dans la figure 2c.18 les deux thermomètres sont sur le tube à mélange.

La vitesse de déplacement que l'on mesure dans les deux cas est différente de celle calculée à partir des débits volumiques injectés.

Pour la même concentration de 20 % mais un débit total plus important de  $10 \mu\text{mol}/\text{sec}$ , les fluctuations deviennent plus régulières avec une période plus courte (figure 2c.19).

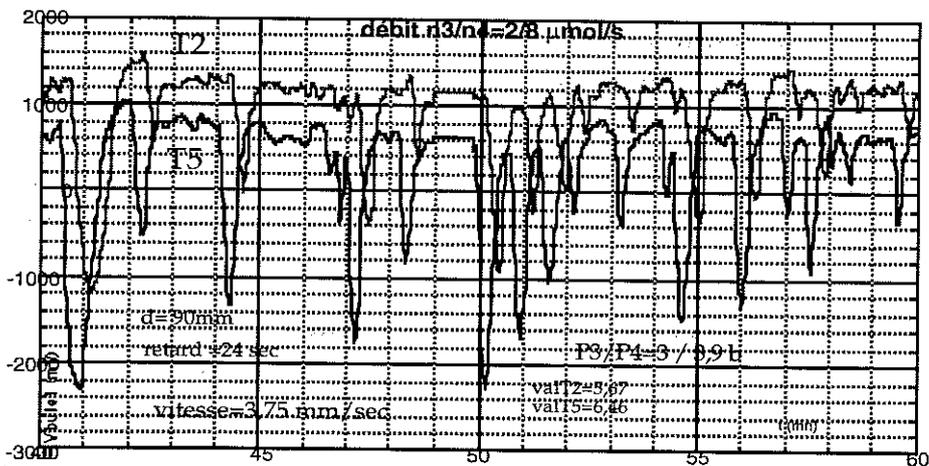
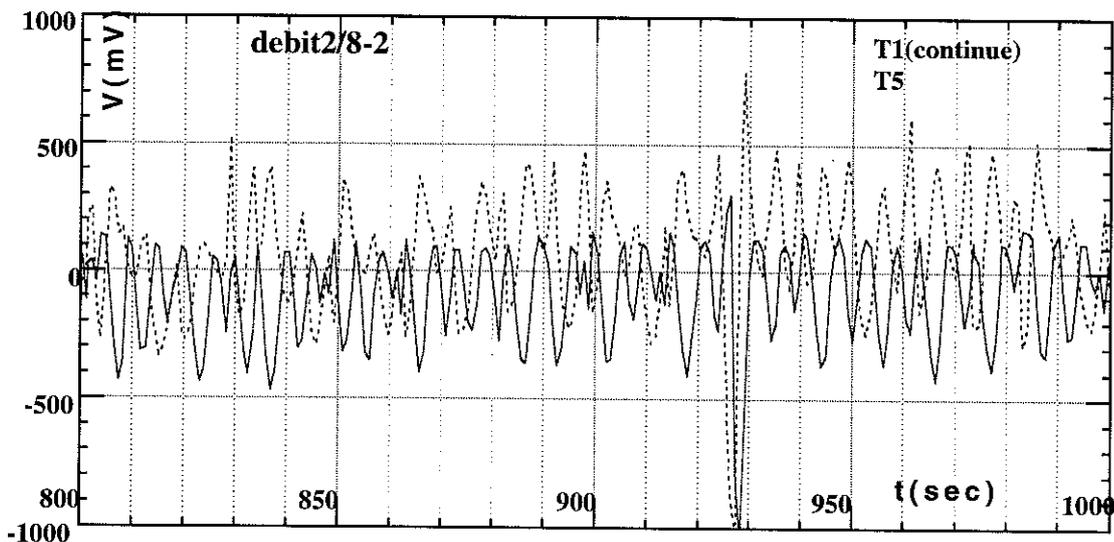


Figure 2c.19 Propagation de la température

Avec les mesures des thermomètres  $T_2$  et  $T_5$ , on conclut que la variation est détectée en premier par  $T_5$  et après par  $T_2$ . L'écart en temps est de 24 secondes et la distance qui les sépare est de 90 mm. La vitesse obtenue est de 3,75 mm/s.

Des phénomènes parasite peuvent apparaître et perturber les mesures, comme



Fi

Figure 2c.20 La propagation de la variation de température le long du tube à mélange

On agrandit localement les fluctuations. On voit une période de variation du signal en temps de 5 à 6 secondes, et un retard entre  $T_1$  et  $T_5$  de 1 seconde à 2 secondes. La distance qui sépare les deux thermomètres est de 45 mm environ, ce qui donne une vitesse  $v=45$  mm/s pour un décalage de 1 seconde.

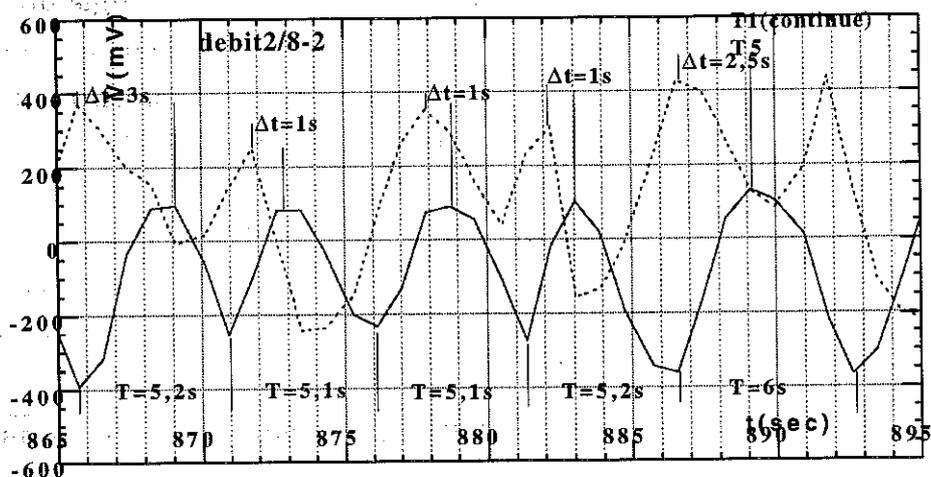


Figure 2c.21 Agrandissement de la figure 2c.20

Ces fluctuations peuvent être provoquées par des oscillations Taconis à l'intérieur du tube.

On conclue que la vitesse d'écoulement en fonction du débit utilisé ne peut pas être calculée tant que les fluctuations se transmettent avec un retard variable ( $x < 9\%$ ).

Pour des concentrations plus importantes on remarque une propagation de la fluctuation de température entre deux thermomètres, espacés sur une distance  $d$ . Le retard en temps, dû à la propagation des gouttes, donne des informations sur la vitesse d'écoulement du fluide.

#### Comparaison entre les calculs et les résultats expérimentaux:

Les débits d'injection utilisés, imposent une vitesse d'écoulement. La vitesse calculée en fonction des débits est :

	$n_4=5$ ( $\mu\text{mol/s}$ )	$n_4=8$ ( $\mu\text{mol/s}$ )	$n_4=10$ ( $\mu\text{mol/s}$ )
vitesse du dilué	4,8 mm/sec	7,7 mm/s	9,6 mm/s

	$n_3=0,5$ $\mu\text{mol/s}$	$n_4=1$ $\mu\text{mol/s}$	$n_4=1,5$ $\mu\text{mol/s}$	$n_4=2$ $\mu\text{mol/s}$
vitesse $^3\text{He}$	0,25 mm/s	0,5 mm/s	0,75 mm/s	1 mm/s

### Conclusion:

La vitesse d'écoulement des fluides est fonction des débits injectés et elle est de l'ordre de quelques millimètres par seconde.

Des perturbations peuvent apparaître à cause des Taconis, mais la vitesse dans ce cas est nettement supérieure à celle de la température.

### 3) Mesures avec une superfuite

Un autre montage cryogénique intéressant est l'utilisation d'une superfuite sur l'injection de  $^4\text{He}$ , ce qui va empêcher la diffusion à contre-courant de  $^3\text{He}$ .

Le montage à basse température est représenté dans la figure 2c.22.

Les thermomètres de mesure sont montés:

- T1 est sur la superfuite
- T5 sur l'injection de  $^3\text{He}$
- T2, T3, T4 le long du tube de mélange

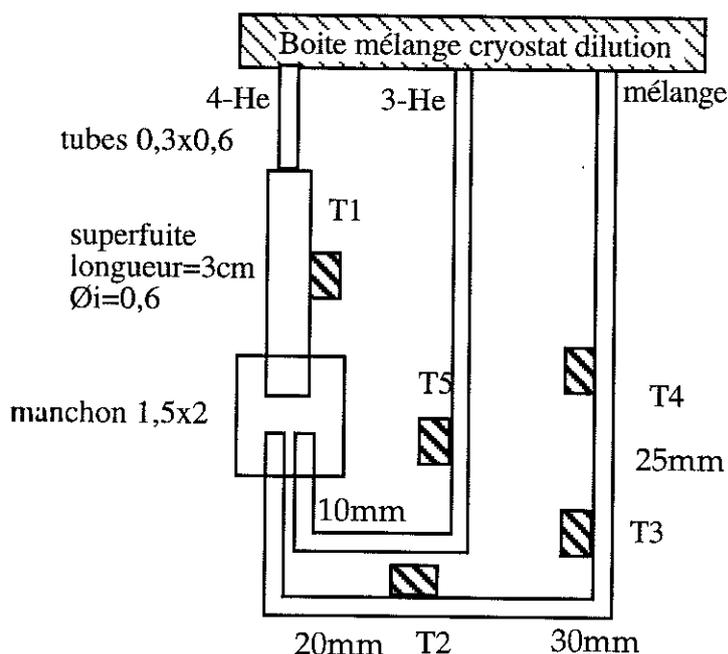


Figure 2c.22 Montage utilisant une superfuite

L'électronique de mesure est celle décrite dans la figure 2c.4.

Pour un débit de  $2 \mu\text{mol/s}$  d' $^3\text{He}$  et  $8 \mu\text{mol/s}$  d' $^4\text{He}$ , la variation de température le long du tube de mélange est présentée dans la figure 2c.23. La fluctuation apparaît en premier sur le thermomètre 2, le plus près du point de mélange, et elle se

transmet avec un retard maximum de 10 secondes environ, pas toujours le même. La distance entre les thermomètres est de 55 mm, d'où la vitesse  $v=5,5$  mm/s. Un agrandissement, figure 2c.23, montre un retard plus régulier de 3,5 secondes environ, ce qui revient à une vitesse de 15 mm/s. Cette valeur ne correspond pas à la valeur que l'on attend.

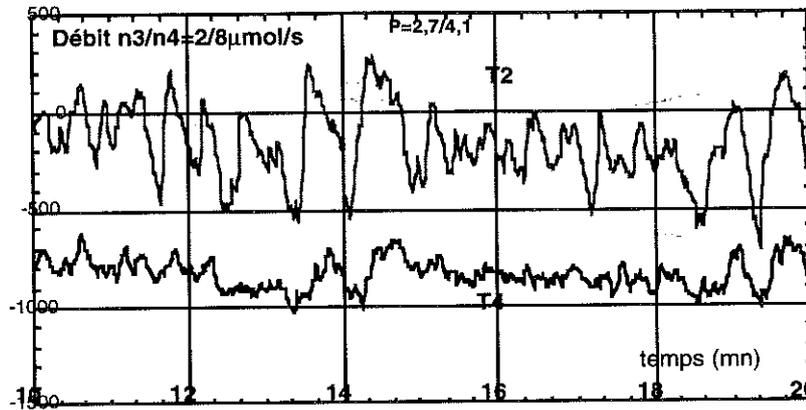


Figure 2c.23 La variation de température pour un débit  $\dot{n}_3=2$   $\mu\text{mol/s}$  et  $\dot{n}_4=10$   $\mu\text{mol/s}$ , avec une superfuite

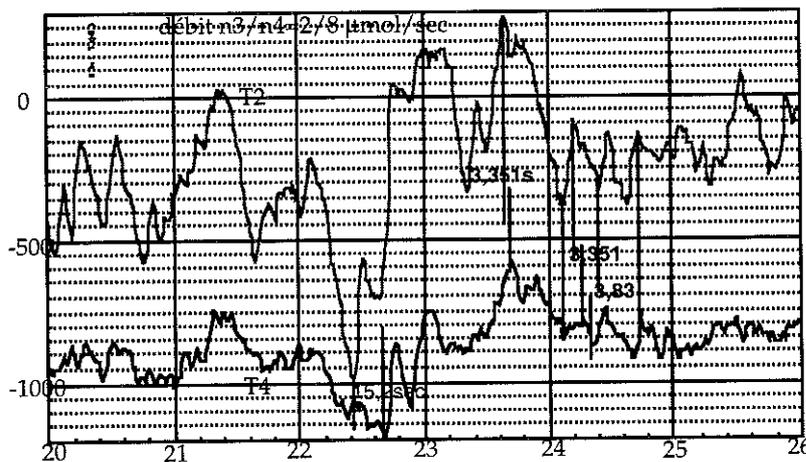


Figure 2c.24 Agrandissement du graphique 2c.23

La distance entre les deux thermomètres T2 et T4 est de 55 mm environ. Si le retard de la transmission de la température en temps est de 3,3 secondes, la vitesse de déplacement est de 16 mm/s, pour un débit de 10  $\mu\text{mol/s}$  au total. La vitesse calculé en fonction des débits volumiques de circulation des fluides est de  $v=9,6$  mm/s

**Remarque:**

- les fluctuations se transmettent de la boîte à mélange vers la sortie,

- l'amplitude du signal enregistré à cette température a été étalonnée :

- pour T<sub>4</sub>, une fluctuation de 1,4 V →  $\Delta T = 0,3$  mK
- pour T<sub>2</sub>, une fluctuation de 0,88V →  $\Delta T = 3$  mK

Dans le graphique, T<sub>4</sub> a une fluctuation maximale = 0,7 V, ce qui correspond à une variation en température  $\Delta T = 0,15$  mK; pour T<sub>2</sub> la fluctuation maximal est de 0,3 V, ce qui correspond à  $\Delta T = 1$  mK. Le thermomètre T<sub>2</sub> étant plus près du point de mélange, les petites fluctuations sont plus importantes.

- On ne distingue pas de périodes régulières

- On se pose la question de savoir si il y a une superposition des deux signaux.

- Cette variation peut être aussi le résultat d'une fluctuation de débit ou de pression qui produit une variation de la quantité diluée, ou un effet dû au film superfluide.

Dans le graphique suivant, nous avons une variation de la température sur le tube d'<sup>3</sup>He, 1 cm avant la boîte à mélange (T<sub>1</sub>), ainsi que celle du tube de dilué, 7,5 cm après la boîte à mélange (T<sub>4</sub>).

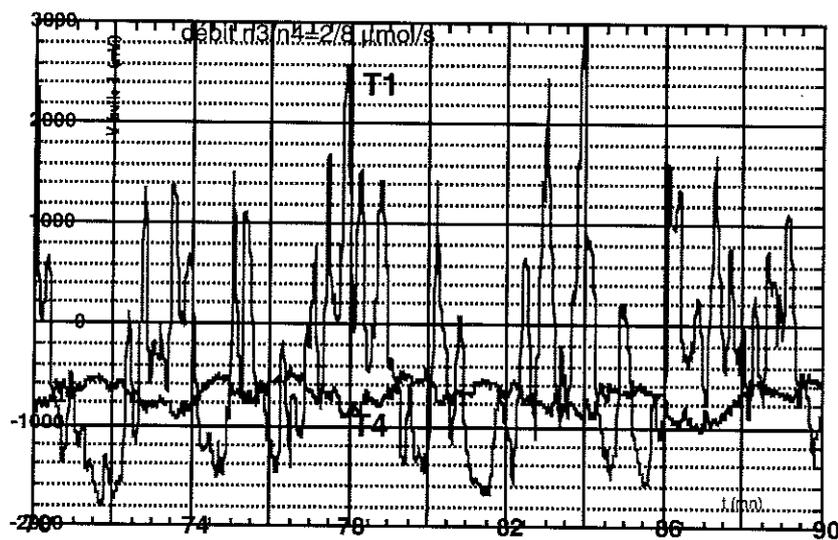


Figure 2c.25 Variation de la température sur le tube d'<sup>3</sup>He et sur le tube de mélange

On observe que les fluctuations de température sur le tube d'<sup>3</sup>He sont plus importantes que celles sur le tube de mélange. On ne peut pas établir un retard entre les deux températures.

Pour toutes les autres mesures effectuées à différents débits, des Taconis ont commencé à se produire, ce qui a détérioré les mesures.

### Conclusion

L'utilisation d'une superfuite ne perturbe pas le fonctionnement de la dilution en cycle ouvert.

On remarque une fluctuation de la température importante le long du tube d'injection de l<sup>3</sup>He.

Le long du tube de sortie, les fluctuations de température restent et elles diminuent au fur et à mesure que l'on s'éloigne du point de mélange.

Cette méthode de mesurer de la variation de température le long du tube de mélange, pour déterminer l'origine de la fluctuation, ne donne pas suffisamment d'informations; la moindre apparition des deux phénomènes simultanément modifie le signal et leur séparation est difficile à réaliser.

En même temps la résistance, de Kapitza de l<sup>3</sup>He est 3 fois plus importante que celle de l<sup>4</sup>He à la même température. Pour avoir le même effet, dû au contact entre les fluides et les thermomètres il faut avoir un rapport entre la longueur des gouttes de dilué et celle des gouttes concentré d'un facteur 3, ce qui n'est pas toujours le cas; il est imposé par les débits d'injection .

### II-C-3 Mesures par diffusion de neutrons

Des études faites pour une meilleure compréhension du procédé de mélange des deux isotopes de l'hélium ont été décrites dans la partie II B. Les méthodes utilisées pour cette étude présentent des avantages et des inconvénients:

- Mesure capacitive : inconvenient : la taille de la cellule de mesure  $\varnothing=1$  mm, ne correspond pas aux conditions de travail de la dilution  $\varnothing=0,2$  mm.
- Mesure thermique: inconvenient: l'utilisation des thermomètres à l'extérieur des tubes introduit une erreur dans ces mesures à cause de plusieurs facteurs :
  - la résistance de Kapitza
  - la conductivité thermique dans les tubes
  - la réponse des thermomètres utilisés

Une autre méthode, qui peut apporter des informations nouvelles sur les phénomènes que l'on étudie, consiste à utiliser la diffusion des neutrons. En fonction du type d'isotope de l'hélium, les neutrons peuvent être diffusés ou complètement absorbés. En réalisant un faisceau bien focalisé et étroit, on peut analyser en temps réel le passage des gouttes de dilué et de concentré, leur taille en

fonction du débit utilisé, la vitesse d'écoulement, ainsi que leur évolution en température.

L'utilisation d'un cryostat classique en série avec la dilution en cycle ouvert, permet de contrôler et faire varier la température du mélange.

Finalement, une corrélation peut être réalisée entre le passage des gouttes mesurées par cette méthode et les fluctuations de température qui existent le long du tube de mélange.

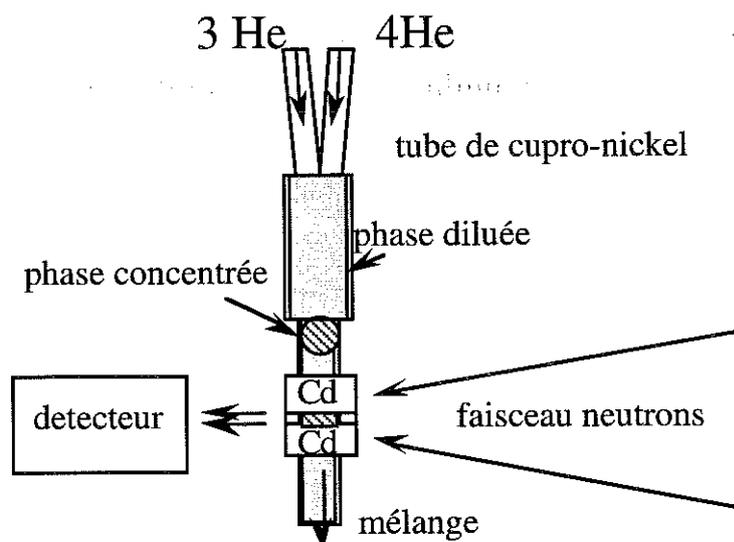
### **a) Principe de mesure**

La cellule de mesure peut être réalisée de la façon suivante:

- On réalise un simple dépôt de cadmium à l'extérieur du tube de mélange, quelques centimètres après que les injections se rejoignent. Le dépôt doit avoir une taille suffisamment importante pour que le faisceau de neutrons puisse être entièrement absorbé par ce dépôt.
- Pour la détection des passages des gouttes, on réalise une fente très étroite à travers le cadmium, jusqu'au métal du tube, bien centralisée sur le diamètre intérieur du tube.
- Le principe consiste à focaliser le faisceau de neutrons sur cette fente. Une quantité bien définie de neutrons va pouvoir passer, donnant un signal dans le détecteur situé à l'opposé du faisceau. Les autres neutrons sont absorbés par le dépôt de cadmium.

En fonction du type de mélange qui passe, concentré ou dilué, les neutrons seront plus ou moins absorbés, d'où une délimitation précise du type de mélange qui se trouve dans la goutte, sa longueur et sa vitesse.

Un schéma de la cellule est présenté dans la figure 2c.26



**Figure 2c.26** Schéma de détection avec un faisceau de neutrons

Le faisceau de neutrons est focalisé le plus possible sur le tube de dilué. Au point d'impact avec la cellule, il forme une tache d'un certain diamètre. Le faisceau utilisé effectif pour la détection est seulement donné par le flux qui passe à travers la fente de la cellule. L'intensité du faisceau initial peut être diminuée par l'utilisation d'absorbeurs devant ce faisceau.

La taille du faisceau utilisé pour la mesure est déterminée par les dimensions de la fente sur le dépôt de cadmium.

Les neutrons qui passent à travers la cellule sont détectés par un détecteur de comptage qui peut avoir une résolution d'un dixième de seconde.

### b) Calcul de la sensibilité attendue

Etant donné que la taille des échantillons que l'on veut mesurer est très petite, on fait un calcul théorique de l'intensité de faisceau nécessaire et de la différence de signal obtenue entre les deux phases qui défilent devant la fente. Une caractéristique de ce montage est que les acquisitions sont faites en temps réel au fur et à mesure que le fluide se déplace.

Les sections efficaces de chaque élément sont :

Matériel	Section efficace absorption	Section efficace total
3 He	5333 barn	5344 barn
4 He	0 barn	2,68 barn
Cu	3,48 barn	19,78 barn
Ni	4,5 barn	41,5 barn
CuNi (20%Ni)	3,9 barn	24,1 barn

Les sections efficaces pour le dilué à 7% d' $^3\text{He}$  sont  $\Sigma=373$  barn, et pour la phase concentrée on considère que l'on a de l' $^3\text{He}$  pur. Le cadmium absorbe à 100% les neutrons. Une réaction d'absorption de neutrons dégage une énergie de 732 keV ou  $10^{-13}$  Joule par réaction.

On définit le nombre de neutrons absorbés  $N_a = N_i * \Sigma$  où (1)

$N_i$ : nombre initial de neutrons qui arrivent

$\Sigma = N_v * \sigma$ : la section efficace macroscopique.

$N_v$ : nombre de molécules par unité de volume =  $N_A / V_m$

$\sigma$ : section efficace microscopique

$N_a$ : nombre Avogadro

$V_m$ : volume molaire

On calcule l'intensité en utilisant la loi d'absorption :

$$I = I_0 \exp(-\Sigma * X) \quad (2)$$

où  $I_0$  est l'intensité initiale du faisceau

$X$  est la profondeur du matériel traversé par les neutrons

Tous les neutrons passant à travers le cadmium seront absorbés.

Tous les neutrons passant à travers le tube et le mélange vont donner différents signaux, en fonction de la phase qui est à l'intérieur du tube.

#### Phase concentrée:

$$I_c = I_0 \exp-(2\Sigma_{\text{CuNi}} * X_{\text{CuNi}} + \Sigma_{3\text{he}} X_{3\text{he}}) \text{ où}$$

$X_{\text{CuNi}}$ : paroi du tube

$X_{3\text{he}}$ : diamètre intérieur du tube (de la goutte)

#### Phase diluée:

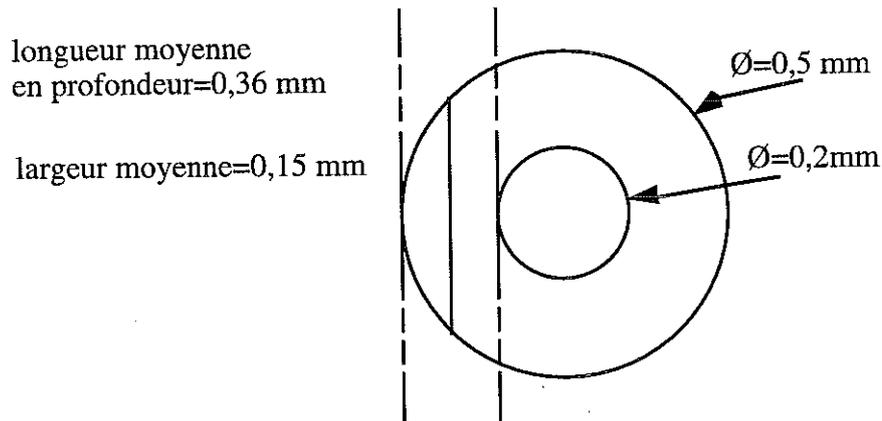
$$I_d = I_0 \exp-(2\Sigma_{\text{CuNi}} * X_{\text{CuNi}} + \Sigma_D X_D)$$

#### A travers le tube CuNi latéral:

L'intensité d'un seul côté du tube est :

$$I_t = I_0 \exp-(\Sigma_{\text{CuNi}} * X_t)$$

On considère comme  $X_t$  la profondeur au milieu de la largeur de paroi du tube.



La taille de la fente est de 0,3 mm; 0,4 mm; 0,5 mm en hauteur et la largeur est imposée par le diamètre intérieur du tube de  $\varnothing=0,3$  mm.

On regarde la meilleure géométrie et l'intensité du faisceau pour avoir une bonne résolution.

Le flux thermique de neutrons que l'on peut utiliser est:

- $10^8$  neutrons/seconde pour une longueur d'onde de  $1\text{\AA} < \lambda < 2\text{\AA}$
- $10^7$  neutrons/seconde pour une longueur d'onde de  $2\text{\AA} < \lambda < 5\text{\AA}$

Le signal que l'on veut mesurer vient de la phase diluée ou concentrée, et le flux latéral à travers le tube est parasité, il peut être éliminé si le cadmium est déposé à cet endroit.

Pour un tube de diamètre intérieur de 0,3 mm la table contient le nombre des neutrons qui traversent la cellule, pour différentes hauteurs de la fente.

	H=0,3mm	H=0,5mm	H=1mm
$I=10^8$ n/sec $\text{cm}^2$	$N_c=0,04; N_d=33000$	$N_c=0,07; N_d=55000$	$N_c=0,13; N_d=10^5$
$I=10^7$ n/sec $\text{cm}^2$	$N_c=697; N_d=6400$	$N_c=1162; N_d=10^4$	$N_c=2325; N_d=2 \cdot 10^4$
$N_0$ ( $I=10^8$ ) $\lambda=1\text{\AA}$	$9 \cdot 10^4$	$15 \cdot 10^4$	$3 \cdot 10^5$
$N_0$ ( $I=10^7$ ) $\lambda=3\text{\AA}$	$9 \cdot 10^3$	$15 \cdot 10^3$	$3 \cdot 10^4$

A partir de l'équation(2) pour une surface de la fente S, on déduit :

$$N_{\text{détecté}} = N_0 \exp\left(-\frac{N_A \cdot \sigma \cdot x}{V \cdot m}\right) \quad (3)$$

Les intensités du faisceau sont données pour une surface de  $1 \text{ cm}^2$ . Le faisceau peut être formé à l'extérieur du cryostat pour avoir les dimensions voulues. Le seul problème est la précision de réglage.

L'utilisation du cadmium comme écran pour arrêter tous les neutrons qui ne traversent pas le fluide permet d'avoir une bonne résolution.

L'épaisseur du cadmium est choisie de façon à absorber complètement tous les neutrons qui vont passer à travers.

Pour cela, on prépare le cadmium de la façon suivante:

- on utilise un cube de cadmium de dimension de la tache du faisceau de neutrons (1 cm arrêt)
- il est percé à la valeur du diamètre extérieur du tube de mélange.
- perpendiculairement à la surface qui est parallèle au perçage, on en fait un deuxième, du diamètre de la fente, qui correspond à la sensibilité que l'on désire.

Si le diamètre de la fente est égal au diamètre intérieur du tube, le signal parasite à travers le tube en CuNi est nul.

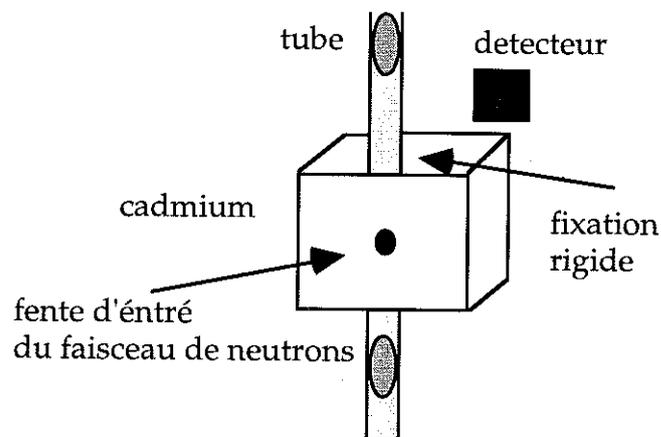


Figure 2c.27 Le montage du cadmium sur le tube de mélange

Pendant le processus d'absorption, l'énergie due à la réaction est transformée complètement en chaleur. Une estimation de la puissance maximale dissipée pour une absorption de  $N=10^5$  neutrons est:

$$Q = N_0 q = 10^5 \cdot 10^{-13} = 10^{-8} \text{ W} = 10 \text{ nW}; \quad \text{où } q = 10^{-13} \text{ [ J / réaction ]}$$

#### Résolution attendu

La sensibilité du détecteur de neutrons est de 0,1 seconde. La détection doit être fait en temps réel, à cause du mouvement continue du mélange.

---

Avec une bonne focalisation du faisceau de neutrons thermique de longueur d'onde de 1Å et une bon absorption sur le cadmium, la résolution que on attend est de  $0,5 \cdot 10^5$  neutrons/sec.



## **Chapitre III :**

# **Applications spatiales**



---

## Chapitre III : Applications spatiales

---

### III-A Les contraintes de la cryogénie spatiale

Le démonstrateur 0,1 K - 4 K, qui représente le prototype pour le satellite COBRAS\_SAMBA, actuellement "Planck Surveyor", constitue une partie importante de ma thèse.

#### III-A-1 Mesure de rayonnement millimétrique

Le but de l'utilisation de la dilution en cycle ouvert pour ce satellite est le refroidissement en apesanteur à une température de  $T=0,1$  K, des bolomètres pour des mesures d'astrophysique. Les longueurs d'onde étudiées varient de 0,5 mm et 3 mm. A l'heure actuelle, le bolomètre reste le meilleur détecteur pour cette gamme d'énergie, les mesures n'étant limitées que par le bruit des photons (limite intrinsèque).

Le principe de fonctionnement du bolomètre consiste à absorber complètement l'énergie du rayonnement en le transformant en chaleur. En mesurant la variation de température, on détecte l'énergie déposée. Le bruit thermique joue un rôle important dans la précision des mesures de fluctuation produites par le rayonnement, d'où la nécessité de refroidir à basse température.

Pour une bonne définition des caractéristiques de ce cryostat, on regarde les caractéristiques principales imposées par les mesures scientifiques et la qualité du détecteur.

#### **a) Puissance déposée par différents rayonnements**

Les mesures qui seront faites consistent à détecter l'anisotropie de l'univers dans la gamme de longueur d'onde précisée plus haut. Cela va permettre une meilleure précision sur les calculs des constantes universelles : la constante de Hubble, la masse de l'univers, etc.

Le diamètre du télescope qui focalise ce rayonnement sur la plaque 0,1 K est de  $\varnothing=0,6$  m.

Une estimation de la puissance d'échauffement produite par le rayonnement focalisé sur la plaque 0,1 K peut être faite en fonction des différentes sources qui sont à l'origine. Les sources sont:

- Le rayonnement de l'antenne du télescope qui est à la température  $T=100$  K
- Le rayonnement des différentes parties intérieures du cryostat
- Le fond du ciel qui est à  $T=2,7$  K
- Les différentes sources qui sont étudiées.

Etant donné que le cryostat dispose d'une puissance de refroidissement faible à  $T=0,1$  K, plusieurs filtres sont utilisés à différentes températures pour arrêter les longueurs d'onde, supérieure à celle étudiée. Tout le système optique (filtre et lentilles) absorbe une partie du signal, on suppose que c'est de l'ordre de 30 %.

#### Rappel des lois qui décrivent le rayonnement<sup>26</sup> :

**La loi de Stefan-Boltzmann** décrit la variation de l'énergie rayonnée par unité de surface d'un corps noir parfait en fonction de la température :

$$H_0 = \sigma^* T^4 ; \quad \text{où}$$

$\sigma = 5,7 \cdot 10^{-8} \text{ W/m}^2 \text{ K}^4$  est la constante de Stephan-Boltzmann

$T$  = température (K)

$H_0$  = l'énergie rayonnée par unité de surface d'un corps noir parfait

A une température donnée, on a une distribution spectrale d'énergie avec un maximum pour une certaine longueur d'onde. Quand la température du corps noir change, le maximum de la distribution se déplace.

**La loi de Wien** décrit le déplacement de cette longueur d'onde en fonction de la température :

$$\lambda_m T = b ; \quad \text{où } b \text{ est une constante} = 0,28978 \text{ [cm K]}$$

Donc, la longueur d'onde qui correspond au maximum du spectre se déplace vers les courtes longueurs d'onde quand la température augmente.

**La loi de Planck** dérive de l'expression de l'énergie radiante d'un corps noir rayonné par unité de surface :

$$H_0 = \frac{c_1}{\lambda^5 \left( \exp\left(\frac{c_2}{\lambda T}\right) - 1 \right)}$$

$$\text{où } c_1 = 2 \pi h c^2 = 3,7412 \cdot 10^{-16} \text{ (W m}^2 \text{)}$$

$$c_2 = \frac{hc}{k} = 1,4388 \cdot 10^{-2} \text{ (m } ^\circ\text{K)}$$

$c$  = vitesse de la lumière

$h$  = constante de Planck

$k$  = constante de Boltzmann

Ces valeurs sont valables pour la radiation non polarisée. Pour la polarisation linéaire, les valeurs des constantes sont égales à la moitié de ces valeurs.

La loi de Planck se réduit à une forme plus simple dans deux cas limites:

- Le cas où  $\frac{c_2}{\lambda T} \gg 1$ ;  $\rightarrow$  loi Wiens applicable pour des petites valeurs du produit  $\lambda T$ ; donc courte longueur d'onde et basse température.

- Le cas où  $\frac{c_2}{\lambda T} \ll 1$ ; on obtient la loi Rayleigh-Jeans :

$$H_0 = \frac{c_1 T}{c_2 \lambda^4} \text{ applicable pour des grandes valeurs du produit } \lambda T, \text{ en particulier la}$$

région infrarouge.

### b) Le rayonnement reçu sur la plaque froide

L'énergie déposée sur la plaque froide du cryostat est due seulement aux longueurs d'onde comprises entre 0,5 mm et 3 mm, les autres longueurs d'ondes étant arrêtées.

Ces longueurs d'ondes peuvent être émises:

- a) Par un corps noir : le fond du ciel (à  $T=2,7$  K). Il est focalisé par l'antenne et à travers l'optique (qui absorbe 30 % du signal) arrive sur la plaque de  $T=0,1$  K.

(La loi de conservation d'étendue du faisceau montre que la quantité d'énergie focalisée ne dépend pas de la taille de l'antenne. Plus la surface de l'antenne est grande, plus la résolution est meilleure, mais elle ne modifie pas la quantité d'énergie qui arrive.)

L'estimation de cette quantité d'énergie est :

$$P_{\text{ciel}} = \sigma \cdot T^4 \cdot S_{\text{plaque}} \cdot T_r$$

où  $T_r$  = transmission de l'optique = 70%;

$$S_{\text{plaque}} = \pi \cdot 0,04^2 = 5 \cdot 10^{-3} \text{ (m}^2\text{);}$$

$$\sigma = 5,66 \cdot 10^{-8} \text{ Wm}^{-2} \text{ K}^{-4};$$

$$P_{\text{ciel}} = 1 \text{ nW}$$

**b** Par l'antenne qui se trouve à une température  $T=100 \text{ K}$  et qui, dans son spectre d'énergie émis, émet aussi dans l'infrarouge. On considère que l'émission de l'antenne est de 1 % et la transmission à travers l'optique de 70 %.

$$P_{\text{antenne}} = \int \frac{c1}{\pi c2} \frac{\epsilon T}{\lambda^4} S_{\text{plaque}} Tr d\Omega d\lambda \quad \text{utilisant la loi de Rayleigh-Jeans}$$

Pour  $\lambda$  comprise entre 0,5 mm et 3 mm et  $\Delta\Omega = 1^\circ$ , on obtient

$$P_{\text{ciel}} = 77 \text{ nW}$$

**c** Par l'écran qui se trouve à une température de  $T= 1,7 \text{ K}$ .

L'énergie échangée par rayonnement entre deux surfaces qui sont à des températures  $T_1$  et  $T_2$  peut être calculée par la formule:

$$W_r = \sigma E S (T_2^4 - T_1^4) \quad \text{où } T_2 > T_1$$

$\sigma$  est la constante de Boltzmann ( $5,6710^{-8} \text{ W/m}^2\text{K}$ )

$S$  est l'aire de la surface considérée ( $S = 0.015 \text{ m}^2$ )

$T_1, T_2$  sont les températures des deux surfaces avec  $T_2 > T_1$

$E$  est le facteur qui tient compte des pouvoirs émissifs des deux surfaces et des facteurs de forme. Pour des surfaces en aluminium, on a:  $E=0,03$

$$W_r = 0,2 \text{ nW}$$

Si l'écran à 1,7 K est enlevé pour gagner en poids et en place, le rayonnement reçu sur la plaque émis par l'écran à  $T=4,2 \text{ K}$  est de

$$W_r = 7,8 \text{ nW}$$

(39 fois supérieur, mais il reste dans la limite des petites puissances).

### Conclusion :

L'énergie supplémentaire reçue par la plaque froide par le rayonnement parasite est inférieure à 100 nW.

A partir de cette valeur, on définit la caractéristique thermique de la dilution. Elle doit fournir une température de 0,1 K avec une puissance supplémentaire minimale de 50 nW.

### c) Rayonnement reçu par un bolomètre

Un bolomètre est constitué d'un petit cristal, de dimensions 0,5x0,5 mm, sur lequel on focalise le faisceau parallèle du rayonnement qui arrive dans un certain angle solide de l'univers.

Pour améliorer la détection du rayonnement, chaque bolomètre est muni d'un cône de lumière, réalisé en cuivre, qui a le rôle de focaliser le plus possible le rayonnement qui arrive. Son rôle est :

- d'éliminer les effets de bord de l'optique et le rayonnement qui provient des réflexions parasites des différents étages thermiques du cryostat et peut entrer dans le faisceau à détecter en perturbant les mesures;
- d'empêcher les réflexions du faisceau à étudier, qui auraient comme conséquence une diminution du signal, en produisant un faisceau de lumière parallèle.

L'énergie détectée par les bolomètres est très faible. On calcule la puissance du rayonnement qui arrive sur 1 bolomètre:

Sur chaque bolomètre, on va focaliser un faisceau parallèle qui provient du cône de lumière de diamètre  $\varnothing=10$  mm (surface  $=78,5 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2$ ). La puissance du rayonnement à  $T=2,8$  K mesurée par un bolomètre est calculée de la façon suivante:

( $P_{\text{bolomètre}} = \sigma S_{\text{cône}} T^4 = 262 \text{ pW}$  (on ne tient pas compte de l'optique et de l'angle du faisceau).

Nous avons calculé l'énergie du rayonnement à  $T=2,8$  K concentré par l'antenne sur la plaque 0,1 K:  $P_{T=0,1 \text{ K}} = 10 \text{ nW}$  avec une absorption du système optique de 30%. Cette énergie arrive sur une surface de  $5 \cdot 10^{-3} \text{ (m}^2\text{)}$ ;

La quantité reçue par un seul cône (focalisée sur un seul bolomètre) est:

$P_{\text{bolomètre}} = 157 \text{ pW.}$
--

### d) Perturbation thermique

Cette quantité d'énergie étant très faible, une variation de température non contrôlée peut affecter les mesures scientifiques. Les sources qui peuvent produire ces fluctuations sont:

### 1. La température de la plaque froide, qui assure le refroidissement à $T=0,1$ K

La stabilité de la température à  $0,1$  K est réalisée par une très fine régulation de température utilisant une source de chauffage. Pour le contrôle et la mesure exacte de la température, on utilise un bolomètre aveugle qui suit les faibles variations de température de la plaque à  $0,1$  K. Les variations mesurées par ce bolomètre sont soustraites des signaux des autres bolomètres qui détectent le rayonnement extérieur, par traitement numérique.

### 2. La température de l'antenne qui peut changer.

Une variation de la température de l'antenne peut produire une fluctuation dans la puissance parasite du signal reçu, sans qu'elle puisse être suivie à chaque instant.

Un calcul simple de la variation de la température de l'antenne qui se trouve à  $T=100$  K, pour produire un signal de même ordre de grandeur que le signal détecté par les bolomètres, donne un  $\Delta T$  antenne =  $0,1$  K. Pour s'affranchir de ce problème, des points de référence d'intensité connus sont nécessaires. Dans le cas du satellite, la rotation de spin qui est effectuée va donner un signal de référence toutes les minutes, en regardant le fond du ciel.

Pour s'affranchir de ce problème de fluctuation de la température du télescope, il faut s'assurer que la dérive thermique de l'antenne est inférieure à cette valeur  $\Delta T_{\text{antenne}}=0,1$  K pendant un temps supérieur à 1 minute.

La géométrie de l'optique des bolomètres ainsi que la géométrie des cônes de lumière nous donnent des informations mécaniques et d'emplacement pour le système cryogénique que l'on a à construire.

La forme, la taille, le matériel utilisé pour les cônes de lumière de chaque bolomètre imposent un volume et un poids pour la plaque froide du cryostat; la taille des bolomètres est très petite. A partir de ces éléments provisoires, le plan focal a été défini pour un diamètre de  $\varnothing=80$  mm et pour supporter un poids de  $0,5$  kg.

## III-A-2 Les contraintes imposées par ce type de mesures

La conception de ce prototype a été faite en fonction de besoins scientifiques pour la détection du rayonnement infrarouge. Initialement, elle a été prévue pour le refroidissement à une température de  $0,1$  K des 50 bolomètres.

- Initialement, l'électronique de mesure des ces bolomètres, faite pour des mesures de faibles variations de signal nécessitait 3 fils de mesure pour chacun,

d'où la nécessité de réaliser un démonstrateur où le nombre des fils électriques utilisé soit supérieur à 150; on utilise 156 fils. Chaque fil électrique est isolé par une gaine en téflon, à cause des procédures de fabrication; ils sont groupés par 12 et une gaine métallique extérieure réalise l'isolation microphonique.

Actuellement, une nouvelle électronique est en cours d'étude pour réaliser les mesures de bolomètres en 2 fils, ce qui réduit le nombre des fils qui arrivent sur la plaque froide et en même temps la masse sur les étages suspendus.

- Le nombre de bolomètres, leur taille et leur masse déterminent les dimensions de la plaque à 0,1 K et imposent des contraintes mécaniques sur les supports. Comme il a été précisé plus haut, le diamètre de la plaque froide est imposé à  $\varnothing=80$  mm et le poids à ce niveau est de 0,5 kg.
- La rigidité du système est imposé par les contraintes dues au décollage du satellite. Pour assurer une bonne rigidité, nous avons essayé de réaliser un montage le plus compact possible. Tout de même, la taille finale de l'étage à 4 K est fonction de la taille de la partie froide, qui, elle est imposée.

Comme système de suspension nous pouvons choisir :

- des suspensions utilisant un matériel rigide comme la fibre de verre ou un autre matériel isolant. L'inconvénient est que l'on doit avoir une certaine section minimale imposée par la tension de rupture, et la conductivité thermique entre l'étage 1,5 K et 0,1 K reste importante.
- des suspensions utilisant un matériel initial souple, le fil de kevlar, mais qui, mis en tension, présente des caractéristiques mécanique et thermique très bonnes.

#### **a) Les supports utilisés entre les étages**

A cause de ses bonnes performances dans le domaine thermique et mécanique<sup>27</sup>, le kevlar devient de plus en plus utilisé dans le domaine cryogénique, ainsi que dans la cryogénie spatiale.

Du point de vue mécanique: on compare les performances mécaniques du kevlar avec celle des métaux à  $T = 300$  K et à  $T = 77$  K.

T= 300 K	Kevlar 29	Inox	Titane
Tension rupture (MPa)	1 500	580 à 650	560
Module Young (MPa)	29 000	200 000	

Des mesure à T=77 K:

T= 77 K	Kevlar 29	Inox	Titane
Tension rupture (MPa)	1 800	1 600	1 000
Module Young (MPa)	58 000		

On remarque que le fil de kevlar garde une bonne rigidité mécanique à l'ambiante ainsi qu'à basse température. La rigidité doit être assurée au lancement qui est prévu avec le système à une température de 300 K; dans notre cas, nous sommes intéressés par les performances à l'ambiante.

Le test de vibration du système 4 K-0,1 K sera fait pour différents niveaux d'accélération présentés dans le sous chapitre III-B-3, sur les 3 axes de vibration.

Du point de vue thermique: le fil de kevlar est de loin un bon isolant thermique par rapport aux métaux. Sa conductivité thermique à basse température est difficile à mesurer; un très long temps est nécessaire pour arriver à un état stationnaire quand on applique un gradient de température et il est facilement influencé par le rayonnement parasite.

Des mesures de conductivité thermique ont été faites à différentes températures<sup>28</sup>.

Pour les températures : 277 K, 196 K, 81 K, 6 K.

Entre 2 K et 4 K, la variation de la conductivité suit l'expression:

$$k=18,9 \cdot 10^{-6} \cdot T^2 \quad (\text{Wcm}^{-1} \text{K}^{-1})$$

L'avantage du kevlar est qu'il ne dégaze pas dans le vide d'isolation et assure une non pollution des détecteurs utilisés; pour sa fixation il n'y a pas besoin de colle.

Pour ce démonstrateur, on utilise des fils de kevlar comme supports entre les étages 4 K-2 K ainsi que 2 K - 0,1 K.

Malgré ses avantageuses propriétés mécaniques et thermiques, ce fil présente aussi des inconvénients que l'on va énumérer :

- pour avoir une bonne rigidité, la force qui agit sur le fil de kevlar doit être toujours le long du fil (la résistance transversale est plus faible);

- La corde, qui peut avoir différentes sections, est constituée de fils tressés très fins. Une fois mis en tension, ils sont très facilement abîmés par la pression exercée par les pièces mécaniques ou par le frottement entre eux, ce qui diminue la résistance du fil;
- Le système de blocage du fil est délicat étant donné que les noeuds n'assurent pas un bon blocage. La solution est de bobiner le fil de façon à ce que le blocage se fasse par frottement entre les spirales du fil.
- Le glissement du fil sur des poulies peut produire des déplacements des parties qui doivent avoir une position très précise (emplacement des détecteurs dans le plan focal). Il peut être annulé par le frottement et cela nécessite au moins 1 à 2 tours autour des poulies de suspension intermédiaires;
- La détente en temps:  
La détente en temps peut poser des problèmes, car on risque de ne pas avoir la tension nécessaire dans les fils au moment du décollage. Comme cette détente est exponentielle dans le temps, des fils prétendus peuvent être utilisés et s'affranchir de cet inconvénient.

- La détente quand la température diminue:  
La détente en température ne peut pas être empêchée, mais, dans le cas du démonstrateur, le système ne subit aucune vibration à froid. La seule contrainte est d'avoir les mêmes allongements sur les 3 axes pour que le plan focal ne se déplace pas.

Le coefficient d'expansion est :  $\alpha = 9 \cdot 10^{-4}$  .

### Matériaux composites en fibre de verre

Ils sont souvent utilisés en cryogénie et leurs performances thermique et mécanique dépendent beaucoup de leur composition (on trouve dans la littérature une plage très large de valeurs de conductivité très différentes).

L'**avantage** de les utiliser comme supports pour des températures inférieures à 4 K consiste dans le positionnement précis du plan focal, avec un bon contrôle de positionnement à froid.

L'**inconvénient** réside dans leurs performances mécanique et thermique qui sont inférieures au fil du kevlar. Ils demandent une distance plus importante entre les étages, pour diminuer la conduction thermique, ce qui accentue l'amplitude des vibrations sur la plaque centrale.

J'ai réalisé des mesures de conductivité thermique pour différents matériaux composites, à partir d'une température de 1,3 K. La source de chauffage utilisée permet de faire passer à travers l'échantillon un flux de chaleur connu. Pour

vérifier le bon fonctionnement de cette méthode, nous avons eu comme référence un tube d'inox fin, avec une conductivité thermique connue. Cela permet d'éliminer d'éventuelles pertes thermiques par rayonnement parasite.

Le principe de mesure est classique:

- un étalonnage préalable des thermomètres sur l'échantillon, situé dans le vide, est réalisé à différentes températures du bain d'hélium. Un test utilisant du gaz d'échange est ensuite fait pour voir si les 2 thermomètres étalonnés sur l'échantillon sont vraiment à la même température. Si il y a un faible écart, il provient des rayonnements parasites et ce gradient de température est extrait pour le calcul de la conductivité.

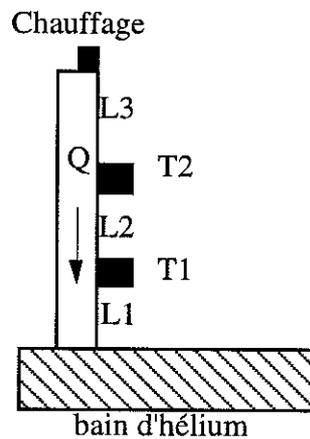


Figure 3a.1 Mesure de conductivité thermique.

Les résultats de l'expérience sont donnés dans l'annexe. Certains matériaux sont en accord avec les courbes dans la référence, sur la plage de température 1 K-4 K.

Les résultats obtenus sont en accord avec les résultats que on trouve dans la littérature<sup>29</sup>:

Matériel	Section (mm)	conductivité (mW/K m)	Conductivité à T=4 K
Inox	0,488 / 5	106,7 * T	426,28
Fibre de verre blanc	5,2 / 6,2	16,15 *T	64,6
Fibre de carbone bleu	7 / 8,7	15,49 *T	62
Fibre de carbone noir	8,6 / 10	8,19 *T	32,8

**Conclusion:**

Nous avons choisi le fil de kevlar comme suspension pour les étages 4 K-1,5 K et 1,5 K-0,1 K étant donné ses performances thermiques et mécaniques, ses faibles masse et section. Il permet aussi de réduire la distance entre les étages des différentes températures, réalisant un système plus compact qui résiste bien aux vibrations et ne pose pas de problèmes d'éventuel dégazage dans le vide du système.

**c) Refroidissement de l'étage 4 K Machine/cryostat**

Le prototype réalisé a besoin d'un refroidissement externe pour assurer le refroidissement de l'étage à 4 K. La puissance nécessaire à ce niveau est comprise entre 5 et 10 mK. Elle peut être obtenue en utilisant de l'hélium liquide ou une machine Stirling.

Le fonctionnement avec un cryostat à  $T = 4$  K ne pose pas de problème pour la dilution. Il assure la puissance nécessaire à l'étage et il ne produit pas de vibrations pouvant perturber le système. Pour les applications spatiales, l'inconvénient du cryostat est son temps de vie limité par la quantité stockée dans le réservoir qui est à son tour limitée par les contraintes de décollage.

(Pour des raisons de fonctionnement en apesanteur, l'hélium doit être superfluide dans l'espace, il assure une température inférieure à  $T=2$  K )

Le fonctionnement avec une machine Stirling dans l'espace a l'avantage de pouvoir fournir la puissance nécessaire à  $T=4$  K en continu, elle a une faible masse et elle est peu encombrante par rapport à un réservoir. Les éventuelles vibrations qu'elle produit sont assez faibles. Le but de cette expérience est de déterminer ces influences sur la dilution.

Des mesures au laboratoire avec des vibrations de pompe n'ont pas eu d'influence sur la dilution à  $T=0,1$  K; à partir d'une température inférieure à 50 mK, elles commencent à devenir importantes.

## III-B Le démonstrateur 0.1 K

On se propose de réaliser un démonstrateur complet, associé à une machine Stirling et d'étudier le meilleur système d'intégration des deux parties.

### III-B-1 Description du système 0,1 K - 4 K

#### a) Description des circuits de dilution

Les parties principales du système sont présentées dans la figure 3b.1:

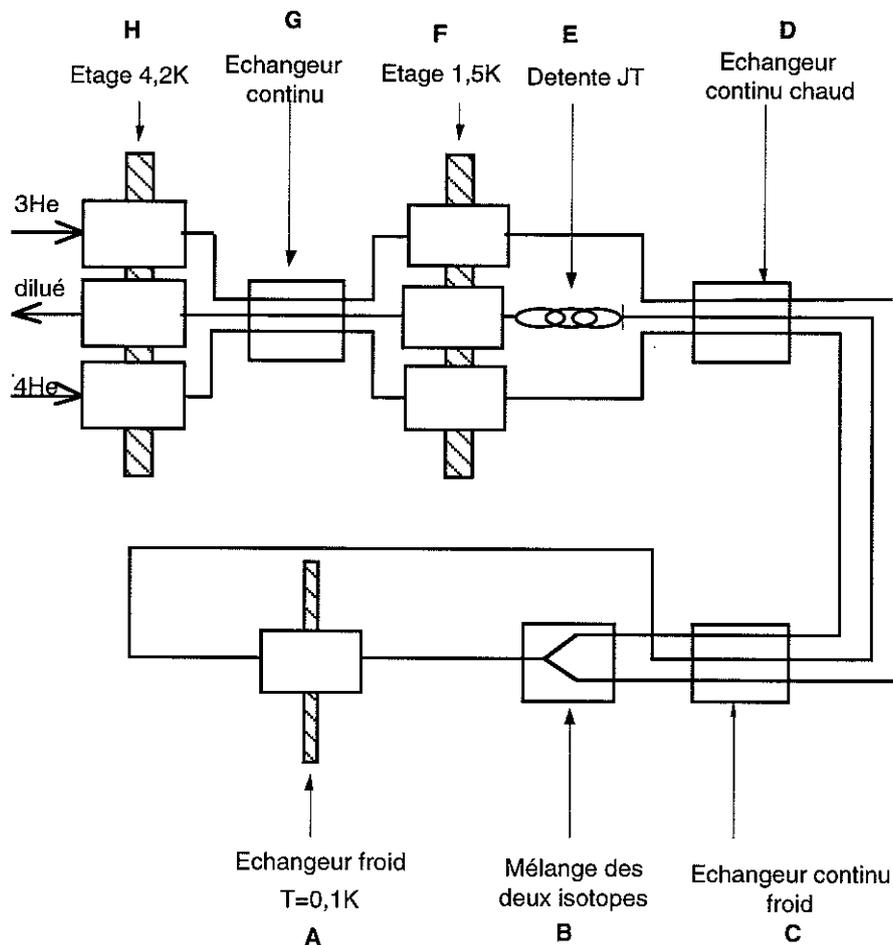


Figure 3b.1 Schéma du circuit de dilution en cycle ouvert.

**A** : est la platine froide, à  $T = 0,1 K$  qui supporte les 50 bolomètres. Sa taille est imposée par le nombre et la taille des bolomètres.

L'échangeur froid thermalisé sur la plaque A contribue à la réalisation d'une surface d'échange suffisante entre la plaque qui contient les bolomètres et le tube qui contient le fluide froid.

On utilise pour ce type de dilution une succession d'échangeurs continus. Leur rôle principal est la récupération de la puissance frigorifique produite à l'étage 0,1 K. Ils permettent principalement le refroidissement des fluides d'injection qui arrivent des étages supérieurs et sont à une température plus chaude. Pour des raisons mécanique et thermique, ces échangeurs sont réalisés comme il a été montré dans le sous-chapitre 3.4. Chaque échangeur a des fonctions bien spécifiques:

#### B Le point où le mélange se réalise

Ce point se trouve sur la plaque 0,1 K et doit avoir un volume réduit, pour que la surface de séparation entre la phase concentrée et diluée ne soit pas influencée par la gravitation, mais suffisamment grande pour ne pas produire d'échauffement par viscosité. (Elle doit assurer un processus réversible de mélange). La puissance de refroidissement fournie par la dilution à ce point est très faible: entre 0 nW et 200 nW en fonction des débits utilisés.

#### C Echangeur continu froid.

C'est un échangeur qui couvre la plage de température comprise entre  $T=0,4$  K et  $T=0,1$  K. Il est constitué de 3 tubes (2 injections et 1 sortie), de diamètre intérieur pouvant varier de 0,1 mm à 0,3 mm. Sa longueur est d'environ 2,5 m. Son rôle est de récupérer l'enthalpie du fluide froid créée au moment du mélange et de refroidir les injections. Une certaine longueur est nécessaire pour avoir une surface d'échange suffisante et pour diminuer la conduction thermique à travers les fluides et les tubes.

Un bon contact thermique est assuré par soudure entre les 3 tubes; le tube de dilué (sortie) se trouve entre les deux tubes d'injection.

Dans cet échangeur, l'écoulement est laminaire.

#### D Echangeur continu chaud.

Il se trouve entre l'étage à  $T=1,5$  K et le début de l'échangeur continu froid,  $T=0,4$  K.

Il est réalisé de la même façon que l'échangeur continu froid.

Le diamètre intérieur peut varier entre  $\varnothing=60\ \mu\text{m}$  et  $\varnothing=40\ \mu\text{m}$ . Sa longueur est d'environ 0,5 m. L'écoulement des fluides à ce niveau se fait à une vitesse supérieure à la vitesse critique. Son rôle pour les fluides d'injection est de diminuer la conduction à travers le fluide ( le film superfluide d' $^4\text{He}$ ). Pour le tube qui contient le mélange de sortie, son rôle est plus important; il évacue par friction mutuelle l' $^3\text{He}$  qui se trouve dans le mélange et qui a tendance à diffuser vers la partie froide sous l'action de la pression osmotique; il assure la continuité de la dilution.

### E Détente Joule Thompson.

La détente Joule Thompson est faite sur le tube de sortie. Elle est réalisée par l'utilisation d'un capillaire de diamètre intérieur compris entre  $20\ \mu\text{m}$  et  $15\ \mu\text{m}$ . Sa longueur est calculée en fonction du diamètre intérieur, pour un débit optimal pour la dilution et une pression à l'injection de 5 bars (pour  $\varnothing=13\ \mu\text{m}$ , on utilise une longueur de 50 mm). Son emplacement sur le tube de sortie permet d'avoir des tubes de pompage d'un diamètre suffisamment important pour assurer une bonne différence de pression et améliorer le rendement de la détente.

Si la détente est faite sur l'injection, on a un mélange de gouttes de gaz et de liquide à la sortie de la détente, vers les basses températures. Une liquéfaction totale a été nécessaire avant de continuer vers les températures plus basses, donc une consommation supplémentaire d'énergie dans la partie froide est nécessaire.

### F Etage Joule-Thompson

Le refroidissement de l'étage Joule-Thompson (plaque et écran) est réalisé en utilisant la puissance frigorifique de la détente. Pour réaliser un meilleur échange thermique entre le mélange qui sort de la détente et cet étage, on utilise un échangeur fritté, de volume: ( $\varnothing=8\ \text{mm}$ ,  $l_g=10\ \text{mm}$ ) qui contient des grains de cuivre de diamètre de 0,1 mm. Cela permet d'augmenter considérablement la surface d'échange, tout en gardant un volume réduit. Le mélange traverse ce fritté vers la sortie. Pour des températures supérieures à 1,5 K, on peut utiliser des échangeurs frittés sur les injections. Au niveau de cet étage, sur les injections on utilise des frittés réalisés avec de la poudre d'argent, diamètre de  $700\ \text{\AA}$

La différence par rapport au précédent est que les grains sont plus petits et des échauffement peuvent se produire si le fluide traverse cette poudre (la poudre est recuite, donc les grains sont attachés solidement). Pour éliminer la viscosité,

l'entrée et la sortie sont sur la même face du fritté et un fin canal est tracé entre les deux tubes.

### G Echangeur continu

Il est situé entre l'étage 4,2 K et 1,5 K. Les capillaires d'injection ont un diamètre de  $\varnothing_i=40 \mu\text{m}$  et une longueur de 0,4 m, alors que le tube de sortie est de longueur = 0,3 m et diamètre  $\varnothing_i=2 \text{ mm}$  à cause de la détente. L'échangeur est réalisé par soudure des tubes d'injection sur le tube de sortie.

Si le refroidissement à 1,5 K ne se fait pas par détente, l'échangeur peut être constitué de 3 tubes identiques d'un diamètre compris entre  $\varnothing_i=60 \mu\text{m}$  et  $40 \mu\text{m}$ .

### H Etage à 4,2 K

Le refroidissement de l'étage à 4,2 K est réalisé par l'apport d'une puissance frigorifique extérieure. On peut utiliser de l'hélium ou une machine frigorifique. A ce niveau, on utilise des échangeurs frittés en cuivre, seulement pour le refroidissement des injections.

Le diamètre des tubes qui sort de l'étage à 4 K est :  $\varnothing_i=1 \text{ mm}$  pour les injections et  $\varnothing_i=2 \text{ mm}$  pour le tube de sortie.

### **b) Description des suspensions**

Il s'agit de réaliser une suspension ayant la meilleure rigidité mécanique possible, tout en gardant une très faible conduction thermique.

Le choix du matériau peut être déterminé par la connaissance de sa conductivité thermique  $K$  et de son module de Young  $Y$ . Pour une masse suspendue  $M$ , la fréquence de résonance est caractérisée par la dimension des supports.

A partir de l'équation de Young :  $\frac{F}{S} = \frac{Y}{L} x$ , on a l'expression de la force élastique en fonction des propriétés du fil.

$$k x = Y \times \frac{S}{L} \quad \text{où } k = \text{constante élastique}$$

$Y$  = module de Young

$S, L$  = section et longueur du fil

On exprime la constante élastique en fonction de la fréquence:  $k = m^2 \omega^2$ .

On retrouve le rapport :  $\frac{S}{L} = \frac{m (2\pi f)^2}{Y}$  sur un seul axe.

- Les fils partent directement de l'étage Joule-Tompson sur la plaque 0,1 K, alors qu'en réalité il y a deux points intermédiaires de suspension entre le fil et l'échangeur thermique, ce qui permet un refroidissement intermédiaire avant d'arriver sur la partie froide.
- Il est très probable que l'extrapolation de la variation de conductivité du fil de kevlar soit un peu différente des valeurs expérimentales. Jusqu'à présent, la loi de variation de la conductivité du kevlar à des températures aussi basses n'a pas été vérifiée.

On peut aussi faire un calcul simplifié de la fréquence de résonance pour l'échangeur qui est suspendu en 2 endroits sur le fil de kevlar, en considérant les extrémités fixes.

#### **Construction mécanique:**

- Les fils de suspension qui se croisent doivent être décalés pour empêcher leur frottement qui peut casser les fils. Pour cela, les fils électriques qui contiennent aussi l'échangeur ne passent pas par le centre des supports, mais ils sont décalés de quelques millimètres, de façon alternée. De même, les poulies sur l'étage 0,1 K ne se trouvent pas toutes au même niveau (figure3b.3)
- La suspension sur le fil est faite en utilisant chaque fois 2 poulies inclinées avec le même angle que le fil. L'avantage est que la tension dans le fil agit seulement de manière longitudinale et aucune force de torsion n'est appliquée sur le support de l'échangeur.

#### 2) Suspension 4,2 K - 1,5 K

La réalisation des suspensions entre les 2 étages s'est déroulée en deux étapes:

##### **Le support est fixé seulement sur la plaque à 4,2 K**

Pour avoir accès facilement à l'intérieur du cryostat, une première conception a été de fixer l'étage 1,5 K d'un seul côté sur l'étage à 4 K. Le centre de masse du système va se trouver à une distance de 89 mm par rapport au plan de fixation 4 K. Les modes de vibration transversaux ne sont pas influencés par cette modalité de suspension.

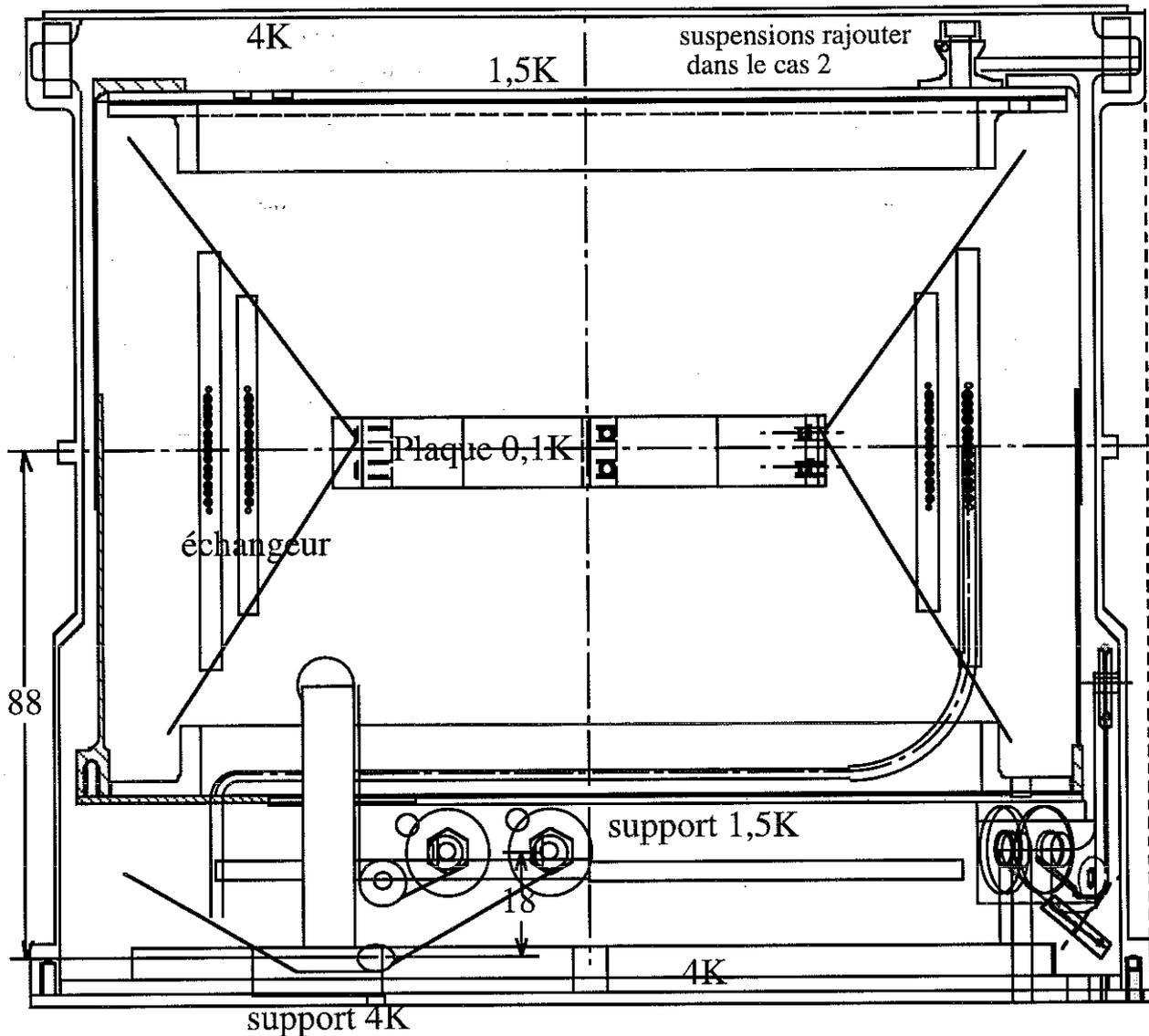
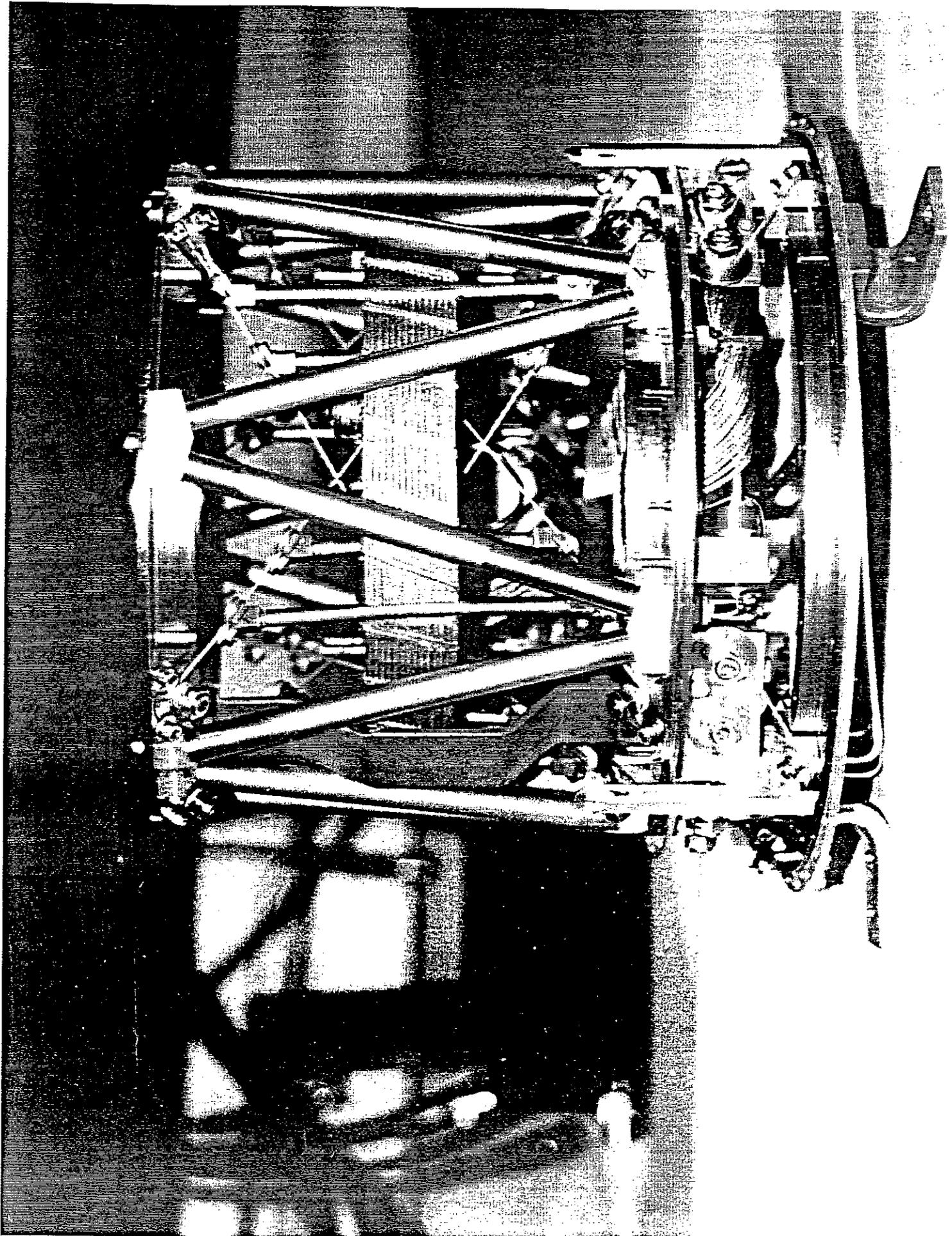


Figure 3b.4 Suspension de la partie 1.5K.

La suspension est assurée par trois supports à  $120^\circ$  sur la plaque de base 4 K qui assure une suspension homogène sur les 3 axes (en statique).

Un calcul similaire à celui fait plus haut donne une valeur approximative du chauffage amené par les fils de suspension, si la fréquence de résonance du système est de 200 Hz.

La masse de l'étage 1,5 K est de 1,8 kg, le chauffage sera:



$$Q = 18,9 \cdot 10^{-4} \frac{m (2\pi f)^2}{Y} T^3 = 7 \mu W$$

On regarde maintenant la tension dans les fils de suspension:

Le système étant rigide, un déplacement de valeur  $dx$  du système produit le même déplacement sur les 3 supports. La force qui apparaît est élastique et proportionnelle à ce déplacement, on en conclut que les supports sont sollicités avec la même force.

On prend en compte maintenant la masse du système contenue à l'intérieur de l'étage 1,5 K, qui est assez importante, environ 1,8 kg. Cette masse va produire des moments de rotation autour des supports, et les forces supplémentaires qui apparaissent composées avec les forces statiques vont donner des résultantes de force qui agissent différemment sur les 3 supports en fonction des axes de vibration.

On calcule les composantes des forces dues à la masse du système:

Sur l'axe vertical, les translations et les moments de rotation sont uniformément distribués sur les 3 supports (figure 3b.5)

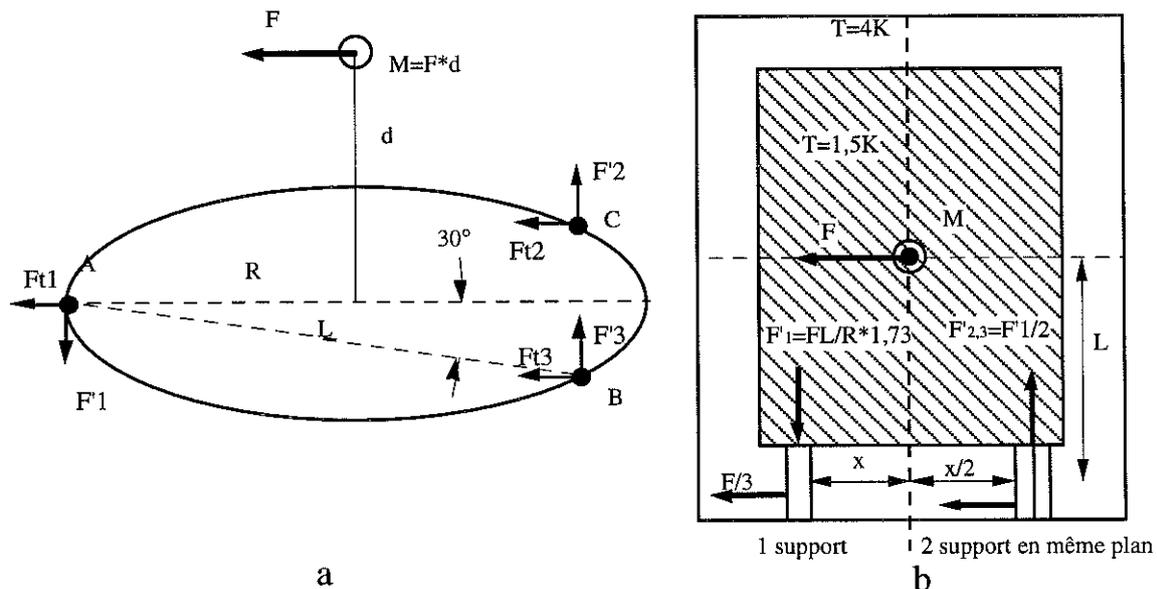


Figure 3b.5 Calcul des forces sur les suspensions 4 K-1.6 K.

Sur l'axe horizontal, les translations produisent la même force, 1/3 de la force qui agit.

Le couple de rotation qui apparaît va introduire des forces différentes sur les trois supports. La masse suspendue  $m$  se trouve à une distance  $L$  des supports et va produire un couple de rotation  $M = F \cdot L$ . Comme les supports se trouvent dans le même plan parallèle à  $F$ , on retrouve un couple  $M$ , perpendiculaire au plan de la figure 5.6 b, situé au centre de la masse.

L'équation de conservation des forces et du moment donne:

$$F_{t1} + F_{t2} + F_{t3} = F \quad \text{Conservation des forces horizontales:}$$

$$\text{Système rigide} \rightarrow F_{t1} = F_{t2} = F_{t3} = F/3$$

Le moment de rotation crée des forces verticales:

$$F'_1 + F'_2 + F'_3 = 0$$

$$F * d = 0 + F'_2 * L + F'_3 * L$$

De la première équation on a:  $F'_2 = F'_3 = F'_1 / 2$  et  $L = \sqrt{3} * R$ ;  $R$  = rayon du cercle de suspension

$$\text{d'où : } F'_1 = \frac{F d}{\sqrt{3} R} \quad \text{et} \quad F'_{2,3} = \frac{F d}{2\sqrt{3} R}$$

### Calcul:

L'accélération injectée sur l'étage à 4 K est de 20 g et on retrouve sur l'étage à 1,5 K une valeur supérieure.

Pour une force statique équivalente à une accélération de 23 g appliquée sur une masse de 1,8 kg, avec une distance entre les plans  $d=79$  mm et pour un rayon  $R=88$  mm, la force qui apparaît au centre de la masse du système est de  $F=409$  N.

Ces composantes de translation ont la même valeur sur les trois supports:  $F/3=136$  N.

Les composantes dues à la rotation qui agissent **verticalement** sont:

$$F'_{1v} = 212 \text{ N} \quad \text{et} \quad F'_{2v} = F'_{3v} = 106 \text{ N}$$

La tension mise dans les fils verticaux est d'environ 545 N (sur le support vertical on a un double fil:  $M=1,5$  Nm sur le rayon de la poulie de 2,75 mm).

La tension dans les fils inclinés ( $M=2$  Nm = 727 N).

La tension de rupture du fil de kevlar que l'on utilise comme support dépend de sa section:

- pour  $\varnothing=0,9$  mm,  $T_r = 880$  N
- pour  $\varnothing=1,2$  mm,  $T_r = 1200$  N

On remarque que les tensions qui s'ajoutent à la tension statique sont très proches ou même égales à la tension de rupture, pour un fil de diamètre 0,9 mm. Initialement, des tests de vibrations ont été faits avec un fil de diamètre de 0,9 mm; actuellement, pour les supports entre les étages 4 K et 1,5 K, le diamètre du fil utilisé est de 1,2 mm.

Conclusion: En général, les forces qui agissent pendant le test de vibration sont supérieures à celles calculées. Pour s'affranchir des forces produites par le couple de rotation, on rajoute des suspensions supplémentaires entre 4-2 K.

### Cas 2: Le support a été fixé sur la plaque 4,2 K et en haut de l'écran 4,2 K

Sur le même montage que dans la figure 3b.4, entre l'écran 4 K et la plaque supérieure 1,5 K, on rajoute des fils de suspension horizontaux, dans le plan de la figure. Leur rôle est de compenser les forces produites par le couple de rotation et translation.

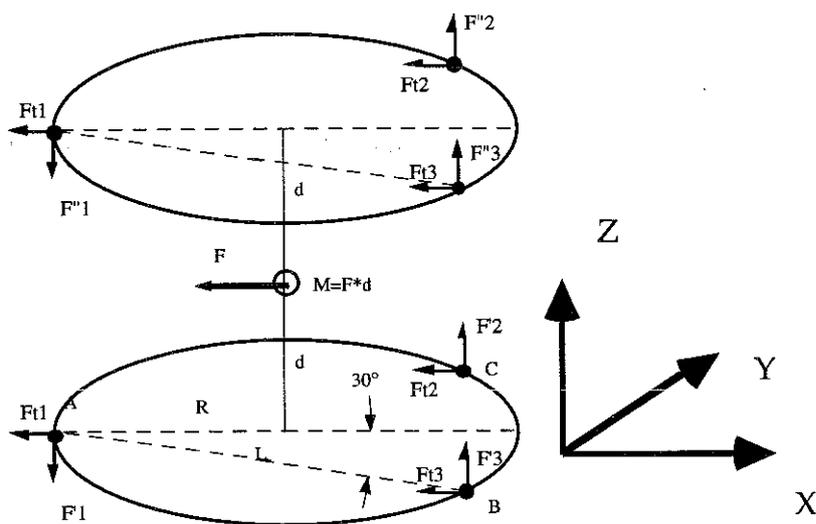


Figure 3b.6 Modification de la suspension.

Les forces de translation qui apparaissent dans cette configuration sont divisées par un facteur 2, par rapport à celles calculées dans le premier cas.

Pour le couple de rotation, les forces verticales qui agissent sont également divisées par un facteur 2. Sur le support A, la force reste 2 fois plus importante que les autres mais sa valeur diminue de moitié.

En utilisant les équations de conservation des forces et des moments (par rapport au point A), on obtient:

- pour les translations:  $F_t = F/6$  sur tous les supports;
- pour les forces verticales:  $F_{vA} = \frac{F d}{2\sqrt{3} R}$  et  $F_{vB,C} = \frac{F d}{4\sqrt{3} R}$

Quelques valeurs pour une masse de  $m=1,8$  kg et une force statique égale à l'accélération de 20 g:

$$F_t = 68 \text{ N}; F_{vA} = 106 \text{ N}; F_{vB,C} = 53 \text{ N}.$$

### Conclusion

Le renforcement des supports est nécessaire à cause des vibrations rotationnelles qui introduisent des couples de force importants sur chaque support.

Les suspensions ajoutées dans le plan supérieur augmentent la fréquence de résonance du système dans le plan (direction x,y). Pour équilibrer et avoir la même fréquence de résonance sur le troisième axe, on doit ajuster l'inclinaison des fils de suspension qui sont dans le plan inférieur.

### III-B-2 Les performances thermiques

#### a) Calcul des performances

#### Calcul des différentes puissances d'échauffement entre T=1,5 K et T=0,1 K

- Les performances d'un échangeur complet du système de dilution avec 150 fils électriques de mesures ont été traitées dans I-B-3.  
Les pertes thermiques qui arrivent sur la plaque 0,1 K sont d'environ **10 nW**.
- L'échauffement par viscosité a été présenté dans l'étude des échangeurs thermiques. Pour l'échangeur qui refroidit la plaque à 0,1 K, un diamètre de tube de  $\varnothing_i=0,2$  mm produit un échauffement par viscosité à T=0,1 K, d'une valeur de 1 nW.
- Un autre paramètre, qui peut empêcher le refroidissement d'un cryostat à basse température, est la résistance de Kapitza.

Des mesures de résistance de Kapitza entre  $^3\text{He}$  dissout et une surface en Cu-Ni ont été faites par Lahteenmaki<sup>30</sup> :

$$R_K * T^3 = 0,01 \text{ (K}^4 \cdot \text{m}^2 / \text{W)}$$

Nous nous intéressons à la variation de température entre les deux points extrêmes de thermalisation de la plaque, pour une plage très large de températures: T = 0,2 - 0,1 K.

La surface de thermalisation au point froid est constituée du contact d'un tube de diamètre intérieur de 0,2/0,5 mm, longueur du capillaire l=355 mm, ce qui donne une surface d'échange de 2,35 cm<sup>2</sup>.

La variation de la résistance de Kapitza est fonction de la surface en contact, des pertes qu'il y a dans le système et de la variation de température. La relation est la suivante:

$$R_K = S * \Delta T / Q$$

où  $dT$  est la variation de la température au bout du capillaire thermalisé. Connaissant

$$Q = 60 \text{ nW}$$

$$T = 0,1 \text{ K}$$

$$S = 2,35 \text{ cm}^2$$

$$R_K = 10 \text{ K} \cdot \text{m}^2 / \text{W}$$

on obtient une variation de la température, entre la température du fluide et la température de la plaque thermalisée,  $\Delta T = 3 \text{ mK}$ .

Cette variation est faible par rapport à la température du système donc la surface d'échange thermique est suffisante

Plus on descend en température, plus l'effet de la résistance de Kapitza devient important.

Pour diminuer cet effet, on peut augmenter la surface d'échange ou diminuer les pertes du système.

### **b) Mesure des performances thermiques de l'étage 0.1 K - 2 K**

Cette partie a été testée à froid sur un cryostat qui dont l'étage à 1.5 K a été réalisé par une détente Joule-Thompson (longueur du capillaire 20 cm et diamètre intérieur autour de 20  $\mu\text{m}$ ).

L'étage à 4,2 K est refroidi par l'hélium à 4,2 K. Le pré-refroidissement a été fait en utilisant de l'hélium comme gaz d'échange à l'intérieur du vide d'isolement.

### **Thermométrie**

La thermométrie utilisée est la suivante:

- sur la plaque à 4 K, une résistance de carbone Allen-Bradley de 100 Ohm ayant une courbe de variation de la résistance avec la température dans la région  $T=10 \text{ K}$  à  $1 \text{ K}$  très importante;
- sur la Joule-Thompson, une résistance de carbone Allen-Bradley de 100 Ohm, pour la même raison qu'auparavant;

- sur la plaque à  $T=0,1$  K, deux résistances de carbone Matsushita de 51 Ohm, préalablement poncées (suite à cela, la résistance jusqu'à 80 Ohm). Elles sont collées sur une feuille d'argent, avec une fine isolation entre les deux. Cela permet d'avoir un bon contact thermique et une réponse rapide à la variation de la température.

Ces résistances ont été préalablement étalonnées dans un autre cryostat à dilution.

Pour des mesures de puissances, nous avons ensuite monté des résistances de chauffage sur l'étage 0.1 K- 1,5 K (résistance à couche métallique de 1000 Ohm), qui nous permettent de mesurer la puissance disponible à ces étages.

Les résultats de cette mise à froid sont :

débit-3 ( $\mu\text{mol/s}$ )	débit-4 ( $\mu\text{mol/s}$ )	$P^3\text{He}(b)$ (bar)	$P^4\text{He}(b)$ (bar)	$T_{bm}$ (mK)	$T_{j-t}$ (K)	$Q$ (nW)
1	4	1	1	240	1,28	0
2	6	2,1	2,1	101	1,35	0
2,5	6	2,8	2,8	97	1,36	0
2,5	8	4	13	85,5	1,41	0
2	8	3	3	85	1,42	0
2	8	3	3	114	1,42	100
2,5	10	5	13	82	1,48	0
2,5	10	5	12	91	1,49	25
2,5	10	3,6	17	106	1,49	100
2,5	10	4,9	4,9	84	1,48	0
2,5	10	4,9	4,9	106	1,49	100
2,5	10	4,9	4,9	217	1,49	1000

Si on va tracer la puissance appliquée en fonction de la température au carrée, on obtient des droites, ce qui montre bien la variation en  $T^2$  de la puissance. L'extrapolation de cette droite à  $T=0$  K, nous donne une valeurs des pertes intrinsèque du système.

Pour ce système les pertes sont autour de 150 nW.

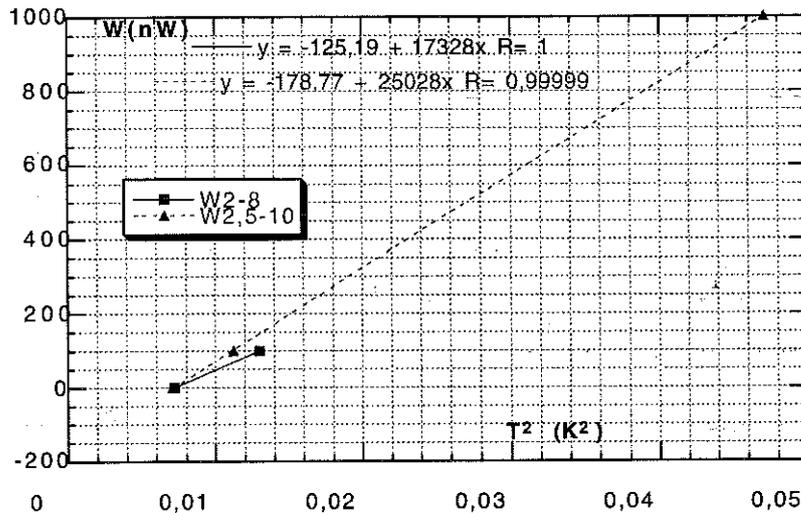


Figure 3b.7 Puissance du système en fonction du carré de la température

#### Conclusion :

On attend une température inférieure à 100 mK avec une puissance supplémentaire sur la plaque froide de 50 nW plus les fils électriques. Le débit total nécessaire est de 12,5  $\mu\text{mol}/\text{sec}$ .

Les pressions sur les deux injections sont en général égales. Elles varient en fonction des débits utilisés. Pour le débit optimal de la dilution, la pression se situe autour de 5 bars.

Par suite des impuretés qui se trouvent dans les gaz d'injection, à long terme, ces impuretés se déposent dans la partie froide et rétrécissent le passage des fluides, produisant une augmentation de la pression à l'injection. Dans les résultats du tableau ci-dessus, on remarque seulement la pression d'<sup>4</sup>He qui augmente. Donc, les impuretés proviennent de la réserve d'<sup>4</sup>He et le rétrécissement se fait avant le point de mélange.

Remarque: le rétrécissement améliore dans certains cas les performances de la dilution.

#### c) Mesure des performances thermiques du système complet

##### 1) Essais à température fixe (T=4.2K)

Le prototype 4 K-0,1 K a été construit et testé intégralement, dans sa forme finale. La différence par rapport au système précédent consiste dans l'impédance

utilisée pour réaliser l'étage à 1,5 K. Pour le prototype, on utilise un capillaire de diamètre 15  $\mu\text{m}$  et longueur 5 cm (une impédance plus fine), ce qui impose des pressions à l'injection supérieures au cas précédent.

La mise à froid du démonstrateur a été faite sur un cryostat 4 K .

Les résultats de cette mise à froid sont :

débit $^3\text{He}$	débit $^4\text{He}$	$P^3\text{He}(b)$	$P^4\text{He}(b)$	$T_{\text{plaque}}$	$T_{j-t}$	Q
$\mu\text{mol/s}$	$\mu\text{mol/s}$	bar	bar	mK	K	nW
2	6	7,8	7,8	101	2,4	0
2	8	11,5	11,5	82	2,2	0
2	8	11,5	11,5	96	2,2	50
2	8	11,5	11,5	109	2,2	100

Remarque :

La température de la plaque froide est inférieure à 100 mK, pour les 150 fils électriques et 50 nW de puissance supplémentaire sur cette plaque.

Des puissances supérieures peuvent être ajoutées sur la plaque froide, mais ce cas cela augmente le débit utilisé (au total 10  $\mu\text{mol/sec}$ ).

2) Essais à température variable

Un autre essai thermique, fait pour tester les performances du démonstrateur, a été d'utiliser un cryostat à circulation d'hélium. La plaque froide de ce cryostat est refroidie par un débit constant d'hélium qui arrive à travers une canne de transfert.

L'inconvénient est que la pression dans le réservoir doit être supérieure à 300 mb et la température d'hélium transférée est supérieure à 4,2 K.

L'avantage est que l'on peut obtenir, par variation de débit et régulation de température en utilisant un chauffage, la température que l'on désire à partir de 4,7 K jusqu'à 10 K.

Un premier test du circuit de dilution sur ce cryostat a donné les résultats suivants:

débit 3He	débit 4He	P <sup>3</sup> He(b)	P <sup>4</sup> He(b)	T <sub>plaque</sub>	T <sub>j-t</sub>	Q
μmol/s	μmol/s	bar	bar	mK	K	nW
1,5	6	2,5	2,5	116	1,42	0
2	6	3	3	122	1,47	0
2	8	5	5	85	1,47	0

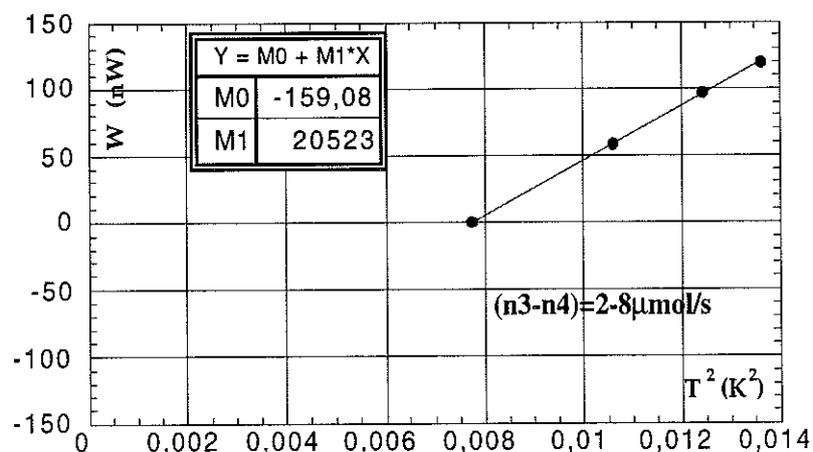
On remarque les pressions d'injection qui sont plus faibles que dans le cas précédent.

Une deuxième mise à froid a été faite en utilisant un cryostat dont la température de la partie froide varie entre 10 K et 4 K.

On teste la partie 0,1 K pour différents débits et différentes charges thermiques sur la partie 0,1 K.

La température de l'étage 4 K se situait autour de 5 K, ce qui pouvait poser des problèmes de liquéfaction d'hélium.

débit 3He	débit 4He	P <sup>3</sup> He	P <sup>4</sup> He	T <sub>bm</sub>	T <sub>j-t</sub>	Q
(μmol/s)	(μmol/s)	bar	bar	mK	K	nW
2	8	4,5	4,5	88	1,47	0
2	8	4,5	4,5	103	1,47	58
2	8	4,5	4,8	111,5	1,47	97
2	8	4,5	4,5	116,7	1,47	120
2	10	6,7	7	105	1,51	120



On remarque la variation en  $T^2$  de la puissance du système. Les pertes intrinsèque au système sont de 159 nW.

La deuxième étape a été de changer la température de l'étage 4 K. Les résultats sont présentés dans la table suivante:

débit-3He ( $\mu\text{mol/s}$ )	débit-4He ( $\mu\text{mol/s}$ )	T (4K) (K)	Press.-He3 (bar)	Press.-He4 (bar)	T (2K) (K)	T (0.1K) (mK)
2	8	5,3	7,3	8	1,5	93
2,5	10	8	9,2	12	1,57	86
2	10	9	9	12	1,6	78

On remarque que tout l'apport de chaleur amené par l'augmentation de température est supporté par l'étage Joule-Thompson où l'on dispose de quelques centaines  $\mu\text{W}$  de puissance supplémentaire. Enfin, l'étage 0,1 K n'est pas affecté par cette augmentation de température.

#### Conclusion:

Les performances thermiques de la dilution restent très bonnes, même quand la température de l'étage à 4 K varie entre 5 K à 9 K.

Le refroidissement de l'étage à 4 K peut être fait en utilisant un bain d'hélium, une circulation d'hélium et aussi une machine capable de produire une température de 4,2 K avec une certaine puissance. Ces mesures faites pour la dilution peuvent être utiles pour le dimensionnement des machines de refroidissement de la plaque 4 K, étant donné qu'elles utilisent une détente Joule-Thompson dans l'étage final. Une telle détente impose une température fixe avec une plage de valeurs de puissance disponible à cet étage.

#### **d) Puissance disponible sur la détente Joule-Thompson**

Des tests de mesure de puissance disponible sur l'étage Joule-Thompson du démonstrateur ont été faits en utilisant une résistance de chauffage de 1000 Ohm. L'étude a été faite en utilisant de l' $^4\text{He}$  pur et aussi de l' $^3\text{He}$  pur.

#### **Détente en $^4\text{He}$ :**

Dans le tableau, on a représenté le débit d'injection, la température de l'étage Joule-Thompson, la pression à l'injection et la puissance que l'on peut ajouter sur l'étage Joule-Thompson pour que la température de cet étage reste stable. Ces

mesures ont été faites avec une température du cryostat test comprise entre 4,6 K et 4,8 K.

débit ( $\mu\text{mol/s}$ )	Tj-t (K)	P (bar)	Q ( $\mu\text{W}$ )
6	1,69	1,1	282
7	1,7	1,6	446
8	1,73	2,2	522
10	1,76	3,9	710

#### Détente en $^3\text{He}$ :

Les mêmes mesures ont été faites en utilisant de l' $^3\text{He}$  pur:

débit ( $\mu\text{mol/s}$ )	Tj-t (K°)	P (bar)	Q ( $\mu\text{W}$ )
6	0,987	2,6	0
9	1	4,8	280

#### Conclusion :

Les résultats obtenus par la mesure correspondent au calcul théorique obtenu au chapitre 2, à partir des courbes d'enthalpie. Dans le cas de la dilution, la détente est faite sur le mélange qui contient 20 % d' $^3\text{He}$  dans l' $^4\text{He}$ . Les performances de cette détente sont plus proches des performances obtenues sur l' $^4\text{He}$  pur.

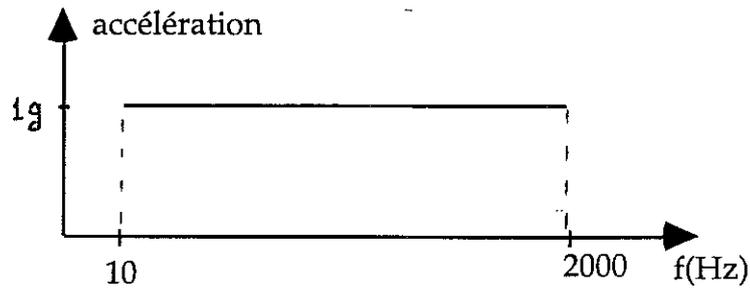
### III-B-3 Test de vibration

Nous avons fait 3 tests de vibration pendant la conception et la réalisation progressif du prototype pour connaître et améliorer les performances du montage.

Les spécifications du test de vibration auxquelles le système doit résister sont:

#### 1. Test sinus bas niveau

Ce test est fait sur une plage de fréquences comprise entre 10 Hz et 2000 Hz. Le système est accéléré à 0,5 g, ce qui permet de déterminer la fréquence de résonance du système sans le fatiguer.

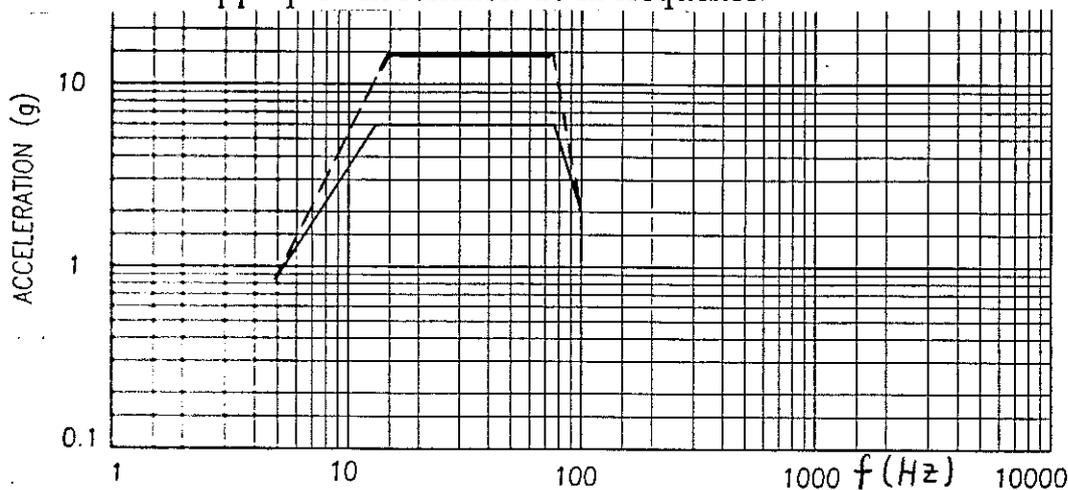


**Figure 3b.8** Sinus bas niveau appliqué à la maquette

Il est fait après chaque test de qualification et permet de suivre le déplacement de la fréquence de résonance du système si cela se produit. Si cette fréquence se déplace vers les basses fréquences, cela signifie que la rigidité du système commence à se dégrader (les vis se desserrent, etc).

## 2. Test de qualification sinus 20 g

Ce test consiste à appliquer au système des accélérations qui vont augmenter progressivement en fonction des fréquences. Dans la figure 3b.8 on représente l'accélération à appliquer en fonction de la fréquence:



**Figure 3b.9** Les fréquences de test en sinus 20g.

Pour résister à ce test, le système doit avoir une fréquence de résonance supérieure à la fréquence maximale de test.

## 3. Test de qualification aléatoire

Les fréquences aléatoires sont les fréquences qui agissent le plus sur le système au moment du décollage. La gamme de fréquences pour ce test est présentée dans le graphique 3b.9.

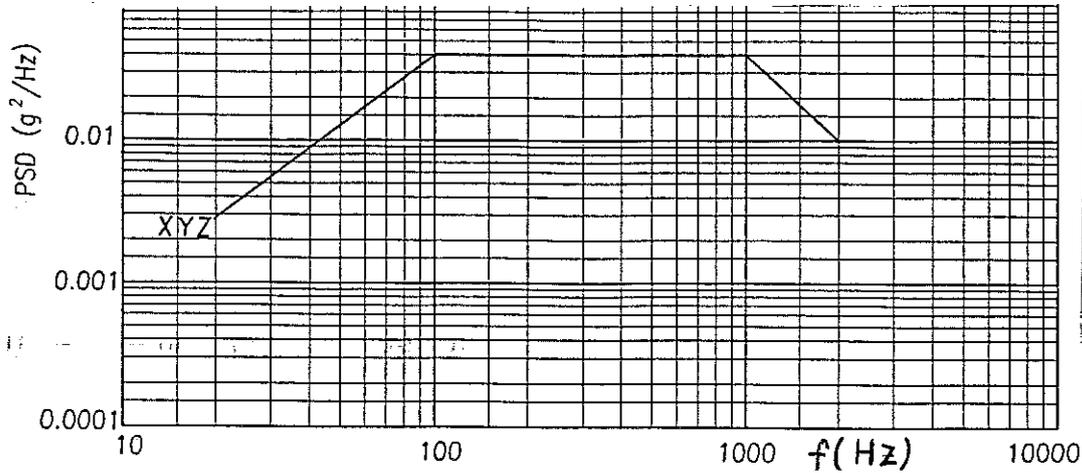


Figure 3b.10 Les fréquences aléatoires de test.

Tous ces tests sont faits sur les trois axes indépendamment.

Dans ce qui suit, nous présentons les résultats des différents tests réalisés.

a) Vibration de l'ensemble 0.1 K - 2 K

Le premier test de vibration a été fait pour l'ensemble 0.1 K - 2 K, avec une masse de 0,5 kg sur la plaque 0,1 K . Le fil de suspension était en kevlar, avec un diamètre  $\varnothing=0,6$  mm et une tension de rupture de 70 kg.

On a trouvé la fréquence de résonance du système égale à 155 Hz sur les trois axes.

Le résultat d'un test de vibration sur un axe est présenté dans les figures suivantes, le reste des mesures est donné dans l'annexe.

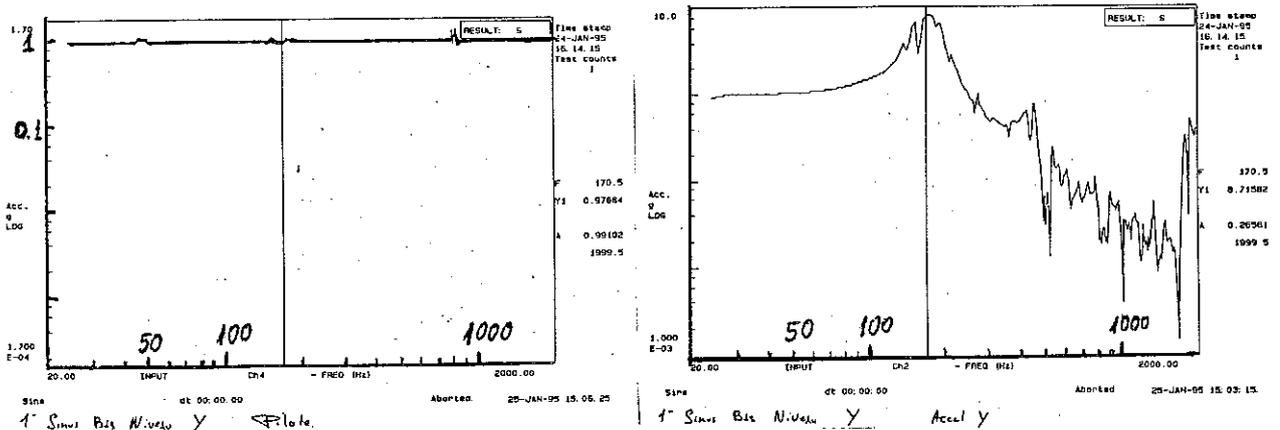


Figure 3b.11 a-le signal d'excitation appliquée; b-réponse sinus basse fréquence.

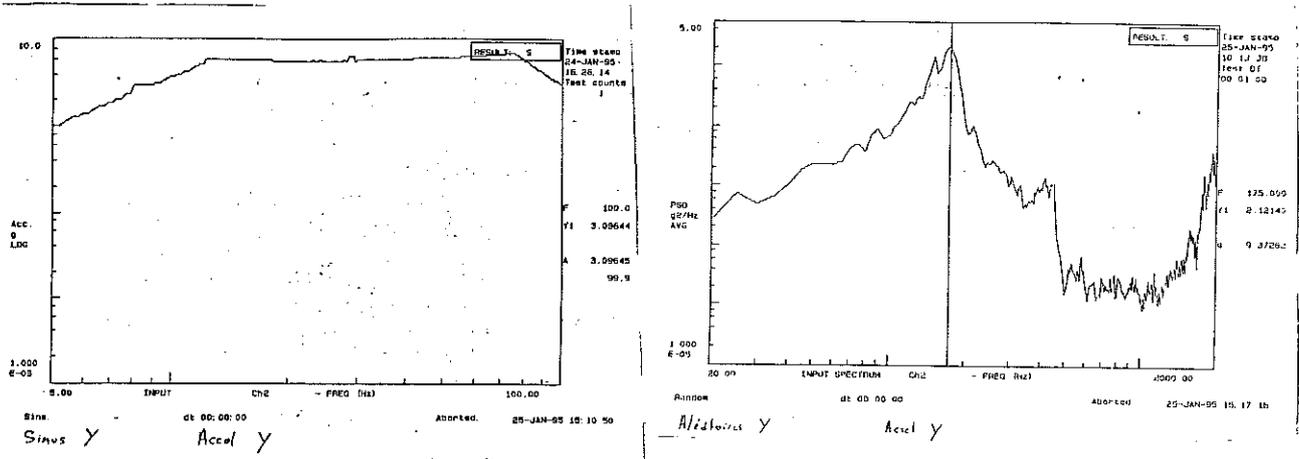


Figure 3b.12: a) réponse sinus 10 g ; b) réponse fréquence aléatoire

Conclusion:

Le système a été testé à une accélération inférieure à celle prévue dans la norme. Nous avons trouvé une fréquence de résonance égale à 150 Hz sur les 3 axes, on en déduit donc que le système est bien équilibré.

Suite au test de mise en froid du système, nous nous sommes rendus compte que les procédures de nettoyage des tubes de sortie du mélange n'étaient pas satisfaisantes, ce qui nous a amené à les améliorer.

**b) Vibration de l'ensemble complet**

Le premier ensemble complet réalisé a été conçu avec les suspensions des étages 2 K- 4 K d'une seul côté.

Le résultat de test passé sur l'axes Z est:

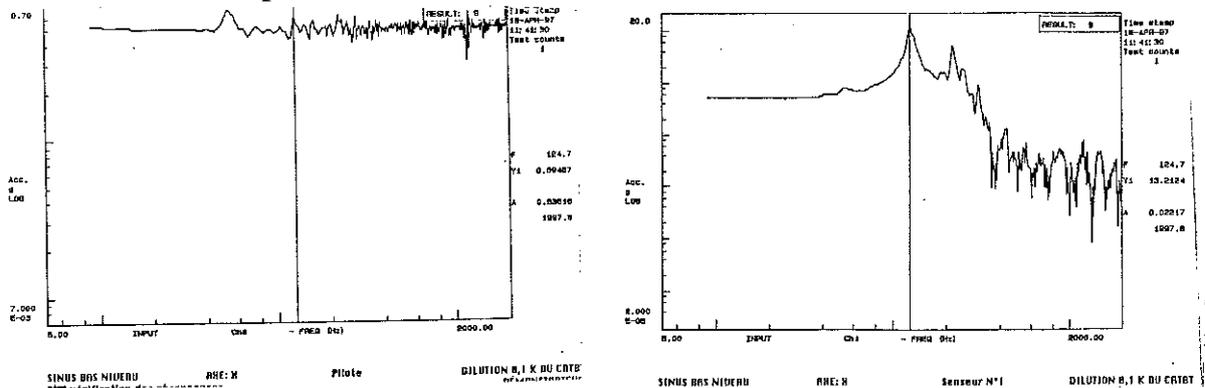


Figure 3b.13 a) le signal appliquée; b) réponse sinus BAS NIVEAU

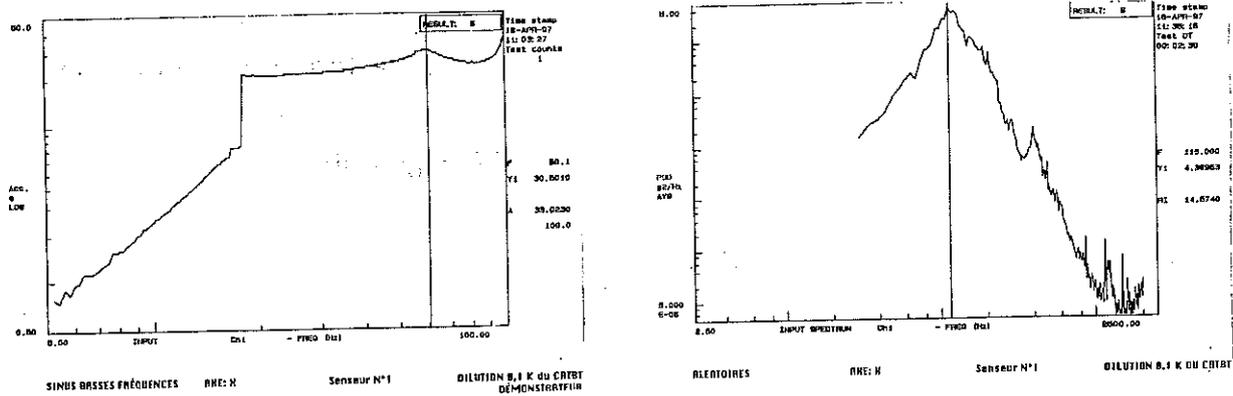


Figure 3b.14 a) réponse sinus 20 g ; b) réponse fréquence aléatoire

Le test a été fait aux normes, avec une masse de 0,65 kg sur la plaque 0,1 K.

Les suspensions utilisées ont été :

- étage 0,1K - 2K; fil kevlar  $\varnothing=0,6$  mm
- étage 2K - 4K; fil kevlar  $\varnothing=0,9$  mm

Les supports 2 K - 4 K ont été testé ensuite sur une axe perpendiculaire à l'axe Z. Elles ont cassé. Les modes de vibration rotatoire ont été plus importants que prévu et la tension de rupture du support n'a pas été suffisante.

Nous avons observé minutieusement les pièces qui pouvaient frotter contre fil en kevlar avec des arrêtes assez vives.

La mise à froid du système après le test n'a pas mis en évidence de bouchage des capillaires, d'où l'on a conclu que le nettoyage appliqué était satisfaisant.

### Conclusion

Un renforcement des supports 2 K-4 K et un alésage des pièces à l'endroit où ils sont très près des fils de suspension sont nécessaires, ainsi qu'une amélioration des pièces qui mettent en tension le fil de kevlar.

### c) Vibration après modification des suspensions

Nous avons renforcé les suspensions dans le plan (x-y) où elles étaient plus fragiles, par l'introduction d'autres supports dans le plan supérieur. Pour une meilleure sécurité, nous avons changé le diamètre des fils de kevlar utilisés:

- Pour l'étage 0,1 K - 2 K; fil kevlar  $\varnothing=0,9$  mm
- Pour l'étage 2 K - 4 K; fil kevlar  $\varnothing=1,2$  mm

On en déduit le nombre de moles contenues dans le bouchon:

**cas 1.** Nombre de moles d'hydrogène  $n=6,48 \cdot 10^{-8}$  moles, ce qui donne un volume à l'ambiante de  $V=1,45 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3$ . La concentration d'impuretés maximum dans la réserve d' $^4\text{He}$  sera de  $x_{4\text{He}}=6,8 \cdot 10^{-11}$ .

**cas 2.** Nombre de moles d'hydrogène  $n=4,14 \cdot 10^{-9}$  moles, ce qui donne un volume à l'ambiante de  $V=9,2 \cdot 10^{-8} \text{ m}^3$ . La concentration d'impuretés maximum dans la réserve d' $^4\text{He}$  sera de  $x_{4\text{He}}=4,33 \cdot 10^{-12}$ .

Actuellement, la pureté maximum d' $^4\text{He}$  obtenue est de **10 ppb** $=10^{-8}$ , dans des réserves spécialement conçues pour ne pas dégazer à long terme.

### b) Utilisation de pièges et de réchauffeurs

Comme ces valeurs de pureté ne peuvent pas être atteintes, on part de l'idée qu'il y a une certaine quantité d'impuretés qui doit être piégée dans des endroits précis, de façon à ne pas affecter le fonctionnement de la dilution. La pureté habituelle de l'hélium est de 10 ppm  $=10^{-5}$ . Dans la réserve d' $^4\text{He}$ , avec une telle concentration d'impuretés, on va piéger les gaz à différents niveaux entre  $T=300 \text{ K}$  et  $T=20 \text{ K}$ , en utilisant du charbon actif.

Le schéma des utilisations des pièges à charbon est présenté dans la figure 3b.16.

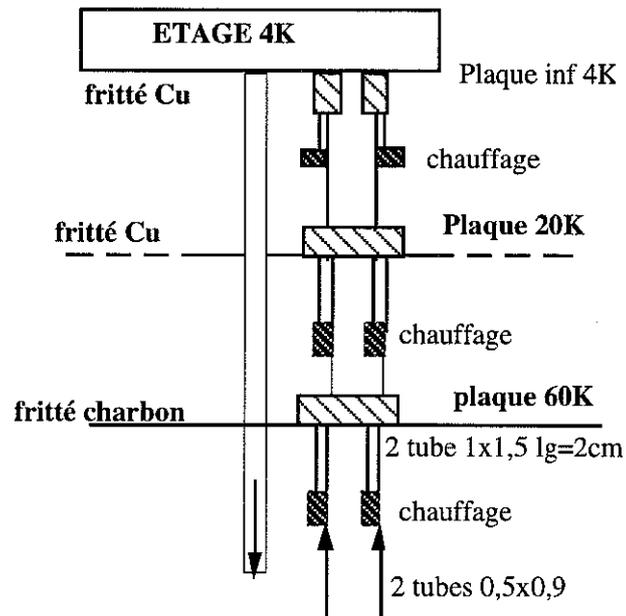


Figure 3b.16 Le schéma du circuit de purification des injections d'hélium.

On dispose de pièges à charbon sur les étages thermiques qui se trouvent à  $T=60$  K et  $T=20$  K, et disposent d'une certaine puissance de refroidissement.

Si le bouchage se produit au long du tube, avant les pièges, un chauffage intermédiaire monté directement sur les tubes va pouvoir chauffer seulement le tube, en évaporant localement les impuretés. Elles seront cryopompées dans le piège à charbon qui se trouve sur l'étage le plus froid.

A  $T=4$  K, le charbon actif ne peut pas être utilisé parce que l'hélium sera piégé; il est remplacé par de la poudre de cuivre frittée.

On peut calculer maintenant, en fonction des impuretés qui se trouvent dans la réserve, le volume des impuretés à froid.

En utilisant la même méthode qu'auparavant, pour une concentration de 10 ppm, le volume des impuretés à froid est :

$$V_{\text{impuretés}} = 0,22 \text{ cm}^3$$

Ce volume peut être facilement réalisé avec de la poudre de cuivre ou du charbon actif. Ce procédé de débouchage entre  $T=300$  K à  $T=4$  K, ne doit pas affecter beaucoup le fonctionnement de la dilution; la température de l'étage ne se modifie pas beaucoup. Seule la variation du débit va produire des échauffements sur la plaque à 0,1 K.

### c) Redondance de la dilution

Malgré toutes les précautions qu'on a prises, il existe toujours une faible probabilité que le système tombe en panne. Rajouter une redondance au système peut constituer une solution qui va augmenter la fiabilité, mais rendre le système plus complexe.

Rajouter un 2<sup>ème</sup> circuit de dilution implique:

- l'existence d'une conduction thermique supplémentaire du 2<sup>ème</sup> échangeur; elle est négligeable par rapport à la puissance de refroidissement de l'échangeur,
- dans le cas d'un changement dans le circuit de dilution, un pompage complet de celui-ci doit être fait; il y aura une formation de film superfluide à l'intérieur des tubes qui sera pompé en temps;
- la masse supplémentaire apportée par les tubes de dilution est assez faible (<50 grammes), la masse de l'échangeur discret sur les étages 2 K et 4 K sera plus importante que celle des échangeurs continu (environ 100 grammes );
- pour le pilotage des débits, on doit augmenter d'un facteur 2 le nombre de vannes et de capteurs de pression utilisés.

Conclusion:

Le montage de deux circuits de dilution n'influence pas les performances thermiques du système et n'augmente pas les débits de fonctionnement.

La rigidité mécanique des supports 0,1 K-2 K ne sera pas affectée, la masse rajoutée étant négligeable.

La masse de l'étage 2 K va augmenter en fonction du poids des échangeurs discrets, mais en moyenne, la fréquence de résonance du système sera la même.

## III-C Refroidissement à très basse température

Nous avons aussi envisagé d'obtenir des très basses températures, inférieures à 5 mK, utilisant un étage à désaimantation adiabatique nucléaire qui sera monté directement sur un étage de dilution en cycle ouvert. Cela va permettre le refroidissement à des températures au-dessous de 10 mK en apesanteur. Pour des considérations techniques, (diamètre des capillaires, surface d'échange), ces températures ne peuvent pas être atteintes avec le procédé de dilution.

Dans cette section on étudie les matériaux qui sont le mieux adaptées aux performances et à la puissance disponible de la dilution en cycle ouvert. Les caractéristiques<sup>31</sup> des différents matériaux paramagnétiques qui peuvent être des candidats pour une désaimantation à faible champ, à partir d'une température inférieure à 0.1 K, sont présentées dans la table ci-dessous :

matériel	PrNi <sub>5</sub>	PrCu <sub>5</sub>	PrCu <sub>6</sub>
b (T) champ magnétique résiduel	0.065	0.45	0.136
T <sub>c</sub> (mK) Température de transition	0.4	40	2.4
S/V (J/K cm <sup>3</sup> )	0.102	0.21	0.096
1+K	8.1/16.4	198/29	15.3
χ (mol SI)\ \	0.477/1.03	-	-
σ (W/Km)	0,5	-	-
Masse molaire (gr/mol)	434,5	458,75	522,3
densité (g/cm <sup>3</sup> )	8,5449	8,5949	8,647

### a) Rappel du principe de désaimantation

1. L'étage de désaimantation est refroidi à la même température que la dilution en utilisant un interrupteur thermique pour accélérer le procédé de refroidissement. Soit  $T_i$  cette température.

2. Une fois la température minimale de la dilution atteinte, un champ magnétique est appliqué lentement à l'étage de désaimantation, jusqu'à la valeur maximale de la bobine  $B_i$ , de façon isotherme. La chaleur de magnétisation que l'étage de désaimantation reçoit est enlevé par la puissance frigorifique de la dilution. La chaleur à absorber pendant la montée du champ est:

$$-\Delta Q = T_i [ S(B_i, T_i) - S(0, T_i) ]$$

3. Arrivé au champ maximal  $B_i$  et à la température de la dilution  $T_i$ , on va refroidir la partie qui contient l'étage de désaimantation, par l'arrêt de la conduction thermique de l'interrupteur.

4. La dernière étape est la désaimantation adiabatique, où, en diminuant le champ magnétique  $B \rightarrow 0$ , le système absorbe de la chaleur en diminuant la température de cet étage.

Dans les paragraphes suivants, on va calculer les conditions optimales pour une telle désaimantation, puissance nécessaire et puissance fournie, temps de refroidissement, ainsi que la taille de la cellule, en fonction des différentes valeurs des champs magnétiques.

#### b) Calcul de puissance nécessaire sur l'étage à dilution

On regarde maintenant la quantité de chaleur que le système est capable d'absorber. Dans le diagramme entropie-températures, la quantité de chaleur absorbée quand la désaimantation se produit à partir de  $B_i = 0,2 \text{ T}$  jusqu'à  $B_f = 0 \text{ T}$  est donnée par la partie hachurée ( $Q = T \Delta S$ ).

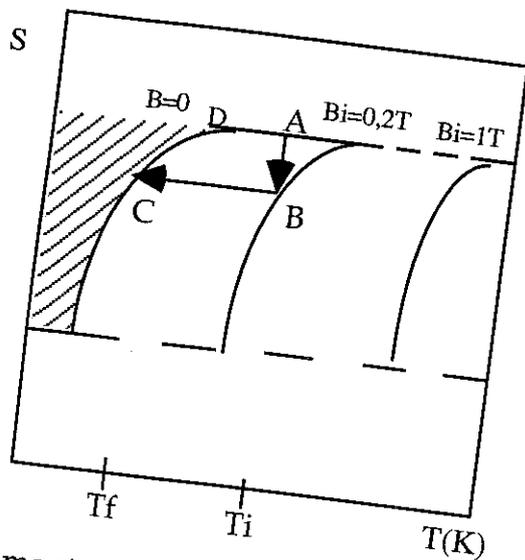


Figure 3c.1 Un cycle de désaimantation adiabatique

On remarque que si on arrête la désaimantation à un champ final  $B_f \neq 0$ , la température finale de l'étage de thermalisation sera supérieure à celle qu'on obtiendrait si  $B_f = 0$ . L'avantage est que la quantité de chaleur absorbée est plus grande si

Une fois le système refroidi, il va commencer à se réchauffer par les pertes externes qui arrivent sur cet étage. Cette quantité de chaleur est :

$$\Delta Q (B=0) = \int C_0 dT = \int T \partial S / \partial T dT \text{ pour l'intervalle de température } (T_0, T_i).$$

Elle définit la variation de température de l'étage expérimental en temps, variation qui peut être lente mais continue.

Pour certaines expériences, la nécessité d'avoir une température constante en temps est impérative et une solution pour la désaimantation est d'utiliser une régulation de champs<sup>32</sup>.

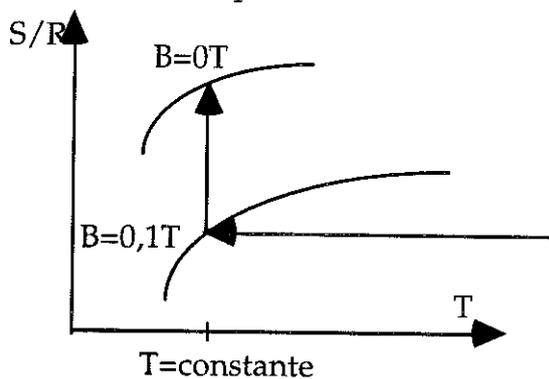


Figure 3c.2 Désaimantation par régulation du champ magnétique

La chaleur de désaimantation qui doit être enlevée de l'étage froid<sup>33</sup> est :

$$\Delta Q_m = - n \lambda B_i^2 / T_d,$$

$n$  : nombre de moles du matériel paramagnétique

$\lambda$  : constante de Curie nucléaire par mole

$$\lambda = N_a \cdot l(l+1)(\mu \cdot g)^2 / 3k;$$

$$N_a = N_b \text{ Avogadro} = 6 \cdot 10^{23}$$

$\mu$  :  $5 \cdot 10^{-27}$  magnétron nucléaire

$g = 2$  facteur nucléaire

$$l = 5/2; \quad k = 1.3 \cdot 10^{-23}$$

$$\lambda = 1.34 \cdot 10^{-5}$$

Exemple: pour 1 gramme de chaque matériel,  $T_d = 80$  mK et  $B=1$  T :

$$\text{PrNi5} \rightarrow n = 2,3 \cdot 10^{-3} \text{ [mol]} \quad \Delta Q_m = - 385 \text{ nW}$$

$$\text{PrCu5} \rightarrow n = 2,18 \cdot 10^{-3} \text{ [mol]} \quad \Delta Q_m = - 365 \text{ nW}$$

$$\text{PrCu6} \rightarrow n = 1,914 \cdot 10^{-3} \text{ [mol]} \quad \Delta Q_m = - 320 \text{ nW}$$

La variation de la chaleur de désaimantation  $\Delta Q_m$  est en  $T^{-1}$ .

La puissance pour la dilution peut être adaptée en fonction des débits utilisés: elle est d'environ 100 nW/sec pour  $T_d = 80$  mK. Le champ magnétique doit être monté progressivement pour pouvoir évacuer toute cette chaleur.

Si l'on choisit un sel en fonction de la chaleur de désaimantation à évacuer, le meilleur candidat est  $\text{PrCu}_6$  (praseodyme-cuivre 6).

On regarde la montée en champ magnétique pour cet échantillon:

$$B_f^2 - B_i^2 = \frac{Q_d T_d}{n\lambda} \quad \text{où } Q_d = \text{puissance du cryostat} = 100 \text{ nW},$$

Si  $B_i = 0 \text{ T}$  et  $B_f = 0,5 \text{ T}$ , pour un pas de  $\Delta B = 0,1 \text{ T}$ , le cryostat est capable d'absorber la chaleur de magnétisation en un temps très court.

Calcul en fonction de l'entropie:

$$Q = T_d ( S(B_i, T_i) - S(B_f, T_f) ) \quad T_i = T_f = T_d = 0,08 \text{ K}, B_i = 0 \text{ T}, B_f = 0,5 \text{ T}$$

Pour trouver l'intervalle optimal de température et de champ magnétique pour la désaimantation, on étudie la variation de l'entropie avec la température et le champ magnétique. L'entropie d'un système paramagnétique de  $N$  spins  $1/2$ , indépendant dans un champ  $B$  est calculée dans un ensemble canonique comme étant :

$$S = N k_b \left[ \ln \left( 2 \cosh \frac{\mu B}{k_b T} \right) - \frac{\mu B}{k_b T} \operatorname{th} \frac{\mu B}{k_b T} \right]$$

où :

$N$  : nombre de particules

$\mu$  : moment magnétique  $= g_j \mu_b J$ ;

$g_j$  : facteur de Landé,  $\mu_b$  - magnéton de Bohr

$B$  : champ magnétique

Si  $T \rightarrow 0$ , alors  $S \rightarrow 0$ .

L'intervalle optimal de température et du champ magnétique se trouve dans les courbes d'entropie - température. On a fixé la température de la dilution qui peut varier de 50 mK à 80 mK. Le choix de la bobine est aussi important.

Dans le cas  $\text{PrCu}_6$ , pour une température de l'étage à dilution, de 50 mK et un champ magnétique de  $B = 2 \text{ T}$ , la température finale de désaimantation se situera autour de 5 mK (passage de A-B-C). Pour un champ magnétique supérieur, le refroidissement peut se faire jusqu'à une température plus basse. Pour avoir une température stable, on peut faire une régulation du champ magnétique de 0,5 T à 0 T ( passage  $A_0 - B_0 - C_0$ ).

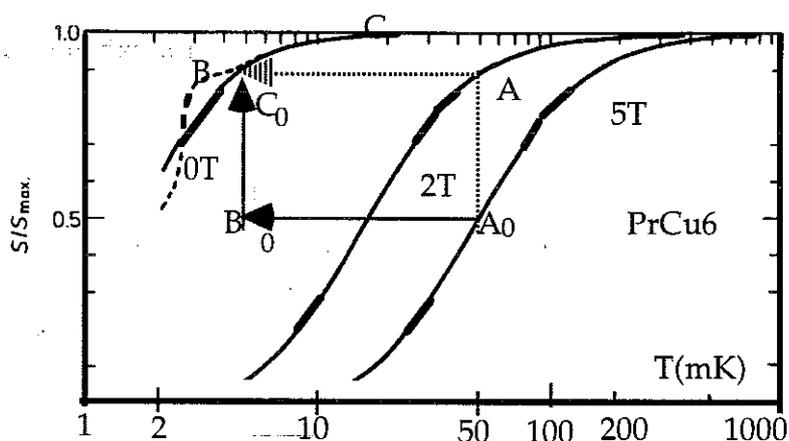


Figure 3c.3 Le diagramme d'entropie pour PrCu6 [K. Andres et O.V. Lounasmaa]

Dans la figure 3c.3, on représente les courbes d'entropie, normalisées par l'entropie maximale, en fonction de la température.

Plus le champ magnétique est important, plus la température de l'étage de dilution peut être élevé. La puissance absorbée par désaimantation sera plus importante.

Dans le diagramme de PrNi<sub>5</sub><sup>34</sup>, dans les mêmes conditions que PrCu<sub>6</sub> et pour un champ magnétique de 2 T, la température minimale de descente se situe autour de 2 mK.

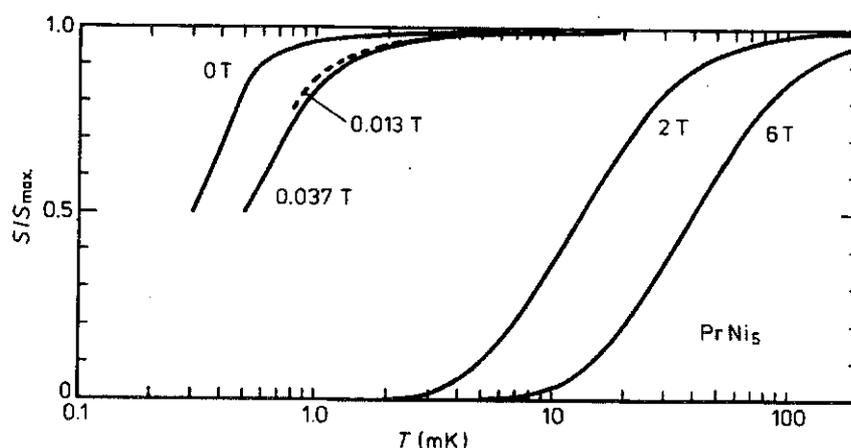
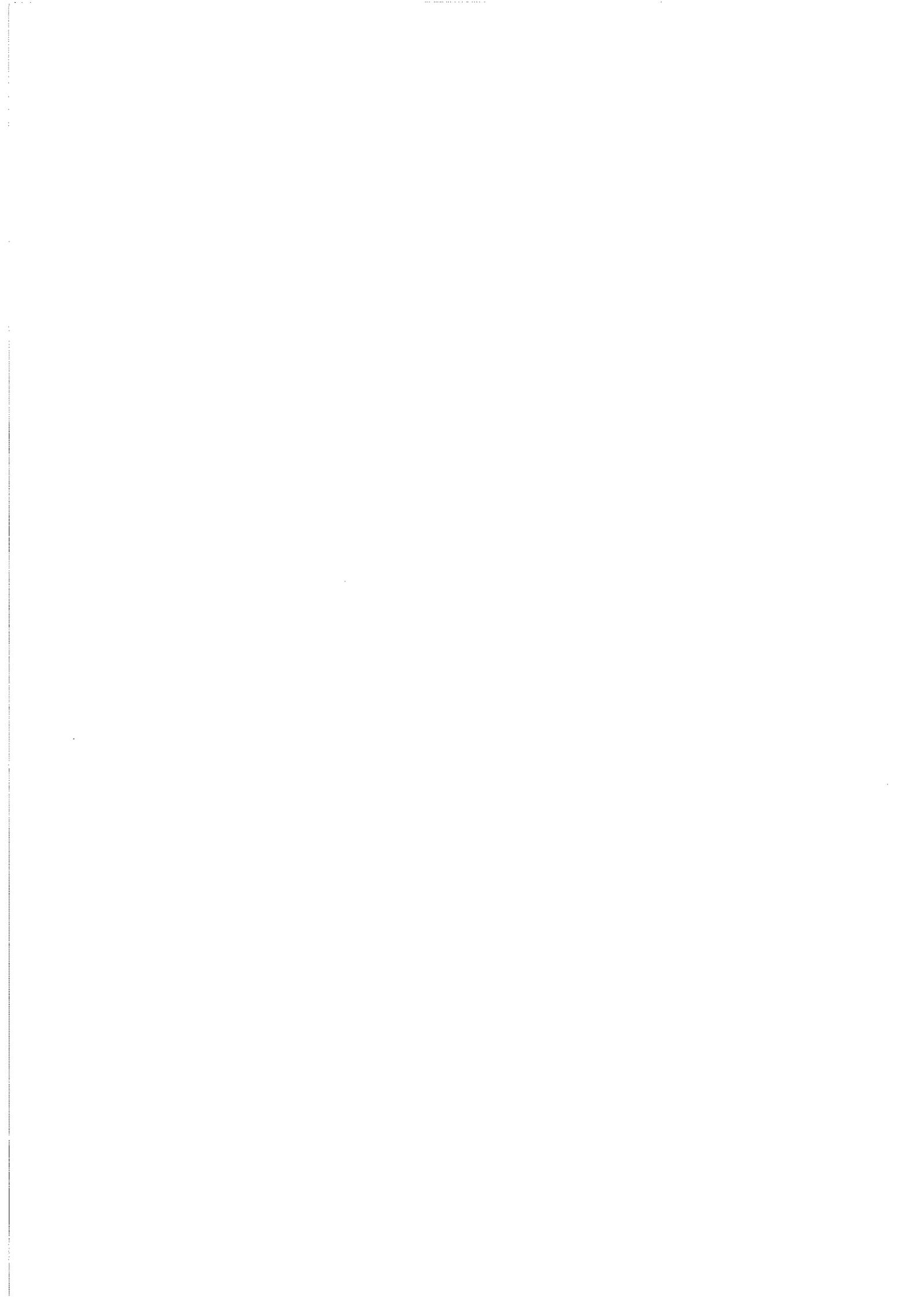


Figure 3c.4 Le diagramme théorique pour PrNi<sub>5</sub>

Le diagramme théorique pour PrCu<sub>5</sub><sup>35</sup> est tracé dans le graphique ci-dessous, en fonction des valeurs calculées.

$S = N k_b [ \text{Ln}(2 \text{ ch}(\mu B/k_b T)) - \mu B/k_b T \text{ th}(\mu B/k_b T) ]$  ; développement en deuxième ordre:

$$S = N k_b [ \text{Ln}(2 + (\mu B/k_b T)^2) - \frac{2(\mu B/k_b T)^2}{(2 + (\mu B/k_b T)^2)} ]$$



## Annexes

### Annexe 1: Propriétés des fluides cryogéniques

#### 1.1 L'hélium 4

- Liquide, solide, gaz

Je vais présenter succinctement les principales propriétés de l'hélium à basse température, propriétés qui seront utiles pour la compréhension du fonctionnement d'un cryostat à dilution en cycle ouvert.

L' $^4\text{He}$  sous sa forme liquide est un fluide quantique qui présente des propriétés intéressantes à basse température. Son spin nul lui impose un comportement de boson et la statistique de Bose-Einstein décrit son comportement thermodynamique. Les points de transition de phase sont illustrés sur le diagramme de phase<sup>36</sup> suivant:

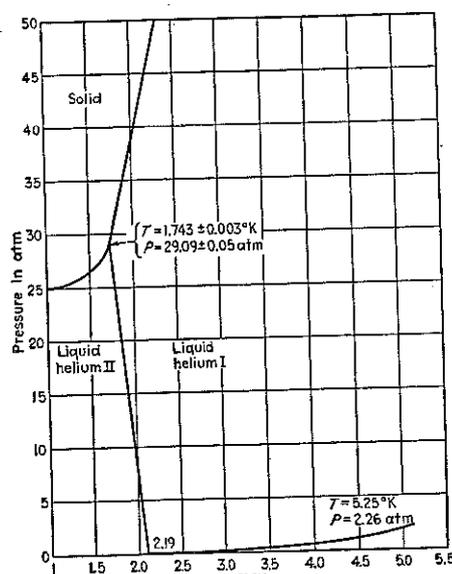


Figure A1.1 Diagramme de phase de l'hélium

L'hélium 4 se liquéfie à partir d'une température qui est en général fonction de la pression.

Il ne présente pas de point triple et ne se solidifie pas par simple abaissement de température, même au zéro absolu. La solidification se produit seulement à haute

pression. La phase liquide est divisée en deux parties: He I et He II, qui ont des comportements et suivent des lois physiques différentes.

- Superfluide

Le changement de phase de l'hélium liquide est montré aussi sur la courbe de chaleur spécifique où l'on remarque le pic de transition de la phase de l'He I (normale) à la phase He II (superfluide)[20] figure A1.2

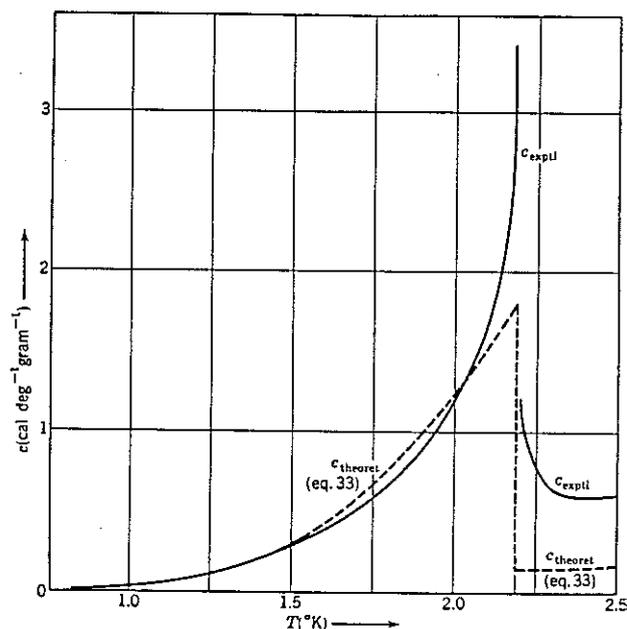


Figure A1.2: Chaleur spécifique de l'hélium 4 en fonction de la température

La phase superfluide est due au caractère de boson de l'hélium. A basse température, les excitations présentes dans le fluide disparaissent et tous les atomes se trouvent sur le niveau fondamental. A des températures inférieures à 2 K, le modèle de à deux fluides décrit le comportement; il prend en compte les 2 phases comme étant 2 fluides indépendants: la phase normale et la phase superfluide.

A plus basse température, la chaleur spécifique de l'<sup>4</sup>He tend vers zéro et sa contribution au bilan thermique est négligeable.

La chaleur spécifique à basse température et pression saturante a été mesurée aussi à partir de la vitesse du son dans l'hélium [London].

$$\begin{aligned} \text{Chaleur spécifique} &= 8,15 \cdot 10^{-4} T^3 \text{ [ cal/deg/cm}^3\text{] pour } 0,25 \text{ K} < T < 0,6 \text{ K} \\ &= 3,75 \cdot 10^{-4} T^3 \text{ [ cal/deg/cm}^3\text{] pour } 0,7 \text{ K} < T < 1 \text{ K} \end{aligned}$$

Les particules qui sont à la base des excitations sont les phonons et les rotons.

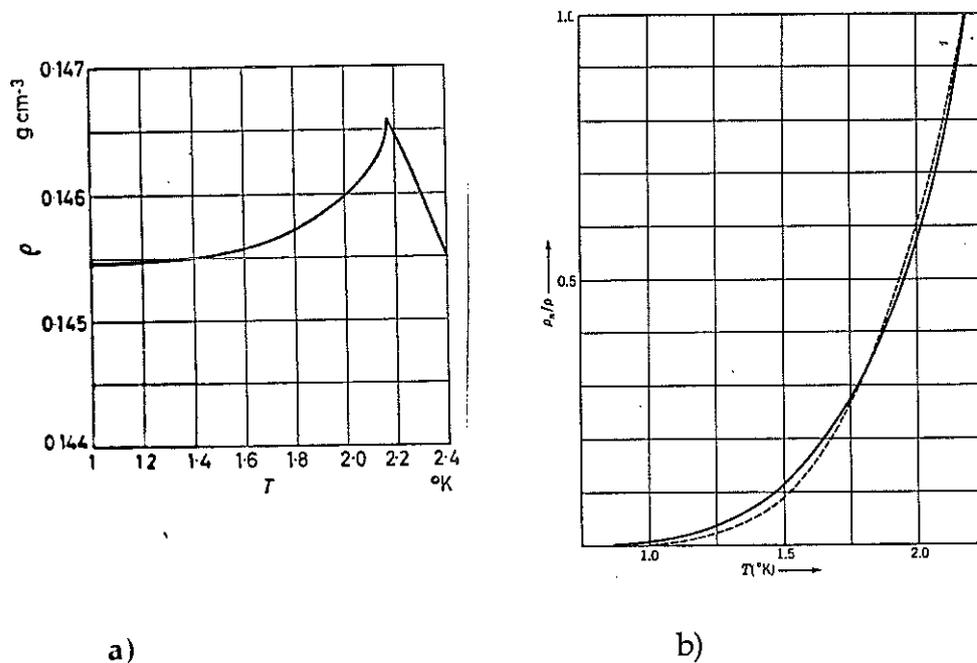
Les phonons sont les excitations des ondes du son longitudinal et représentent le potentiel de mouvement du liquide (rot  $v=0$ ).

Les rotons sont les excitations élémentaires d'un spectre de vortex (rot  $v \neq 0$ ).

Les deux spectres des photons et des rotons sont séparés par un gap. L'état fondamental du système est l'état fondamental de phonons et est aussi l'état fondamental du potentiel de mouvement.

### La densité de l'hélium à basse température

Il a été mesuré la première fois par Kerr en 1957.



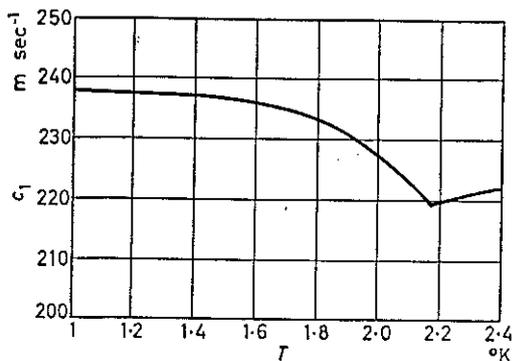
**Figure A1.3** La densité de l'hélium en fonction de la température: a) Variation de la densité totale; b) Rapport entre la densité normale et la densité totale

A des températures inférieures à 2 K, la densité dépend de la concentration de l'hélium superfluide:  $\rho_{\text{total}} = \rho_{\text{superfluide}} + \rho_{\text{normale}}$ .

A  $T < 1$  K, la phase superfluide est dominante et on peut considérer que  $\rho_{\text{normal}} = 0$  et  $\rho_{\text{superfluide}} = \rho_{\text{total}}$ .

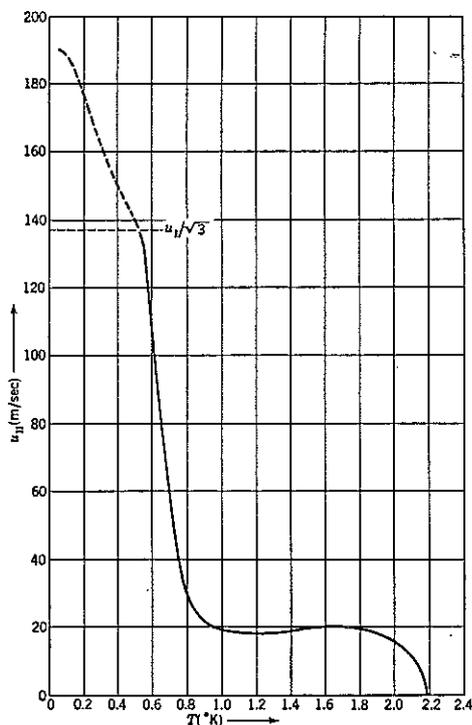
La vitesse du son dans l'hélium:

Elle converge à basse température vers<sup>37</sup>  $u=237$  m/sec. La variation en fonction de la température est représentée sur la figure A1.4.



**Figure A1. 4** La variation du son dans l'hélium en fonction de la température (Chase 1953)

Le deuxième son dans l'hélium est représenté sur la figure 1.5. Il converge à  $T=0$  vers  $u_{II} = u/\sqrt{3}$ .



**Figure 1.5** Le deuxième son dans l'hélium

- Ecoulement

Une caractéristique de l'hélium superfluide est son déplacement à travers des capillaires très fins. Kapitza a démontré que le déplacement de l'hélium à travers des fentes très fines se produit de façon réversible si la vitesse de déplacement ne dépasse pas une certaine vitesse critique. Une étude approfondie de cette vitesse critique a été réalisée par différents procédés, avec un contre-courant net réalisé dans des tubes où l'un des bouts était fermé et relié à un chauffage et l'autre était relié au bain d'hélium [Peshkov].

1. Pour le transport de volume de hélium superfluide à travers le film, les capillaires et des fentes fines, on a:

\* une vitesse critique si le transport de volume se fait à une vitesse inférieure, il se produit sans aucunes pertes; la viscosité de la phase superfluide est nulle (Kapitza).

Cette vitesse critique ne dépend pas de la température pour une fente donnée elle change quand le diamètre de la fente change [Daunt et Mendelssohn].

Dans l'écoulement à travers des tubes, le film superfluide se forme sur les parois des tubes. Il apparaît une vitesse de transfert du film superfluide qui est fonction de la température. A  $T = 1,5$  K, la vitesse de transfert du film a été mesurée de 20 cm/sec pour une épaisseur de film de 35 nm.

\* Un comportement spécifique de la superfluidité apparaît pour une augmentation de la pression hydrostatique ou thermomécanique: la superfluidité diminue et les pertes internes sont importantes. Il y a une augmentation difficile du débit et la vitesse d'écoulement ne dépasse pas la vitesse critique.

Atkins a montré les bords entre la région sub-critique, où des oscillations non amorties apparaissent, et celle super-critique, où les pertes dans le film sont si importantes qu' en faisant varier la pression de plusieurs ordres de grandeur, on n'affecte pas le volume transporté.

Un tube en U est introduit dans un bain d'hélium et l'autre bout dans un réservoir d'hélium liquide. Initialement, il y a une différence de niveau entre l'hélium dans le tube et le niveau d'hélium du réservoir. Un débit d'hélium superfluide va équilibrer le niveau et va produire une différence dans le sens opposé.

Un nouveau flux en sens opposé va se produire et créer des oscillations non amorties. La vitesse étant inférieure à la vitesse critique, le débit superfluide dans le film se réalise sans viscosité.

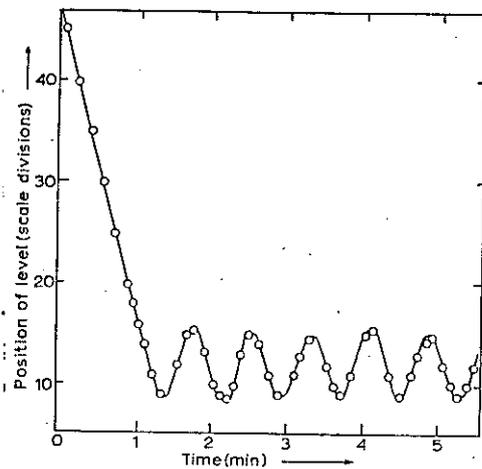


Figure A1.6 Oscillations non amorties du débit du film dans la région sub-critique.

D'autres mesures de la vitesse critique dans le film ont été faites par Mendelssohn (figure 1.7) où l'on distingue bien la vitesse critique.

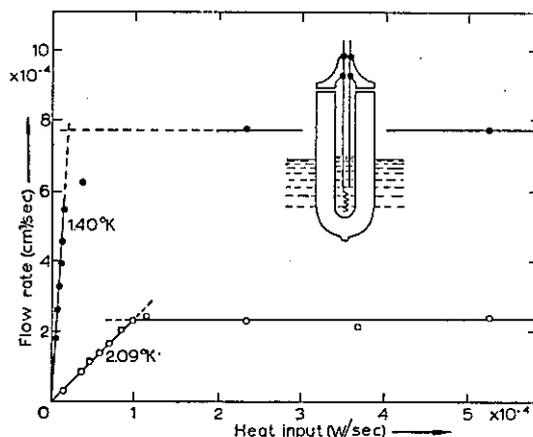


Figure A1.7 Mise en évidence de la vitesse critique.

Pour des chauffages faibles, le débit du film est inférieur au débit critique et il est proportionnel au chauffage. Une fois qu'il atteint une valeur critique, il reste constant même si le chauffage augmente beaucoup.

Des mesures faites par Hebert, Chopra et Brown ont montré la dépendance du débit du film en fonction de la température (figure A1.8).

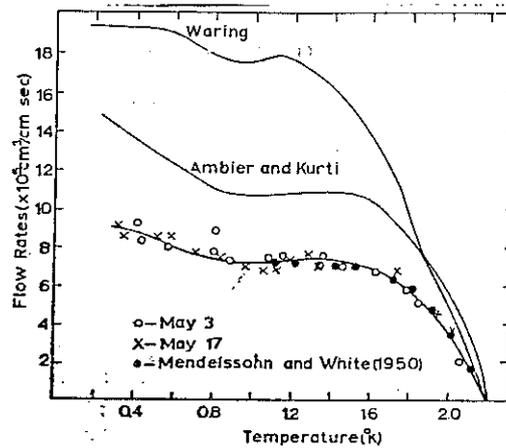


Figure A1.8 Débit du film superfluide dans différentes mesures

La variation du débit du film pour  $T > 1$  K s'explique par le changement de densité du composant superfluide.

Le produit de la vitesse de la partie superfluide par l'épaisseur du film est indépendant de la température et les valeurs coïncident avec les résultats obtenus antérieurement où il n'y avait pas de variation en fonction de  $T$ . L'augmentation du débit à  $T < 1$  K est due à l'augmentation de l'épaisseur du film.

(Si il y a des impuretés dans l'hélium, elles se déposent sur la surface et créent une couche absorbante qui augmente l'épaisseur du film superfluide).

\* dans les milieux poreux, Seki et Dickson ont étudié le film superfluide en fonction de la pression pour des pores de  $\varnothing = 0,45 \mu\text{m}$ . Il y a une dépendance aussi de la forme des tubes<sup>38</sup>.

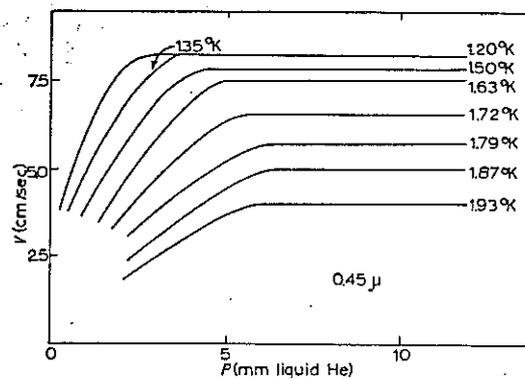
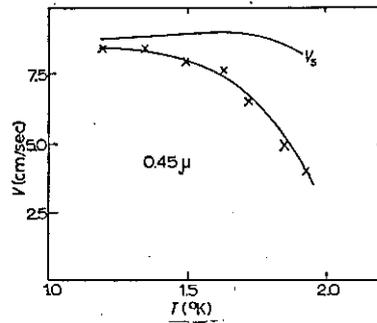


Figure A1.9 La vitesse d'écoulement en fonction de la pression du niveau d'hélium pour des pores de  $\varnothing = 0,45 \mu\text{m}$ .

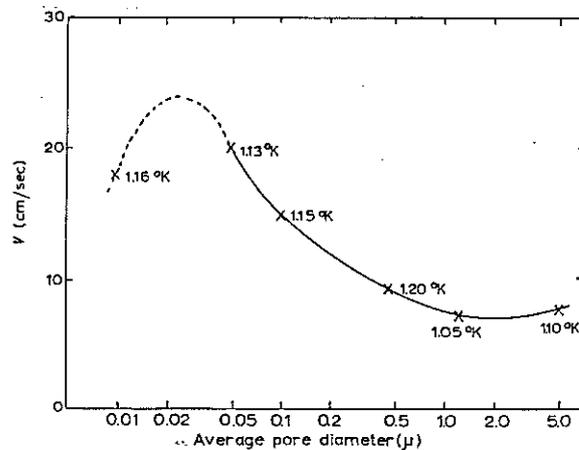
Dans ce cas, la valeur critique est attendue pour une pression équivalente à 5 mm d'hélium liquide, et donc il n'y a pas de dépendance avec la pression.

La dépendance de température pour la vitesse critique du composant superfluide  $v_s = v \rho / \rho_s$ , est représenté dans la figure A1.10 par la courbe du haut.



**Figure A1.10** La vitesse d'écoulement pour une pression de 1 cm d'hélium en fonction de T, pour des pores de  $\varnothing = 0,45 \mu\text{m}$ .

La dépendance de la vitesse d'écoulement en fonction du diamètre des pores est représentée sur la figure A1.11



**Figure A1.11** La vitesse d'écoulement pour une pression de 1 cm d'hélium, à  $T = 1,1 \text{ K}$ , pour des pores de  $\varnothing = 0,45 \mu\text{m}$ .

Dans le débit d'écoulement<sup>39</sup> pour des pores très fins, la composante normale de l'hélium devient très importante. Des mesures par la "méthode overshoot" ont déterminé la vitesse superfluide critique. Sur la figure A1.12 cette vitesse est représentée pour différents diamètres des pores.

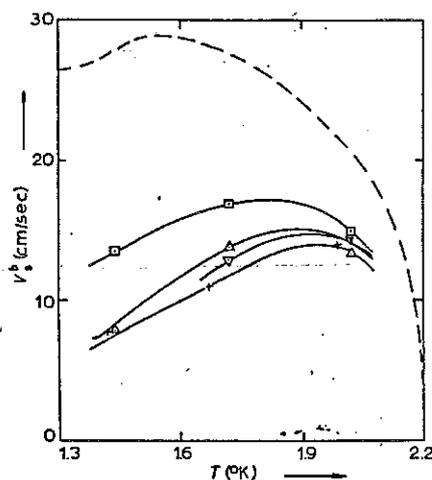


Figure A1.12 La vitesse critique superfluide en fonction de la température.

La courbe en pointillés représente la vitesse du film et les autres courbes (de haut en bas) ont été obtenues pour des pores de diamètres comprise entre  $0,43 \mu\text{m}$  et  $3,1 \mu\text{m}$ .

### Le film superfluide

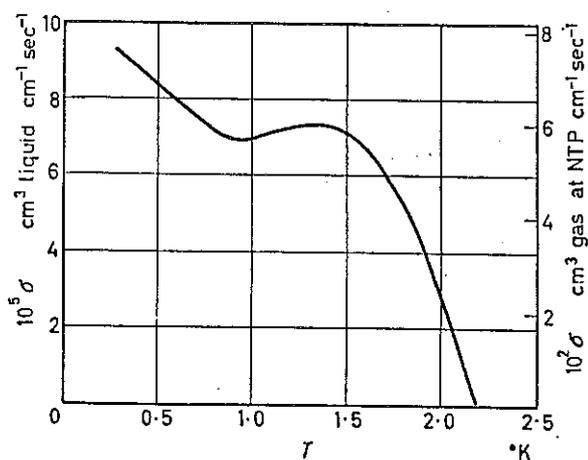


Figure 1.13 Le débit d'hélium saturé par unité de largeur de fente et par unité de temps.

### Viscosité de l'hélium 4

La viscosité<sup>40</sup> du gaz ne change pas beaucoup en fonction de la température :

T (K)	4	20	50	80	100	200	300
$\eta$ (poise)	$10^{-5}$	$3,5 \cdot 10^{-5}$	$6,3 \cdot 10^{-5}$	$8,55 \cdot 10^{-5}$	$9,88 \cdot 10^{-5}$	$15,4 \cdot 10^{-5}$	$20,1 \cdot 10^{-5}$

Pour  $T < 4$  K, la viscosité<sup>41</sup> dépend de la partie superfluide. La viscosité de la phase superfluide est nulle. La variation en fonction de la température de He II, est illustrée sur la figure A1.14.

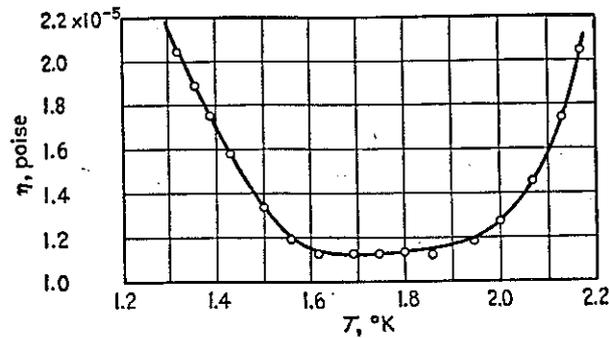


Figure A1.14 Variation de la viscosité de l'<sup>4</sup>He II en fonction de la température.

#### La tension de surface de l'hélium 4

La tension de surface<sup>42</sup> entre 2 liquides peut être décrite par l'équation de Laplace:  $P_1 - P_2 = \alpha \left( \frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right)$  où  $P_1$  et  $P_2$  sont les pressions dans les deux fluides,  $r_1$  et  $r_2$  les rayons de courbure de la surface de tension et  $\alpha$  la tension de surface.

D'après la définition de Gibbs, on a:  $d\alpha = -S dT - \sum N_i d\mu_i$  avec  $S$  = entropie,  $N$  le nombre d'atomes qui sont dans la surface de séparation.

Les mesures pour l'hélium pur ont donné une valeur à  $T = 0$  K  $\alpha = 0,378$  erg/cm<sup>2</sup>. Entre  $T=0$  K et  $T= 1$  K elle varie très peu (voir figure A1.15).

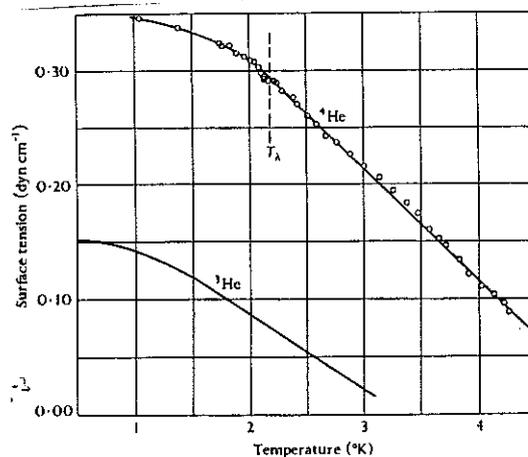


Figure A1.15 La tension superficielle en fonction de la température.

- Conductivité thermique de l'hélium 4

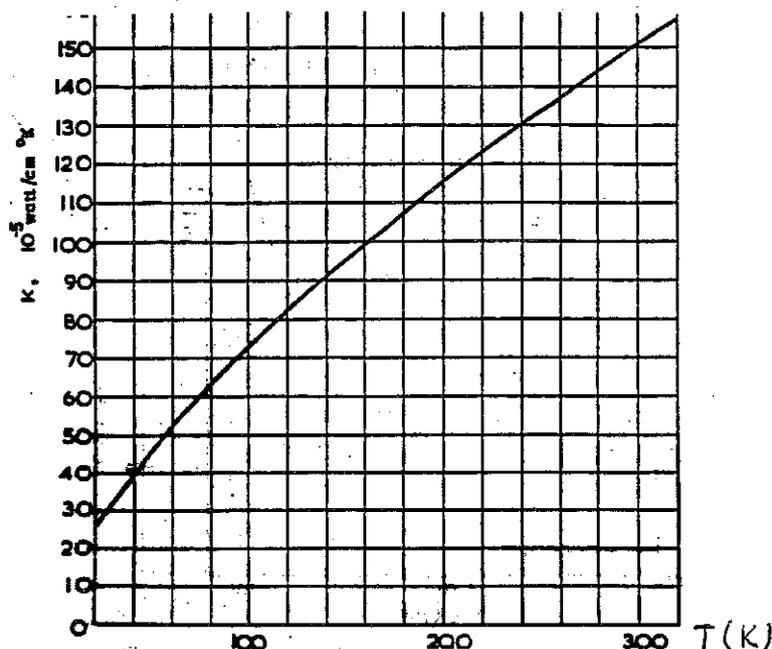


Figure A1.16 La conductivité de l'hélium 4 gaz en fonction de la température

La conductivité thermique de l'hélium 4 est liée à la vitesse d'écoulement du fluide et de la force de gravitation que peut introduire la convection.

Si on ne prend pas en compte l'influence des paramètres extérieurs, on a la conductivité de l'hélium 4 gaz représenté dans la figure A1.16.

2. La conductivité thermique de l'hélium I, entre  $T = 4$  K et  $T_\lambda$  qui varie presque de la même façon que celle du gaz:

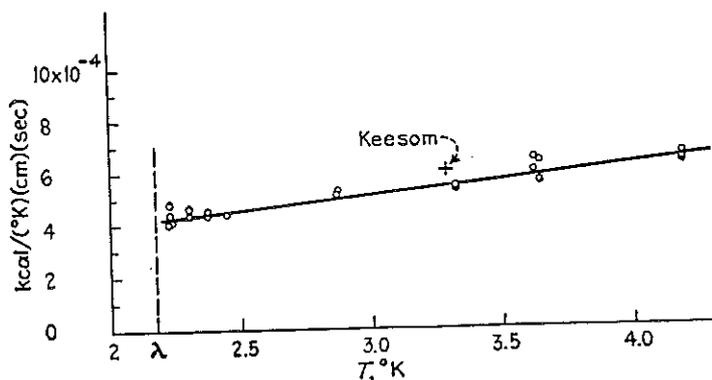


Figure A1.17 Chauffage par conductivité.

Le chauffage par conductivité est défini par le rapport entre le courant de densité de chaleur  $\phi$  et le gradient de température  $K = \phi / (dT/dx)$ .

A des températures inférieures à  $T_\lambda$ , la conductivité thermique dans les capillaires augmente, elle passe par un maximum à 1,9 K et après elle diminue rapidement vers 0 K (pas d'excitation thermique?).

La densité de courant de chaleur  $\phi$  diminue aussi à basse température ( voir figure A1.18).

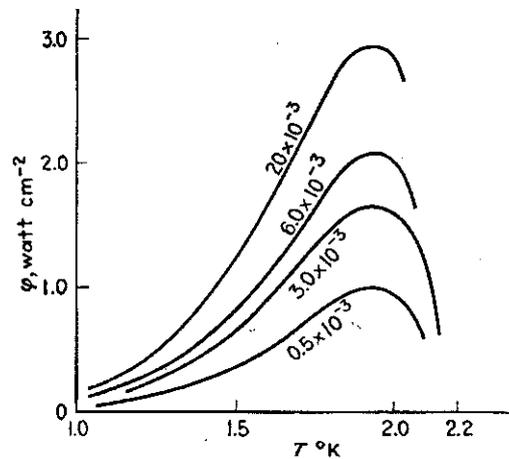


Figure A1.18 Courant de chaleur  $^4\text{He}$   $T < 2$  K.

La conductivité thermique diminue avec la pression pour  $T < 2$  K ( figure A1.19)

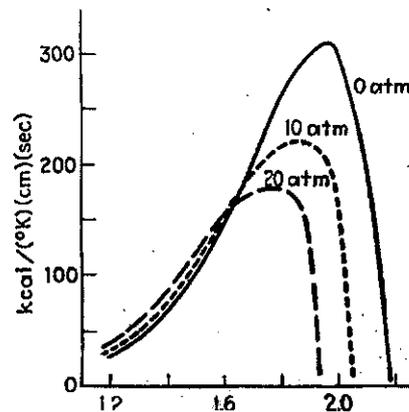


Figure A1.19 Conductivité - pression.

- Echange de chaleur (Résistance de Kapitza)

Kapitza en 1941 a observé une différence de température entre l'He II et le cuivre. Elle peut être regardée comme une résistance de contact due à une différence dans l'impédance acoustique de deux media. Le transfert de chaleur se fait par la radiation des ondes sonores entre solide et liquide qui impliquent une résistance de chauffage  $\sim T^{-3}$ , et dépend des constantes élastiques de l'hélium et du solide.

Pour le cuivre, la résistance dépend du type de fabrication (figure A1.20).

Fairbank a montré que, entre le cuivre et l'He II, pour  $0,2 < T < 1$  K, on a :

$$R_k = \frac{45}{T^2} \text{ (cm}^2 \text{ K/W)}$$

Sa variation à basse température est illustrée sur la figure pour différents types de cuivre:

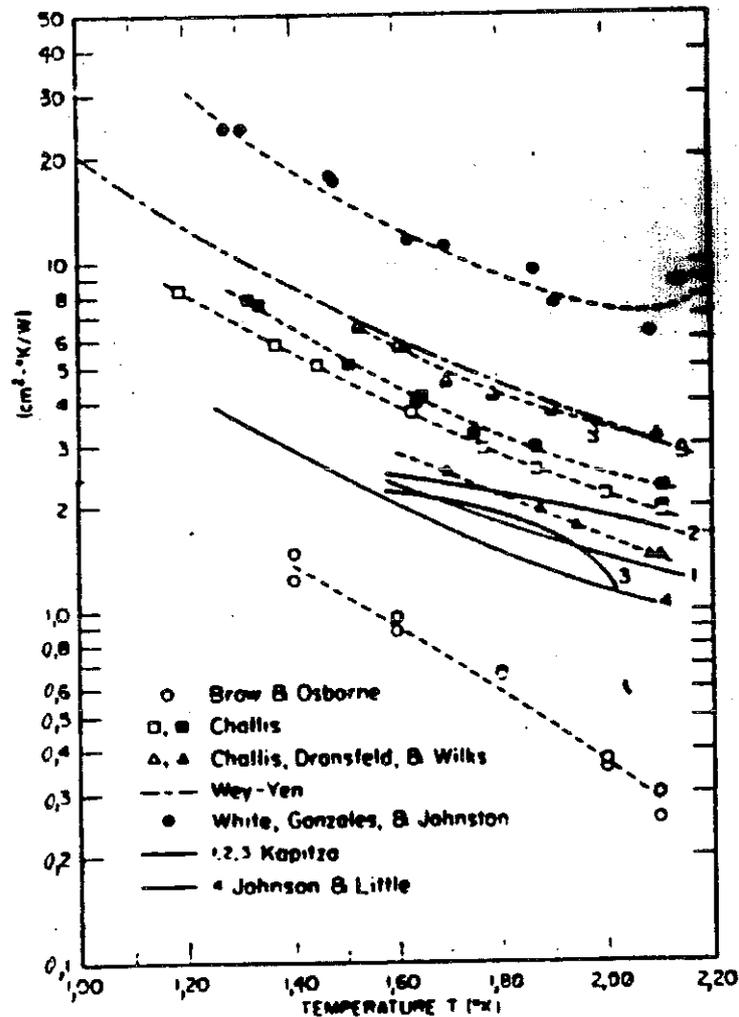


Figure A1.20 Résistance de Kapitza entre l'He II et différents types de cuivre.

## B. L'hélium 3

### Solide, liquide, gaz

L' $^3\text{He}$  est un des isotopes stables de l'hélium, qui reste liquide à basse température et pression. Le nombre impair des spins qui constituent l'atome fait

que l' $^3\text{He}$  est un fermion, et ses propriétés thermodynamiques sont décrites par la statistique de Fermi-Dirac. Le diagramme de la phase condensée<sup>43</sup>:

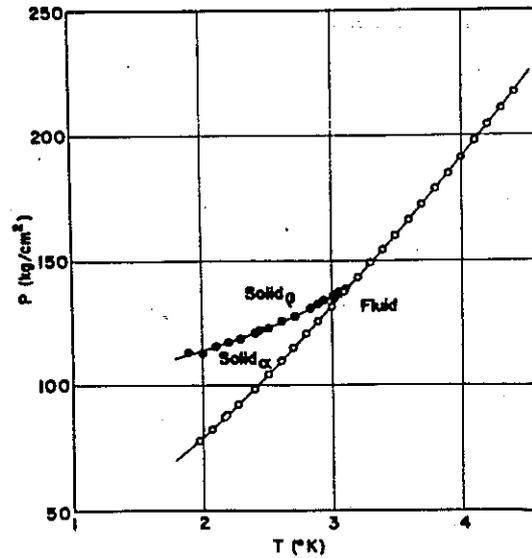


Figure A1.21 Diagramme de phase d' $^3\text{He}$

Le diagramme de chaleur spécifique à différentes pressions:

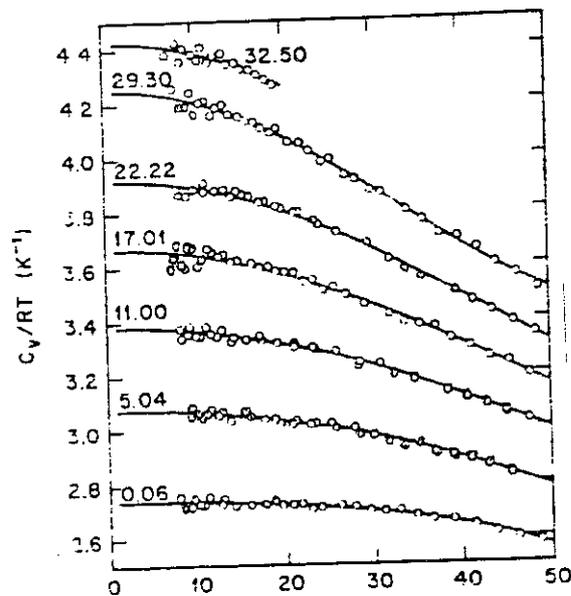


Figure A1.22 Diagramme de chaleur spécifique de l' $^3\text{He}$  à différentes pressions.

L' $^3\text{He}$  présente aussi une phase superfluide, mais à des températures très basses ( $\sim 2$  mK). Pour les cryostats à dilution, cette température est difficilement atteinte et donc l'influence de la phase superfluide de l' $^3\text{He}$  n'intervient pas.

- Ecoulement

La vitesse du son dans l' $^3\text{He}$  à basse température est présentée dans la figure A1.23. Dans la phase normale, le régime d'écoulement peut être laminaire ou turbulent, en fonction du débit et des diamètres des tubes utilisés. La vitesse critique de passage d'un régime à l'autre est déterminée en fonction du nombre de Reynolds. Elle n'a aucune importance pour l' $^3\text{He}$  pur en phase normale.

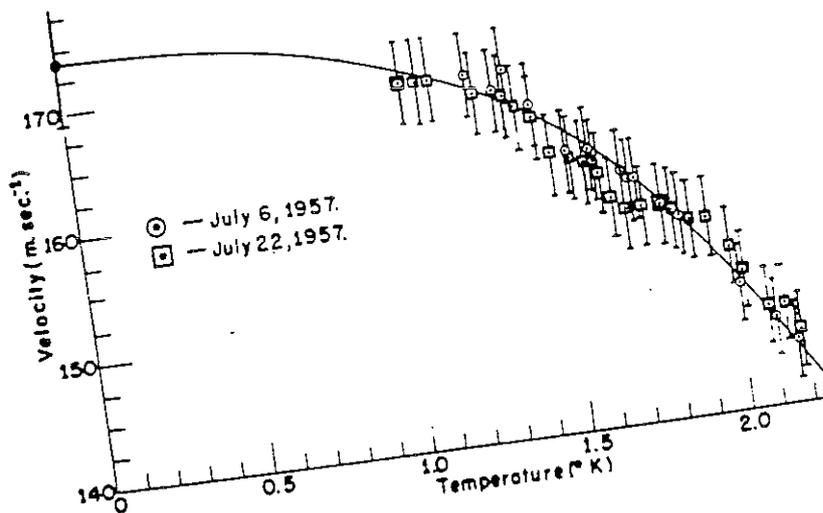


Figure A1.23 Vitesse du son de l' $^3\text{He}$

### Viscosité de l' $^3\text{He}$

La viscosité de l' $^3\text{He}$  change en fonction de la température. L'échauffement par viscosité à l'intérieur d'un tube de longueur  $L$  et de diamètre  $D$  est proportionnel au carré du débit volumique et du coefficient de viscosité  $\eta$ .

$$Qv = \frac{128 * L}{\pi * D^4} * \eta * V_m^2 * n^2$$

la variation en fonction de la température du coefficient de viscosité est:

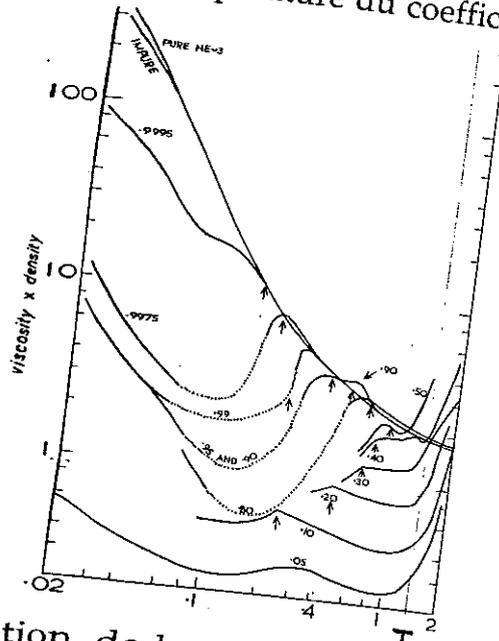
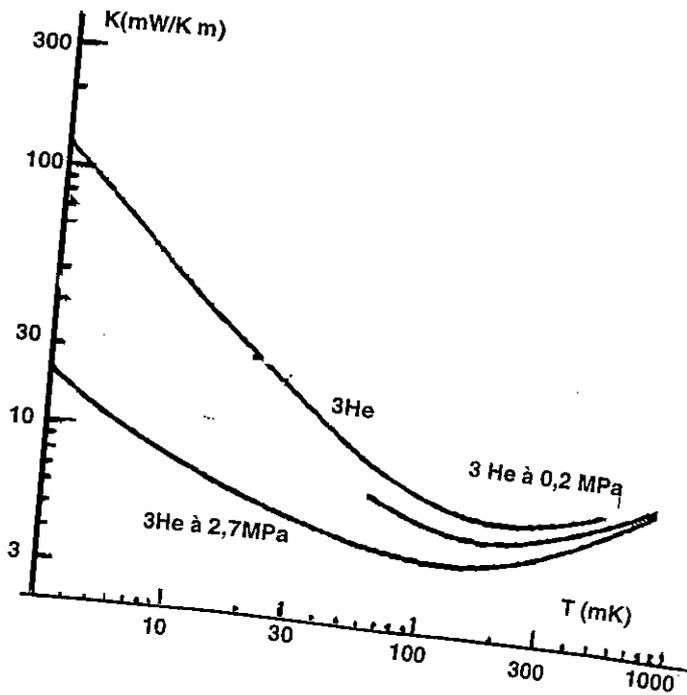


Figure A1.24 Variation en fonction de la température du coefficient de viscosité de He pur et impur.

Conductivité thermique

La conductivité thermique de l'<sup>3</sup>He gaz n'est pas très différente de celle de l'<sup>4</sup>He étant donné qu'à haute température, les deux se comportent comme des gaz parfaits.



$$R_k = \frac{45}{T^2} \text{ (cm}^2 \text{ K/W)}$$

Sa variation à basse température est illustrée sur la figure pour différents types de cuivre:

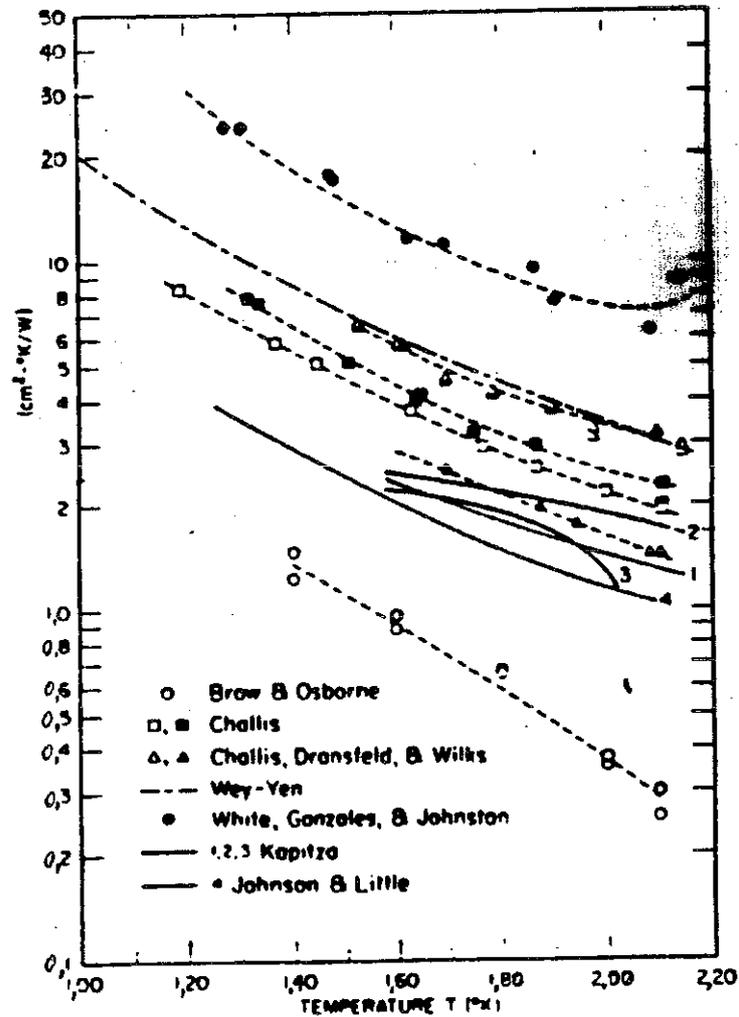


Figure A1.20 Résistance de Kapitza entre l'He II et différents types de cuivre.

## B. L'hélium 3

### Solide, liquide, gaz

L' $^3\text{He}$  est un des isotopes stables de l'hélium, qui reste liquide à basse température et pression. Le nombre impair des spins qui constituent l'atome fait

que l' $^3\text{He}$  est un fermion, et ses propriétés thermodynamiques sont décrites par la statistique de Fermi-Dirac. Le diagramme de la phase condensée<sup>43</sup>:

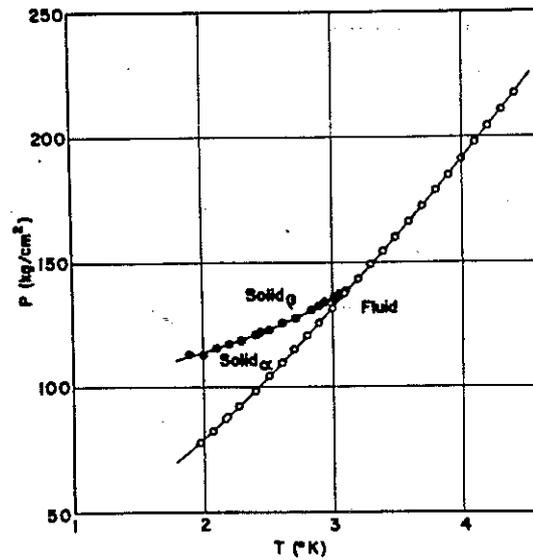


Figure A1.21 Diagramme de phase d' $^3\text{He}$

Le diagramme de chaleur spécifique à différentes pressions:

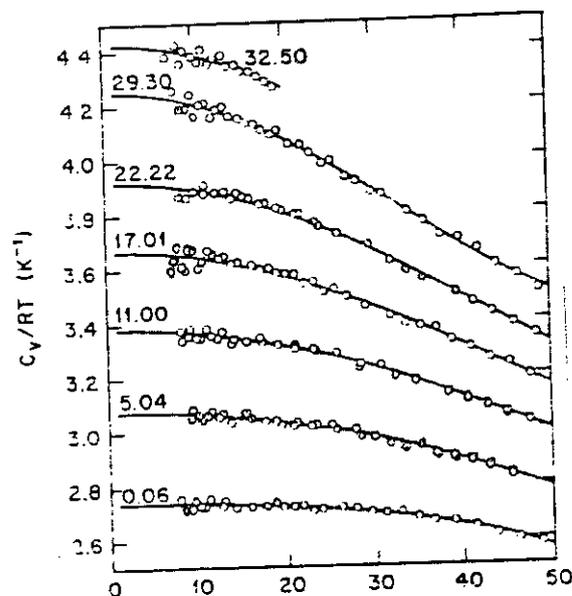


Figure A1.22 Diagramme de chaleur spécifique de l' $^3\text{He}$  à différentes pressions.

L' $^3\text{He}$  présente aussi une phase superfluide, mais à des températures très basses ( $\sim 2$  mK). Pour les cryostats à dilution, cette température est difficilement atteinte et donc l'influence de la phase superfluide de l' $^3\text{He}$  n'intervient pas.

- Ecoulement

La vitesse du son dans l' $^3\text{He}$  à basse température est présentée dans la figure A1.23. Dans la phase normale, le régime d'écoulement peut être laminaire ou turbulent, en fonction du débit et des diamètres des tubes utilisés. La vitesse critique de passage d'un régime à l'autre est déterminée en fonction du nombre de Reynolds. Elle n'a aucune importance pour l' $^3\text{He}$  pur en phase normale.

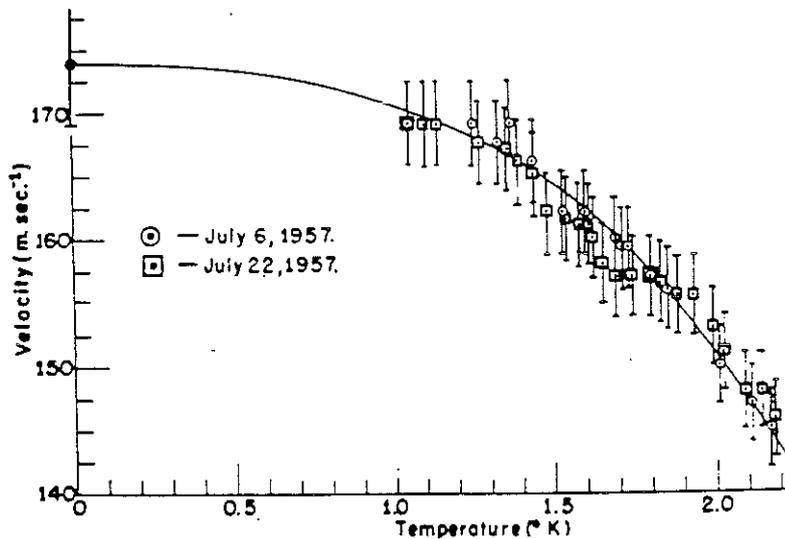


Figure A1.23 Vitesse du son de l' $^3\text{He}$

### Viscosité de l' $^3\text{He}$

La viscosité de l' $^3\text{He}$  change en fonction de la température.

L'échauffement par viscosité à l'intérieur d'un tube de longueur  $L$  et de diamètre  $D$  est proportionnel au carré du débit volumique et du coefficient de viscosité  $\eta$ .

$$Q_v = \frac{128 * L}{\pi * D^4} * \eta * V_m^2 * n^2$$

La variation en fonction de la température du coefficient de viscosité est:

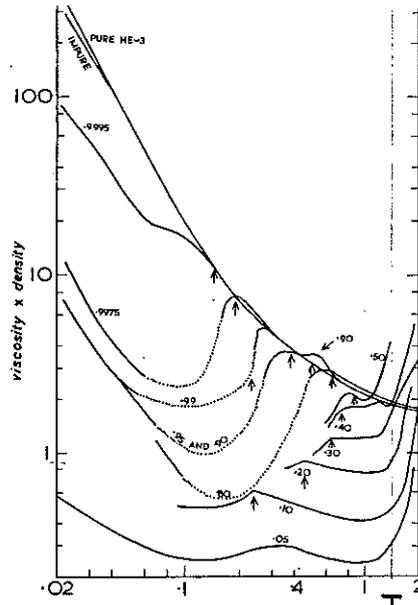
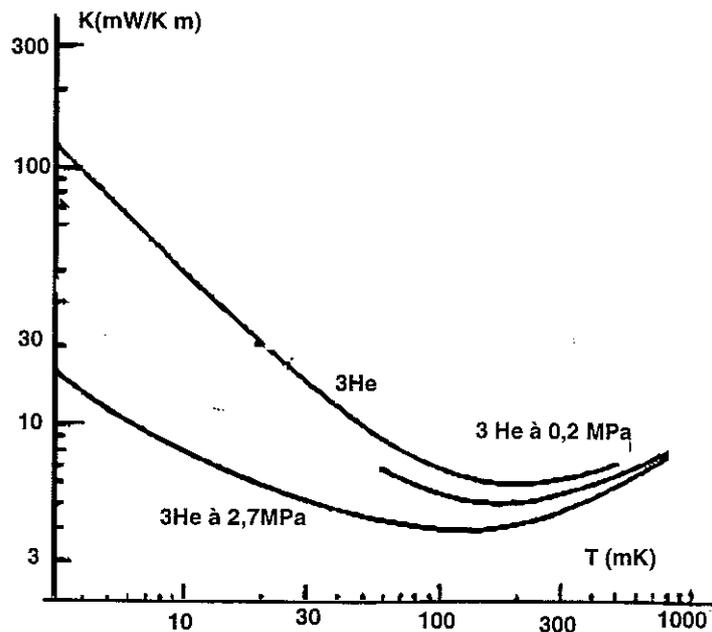


Figure A1.24 Variation en fonction de la température du coefficient de viscosité de  $^3\text{He}$  pur et impur.

### Conductivité thermique

La conductivité thermique de  $^3\text{He}$  gaz n'est pas très différente de celle de  $^4\text{He}$  étant donné qu'à haute température, les deux se comportent comme des gaz parfaits.



**Figure A1. 25** Variation de la conductivité thermique de l'<sup>3</sup>He à basse température.

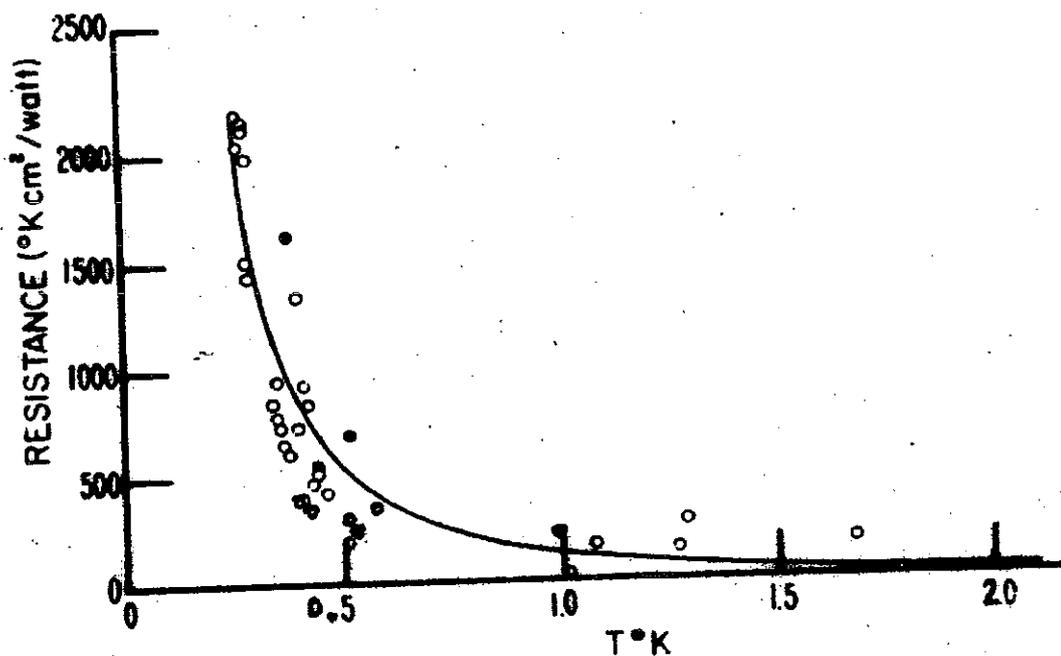
A basse température où l'<sup>3</sup>He se liquéfie, son comportement thermodynamique est décrit par une statistique différente de l'hélium 4.

La variation de la conductivité thermique de l'<sup>3</sup>He liquide est présentée dans la figure A1.25 à différentes pressions. On remarque que la conductivité thermique diminue avec l'augmentation de la pression pour T < 1 K.

- Echange de chaleur

#### Résistance de Kapitza

La résistance de Kapitza pour l'<sup>3</sup>He apparaît aussi à basse température. Elle dépend du type de matériel solide avec lequel elle est en contact. Comme on utilise souvent le cuivre à basse température, la variation de cette résistance à T < 2 K est donnée dans la figure A1.26.



**Figure A1.26** Résistance de Kapitza de l'<sup>3</sup>He.

A basse température, cette résistance peut être donnée par la formule suivante:

$$R = \frac{130}{T^2}$$

La tension de surface de l'<sup>3</sup>He a été montrée dans la figure A1.15. Pour l'<sup>3</sup>He pur, elle ne varie pas beaucoup en température à T < 0,5 K.

Sa valeur mesurée est autour de  $\alpha = 0,15$  (erg/cm<sup>2</sup>).

### C. Le mélange $^3\text{He}$ - $^4\text{He}$

#### Le diagramme de phase

Le mélange de deux isotopes d'hélium à basse température est un processus endotherme bien connu. La courbe de séparation de phase du mélange (figure A1.28)

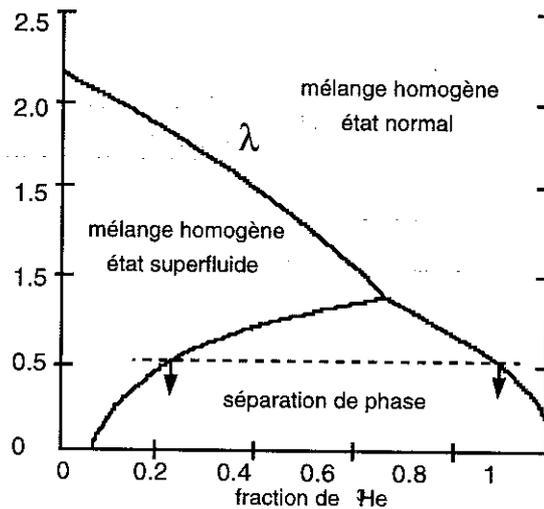


Figure A1.28 : Diagramme de phase  $^3\text{He} + ^4\text{He}$  [Lounasmaa ]

La concentration d' $^3\text{He}$  qui se dilue dans l' $^4\text{He}$  est fonction de plusieurs facteurs

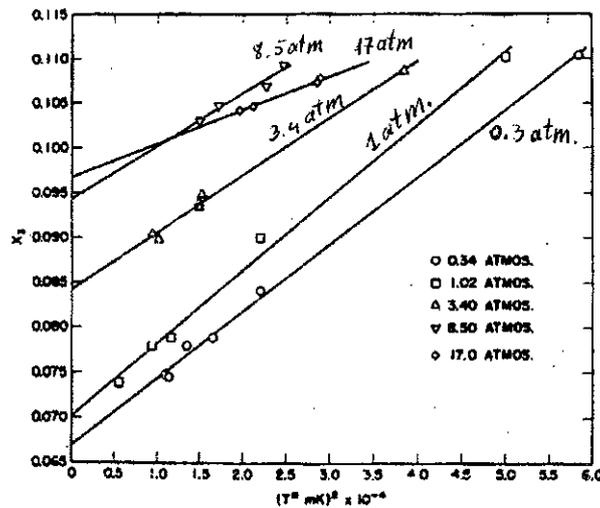


Figure A1.29 La concentration d' $^3\text{He}$  dans l' $^4\text{He}$  en fonction du carré de la température.

- Ecoulement

Vitesse du son

La vitesse du deuxième son dans le mélange dilué est représenté dans la figure A1.30.

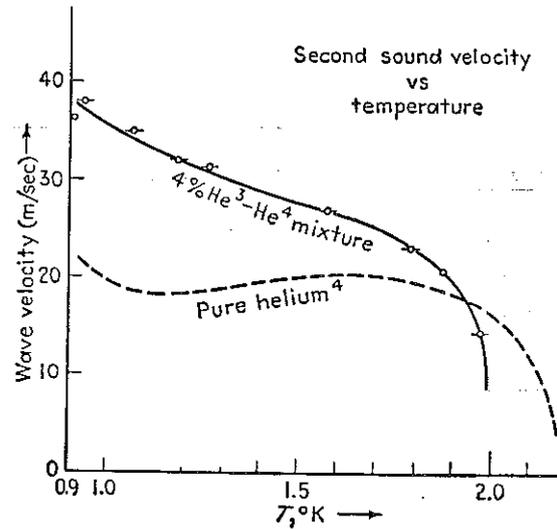


Figure A1.30 : Vitesse du deuxième son en fonction de la température.

Variation de la vitesse du deuxième son en fonction de la pression :

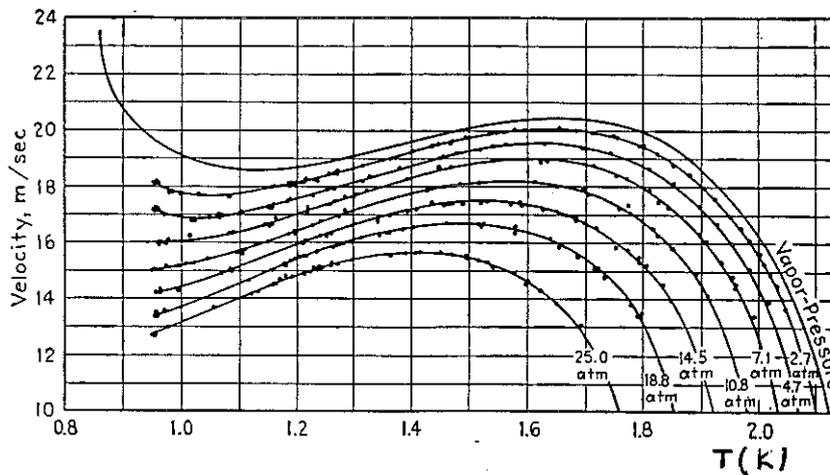


Figure A1.31 : La vitesse du 2ème son dans la phase diluée

### Viscosité

La viscosité dans la phase diluée du mélange a été étudiée par plusieurs équipes de recherche<sup>45,46</sup>. La variation à basse température est présentée dans la figure A1.32.

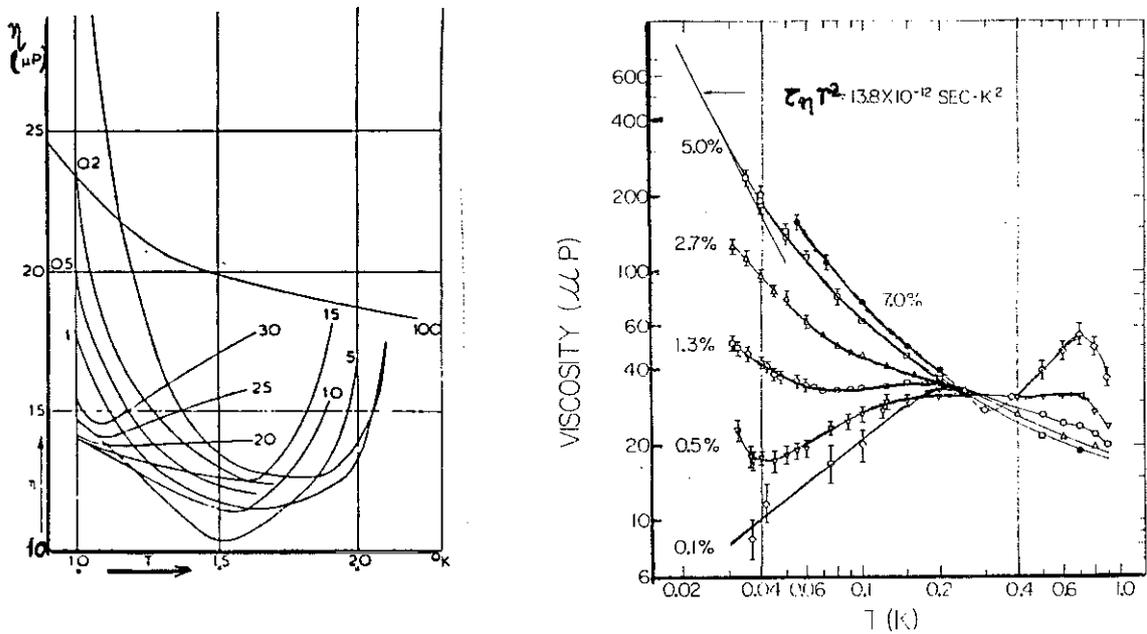
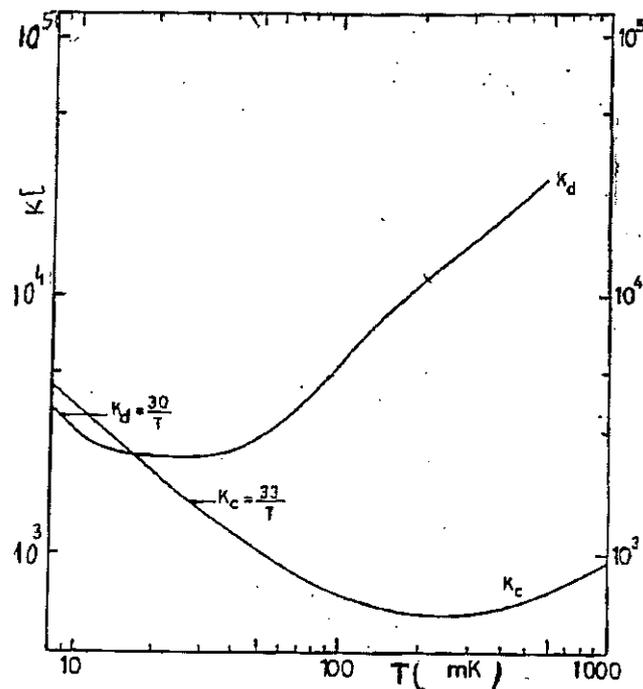


Figure A1. 32 Viscosité de la phase diluée.

A des températures supérieures à 1 K on trouve des valeurs de viscosité du mélange dans la référence<sup>47</sup>.

### Conductivité thermique<sup>48</sup>



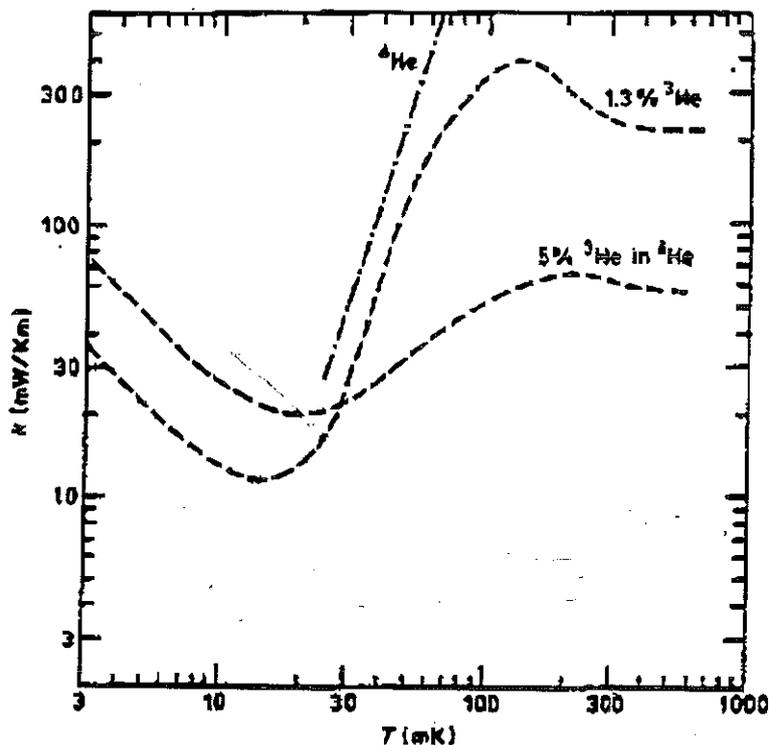


Figure A1. 33

### La tension de surface

La tension de surface dépend de la concentration d' $^3\text{He}$  dilué dans l' $^4\text{He}$ . La figure A1.35 présente la variation du coefficient de tension superficielle en température à différentes concentrations.

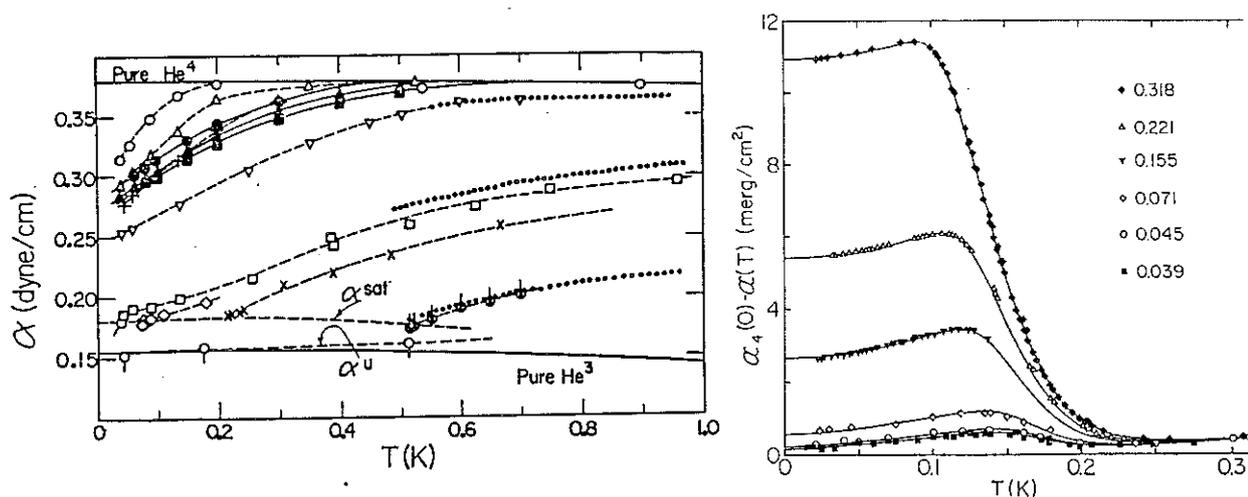


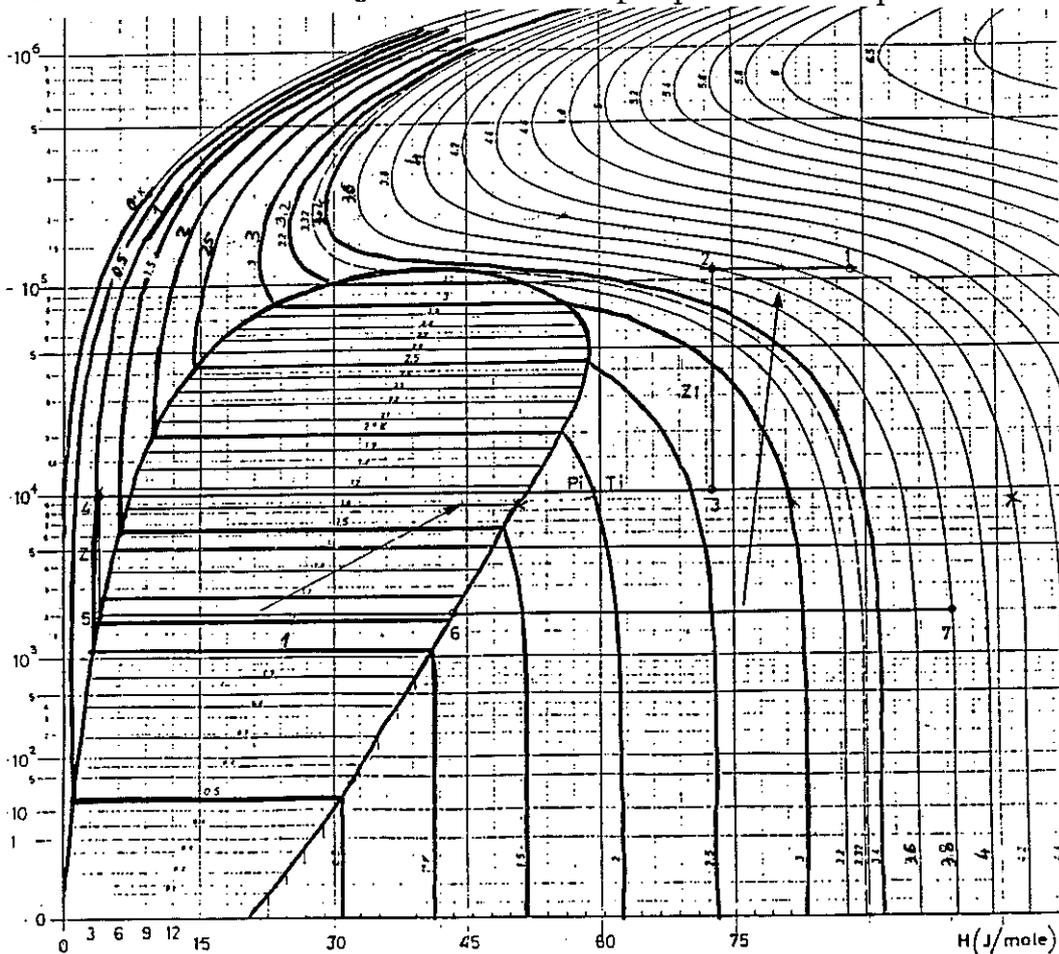
Figure A1. 35

La pression de vapeur d' $^3\text{He}$  pur

Température (K)	Pression vapeur <sup>3</sup> He (pascal)	Pression vapeur <sup>4</sup> He (pascal)
0.80000	385.50	1.5263
0.90000	707.02	5.5426
1.0000	1178.0	15.996
1.1000	1829.5	38.950
1.2000	2687.7	83.313
1.3000	3780.4	161.16
1.4000	5134.2	287.26
1.5000	6774.6	479.75
1.6000	8726.8	758.48
1.7000	11016	1145.0

Température (K)	Pression vapeur-3he (mbar)
1.15	16,737
1.18	18,741
1.2	20,163
1.21	20,9
1.25	24
1.3	28,36
1.31	29,28
1.32	30,23
1.41	39,646
1.47	46,893
1.5	50,82
1.57	60,817
1.64	72
1.67	77,2
1.68	80

On présente aussi les diagrammes d'enthalpie pour l'<sup>3</sup>He et pour <sup>4</sup>He.



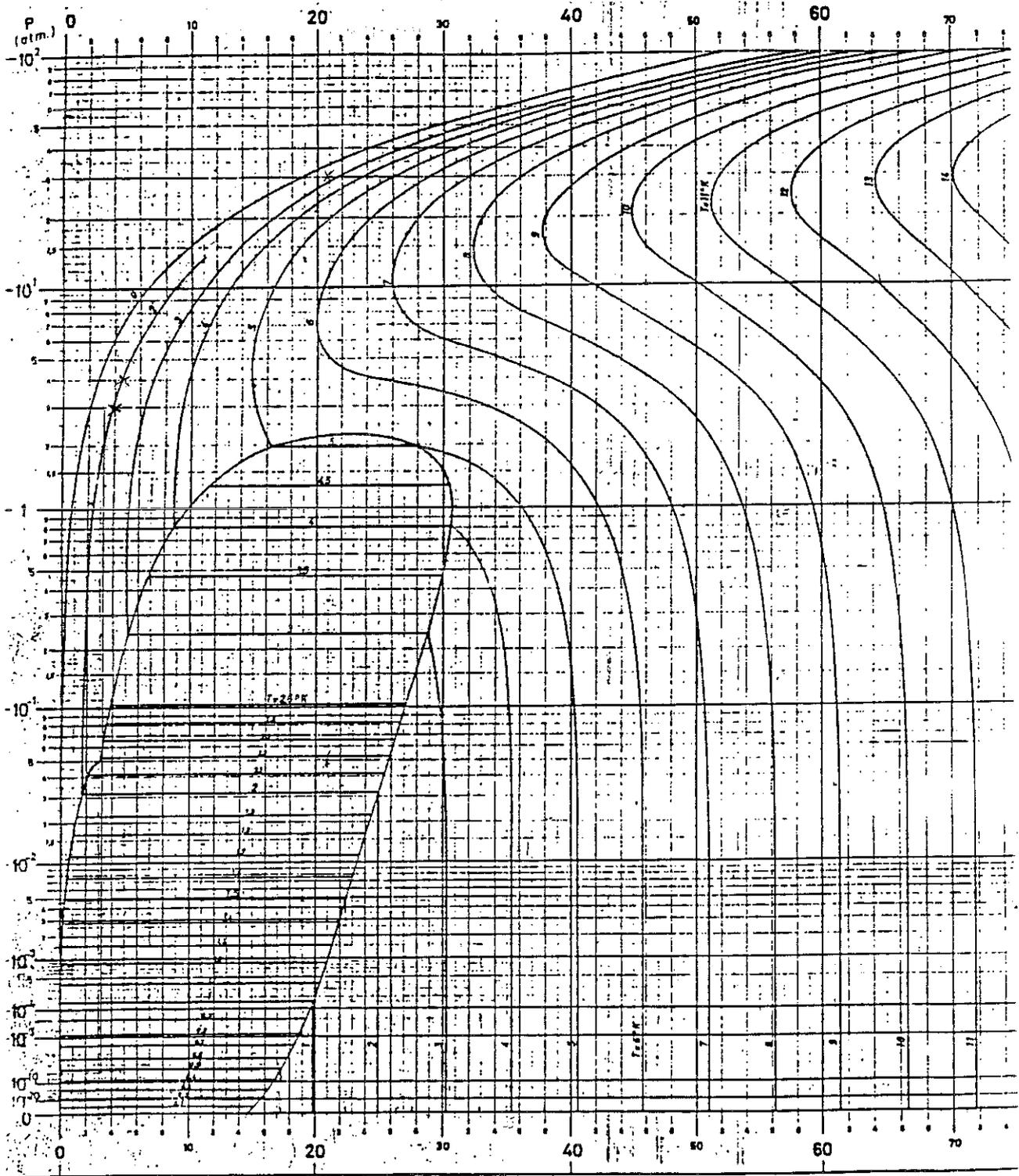


Diagramme entalpique de  $^4\text{He}$  (isothermes P, H)

## Annexe 2 : Réalisation pratique des échangeurs

Dans la réalisation de nos échangeurs, nous avons été amenés à utiliser des tubes d'un diamètre intérieur compris entre 0,3 mm et 15  $\mu\text{m}$ . On utilise seulement des tubes en cupronickel.

Certains tubes de diamètre intérieur 0,3; 0,2; 0,1 mm ont été achetés directement et pour des tubes de diamètre inférieur à ceux-là, là nous les fabriquons au laboratoire.

Dans tous les cas, un nettoyage parfait de ces tubes est obligatoire étant donné que des impuretés peuvent boucher le tube de détente Joule-Thompson dont le diamètre est inférieur à 20  $\mu\text{m}$ .

### Nettoyage

Le nettoyage que nous appliquons utilise une bouteille d'hélium sous pression qui va faire passer différents liquides de nettoyage à travers le tube.

Il est préférable de ne pas utiliser des longueurs de tubes trop importantes. En effet, une accumulation des impuretés peut former un bouchon solide, qu'il sera très difficile de faire passer. Parfois, un chauffage du tube à 300° permet de le déboucher, mais pas toujours. Le capillaire doit être bien immobilisé parce qu'à hautes pressions il a tendance à se déplacer dans toutes les directions.

Le liquide est mis dans un réservoir à travers lequel on fait passer la pression.

On utilise comme solution:

- trichloréthylène (25 ml ) La pression de la bouteille d'hélium est de 90 bars.

Quand le réservoir est vide, on ferme la bouteille.

- acétone (25 ml ) : même procédé.

- acide nitrique (25 ml ; concentration de 50%) La manipulation de l'acide est plus délicate, on fait passer:

- P de 20-30 bars pendant un court moment;

- P= 90 bars ensuite.

- 3 réservoirs d'eau pour rincer.

- 2 réservoirs d'acétone + l'eau en final pour neutraliser.

- enfin, on va souffler de l'hélium gaz pendant 1 minute pour sécher.

On pourrait rajouter un nettoyage en bain ultrason, mais l'action de l'acide est plus fort.

### Fabrication des tubes

Les tubes de diamètre inférieur à 0,1mm sont fait par étirage à travers des filières. On part de la filière qui correspond au diamètre extérieur du tube et on continue avec des filières qui diminuent de chacune de 10  $\mu\text{m}$ .

(On doit faire attention quand le tube va quitter la filière parce qu'il a endance à s'enrouler.)

Le passage du tube doit se faire à vitesse constante pour éliminer les problèmes de non-uniformité.

Des vérifications de bouchage peutvent être faites de temps en temps avec de l'acétone. On mesure avant le diamètre du tube par le procédé présenté ci-dessous. Le diamètre minimal à travers lequel on peut faire passer encore de l'acétone est autour de 60  $\mu\text{m}$ . Au-delà, le test de bouchage se fait en utilisant seulement de l'hélium.

### Mesure de débits

On utilise une pipette pleine avec de l'acétone, à l'intérieur de laquelle on introduit un bout du tube à mesurer. A l'autre bout du tube, on applique une pression d'hélium que l'on mesure et que l'on peut contrôler. Par accumulation d'hélium le niveau baisse. La vitesse à laquelle le niveau descend donne des informations sur le diamètre du tube.

La formule du calcul du diamètre est la suivante:

$$d(\mu\text{m}) = 128 \sqrt[4]{\frac{\text{longueur capillaire}(m) * \text{débit capillaire}(cm^3 / \text{min})}{(\text{Pression absolu}^2 (ba r) - 1)}}$$

La pipette que l'on utilise est d'un volume de 10  $\text{cm}^3$ .

### Fabrication des échangeurs continu

L'échangeur en continu est constitué de trois capillaires:

- 2 capillaires pour l'injection de  $^3\text{He}$  et de  $^4\text{He}$ ,
- 1 capillaire pour la sortie du gaz obtenu par le mélange des deux produits.

Pour avoir une bonne thermalisation entre l'entrée et la sortie, le capillaire de sortie sera toujours soudé au milieu des deux autres.

(Pour ne pas introduire d'impuretés dans les capillaires, on va pincer chaque bout du capillaire pendant la réalisation de l'échangeur.)

La soudure est faite à l'étain et avec un apport minimal de soudure.

La longueur des échangeurs dépend du diamètre de l'échangeur ainsi que de la viscosité à l'intérieur et du gradient de température.

## Annexe 3 : Réalisation d'un interrupteur thermique.

L'utilisation des interrupteurs thermiques n'est nécessaire que dans la période de mise à froid des cryostats, permettant un refroidissement plus rapide.

Les caractéristiques principales d'un interrupteur thermique sont:

- bonne conduction thermique à haute température, pour assurer un refroidissement rapide de la partie froide,
- bonne isolation thermique à très basse température, pour diminuer le plus possible les pertes amenées sur la plaque froide.

**Le choix des matériaux est:**

- les matériaux en plastiques, sont de bons isolants thermiques, à basse température la conduction est très faible étant faite par les phonons. La conduction diminue avec la température comme  $T^3$ . A haute température, les matériaux en plastique ne conduisent pas assez, d'où la difficulté de refroidir la plaque froide du système qui est bien isolé des autres étages.
- les métaux sont de bons conducteurs thermiques à haute température et assurent un refroidissement rapide. A basse température, la conduction thermique électronique reste importante. Cela implique des pertes importantes sur la partie froide du système.

Un mélange des deux, permet d'obtenir des interrupteurs thermiques avec des bonnes caractéristiques.

La solution suivante se présente comme étant la meilleure:

1 A partir d'une feuille fine de capton, on réalise un tube collé au stickast. On veut remplir avec de l'hélium ce tube fin en plastique. On doit alors réaliser l'étanchéité à l'hélium de ce tube à haute température. A basse température, on utilise un grain de charbon qui va réaliser le pompage de l'hélium à froid.

La conduction thermique à chaud est assuré par l'hélium, et les pertes à froid proviennent seulement de la conduction thermique du tube qui est très faible. Le problème pour les tubes en plastique est la diffusion de l'hélium à chaud, ce qui fait qu'à long terme le tube peut se vider d'hélium. Pour empêcher la diffusion, on peut utiliser une tub inox, (cas 2), ou faire un dépôt fin d'aluminium (50  $\mu\text{m}$ ) qui va assurer l'étanchéité.

2 L'utilisation d'un même montage avec un tube en inox impose une épaisseur très fine du tubes, pour diminuer au maximum les pertes à froid.

### Calcul des pertes sur la partie froide dues à l'interrupteur thermique

#### **Capton du l'interrupteur thermique**

épaisseur capton =  $20 \mu\text{m} \cdot 10$  tour =  $0,2 \text{ mm}$

longueur  $l=50 \text{ mm}$ ; largeur =  $19 \text{ mm}$ ; section  $S=0,2 \cdot 19=3,8 \text{ mm}^2$ ; conductivité thermique  $K(T=0,1 \text{ K})=0,00004 \text{ W/K m}$ ;  $K(T=0,4\text{K})=0,00007$ ; intégral entre  $0-0,5\text{K}$   
 $K=1,3 \text{ mW/m}$

Les pertes par conduction thermique sont  $Q=\int KS dT/l=S/l \cdot \int K dT = \underline{100 \text{ nW}}$ .

A basse température, le dépôt d'aluminium devient supraconducteur et sa conduction est négligeable.

#### **Tube inox**

longueur =  $50 \text{ mm}$

$\varnothing(4,81 \text{ ou } 4,88) \times 5$  ; section  $S=2,9 \text{ mm}^2$  ou  $S=1,86 \text{ mm}^2$

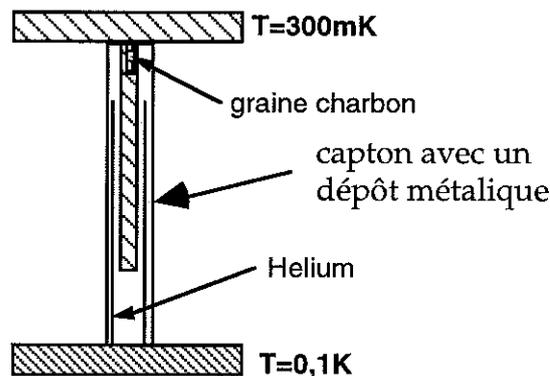
$\Delta T=0,5 \text{ K}$

Conductivité thermique entre  $0,1\text{K}$  et  $0,5\text{K}$  :  $0,02 \text{ W/K m}$

Les pertes par conduction thermiques  $Q= 0,02 \cdot 2 \cdot 10^{-6} \cdot 0,5/0,05 = \underline{400 \text{ nW}}$

Pour  $\Delta T=0,2 \text{ K}$  ;  $Q= \underline{160\text{nW}}$

Pour diminuer cet apport de chaleur, nous avons essayé de réaliser un tube en capton sur lequel on a déposé une fine couche d'aluminium ou de nickel. La forme d'interrupteur thermique est tout à fait traditionnelle (voir figure).



#### Essai:

Les essais faits pour assurer l'étanchéité du capton ont été réalisés au CRTBT.

1. Un premier type de dépôt a été fait par évaporation de l'aluminium d'une épaisseur de  $1600 \text{ \AA}$  à plat sur une feuille de capton d'épaisseur  $13\mu\text{m}$ . A cause de petits défauts de planéité, nous n'avons pas réussi à faire une étanchéité totale.

Les tests d'étanchéité ont montré une amélioration de l'étanchéité, mais elle n'était pas totale.

2. Pour assurer une meilleure homogénéité du dépôt, j'ai essayé également de réaliser le dépôt par pulvérisation avec Béthoux. Dans ce cas, le dépôt était du NiTi sur une épaisseur de 100  $\mu\text{m}$ . Mais l'étanchéité complète n'a pas été réalisée non plus.

### Résultats:

#### Dépôt par évaporation:

Les mesures de diffusion ont été réalisées avec un spectromètre et la surface sur laquelle le test a été fait est de  $\varnothing=2$  mm. La sensibilité du spectromètre s'améliore tant qu'il n'y a pas d'hélium autour. Avec apport d'hélium on obtient:

- Capton d'épaisseur 13  $\mu\text{m}$ , le spectromètre sature.
- Capton d'épaisseur 50  $\mu\text{m}$ , le spectromètre a une sensibilité de  $10^{-6}$  ( $\text{cm}^3$ ).
- Milar d'épaisseur 50  $\mu\text{m}$ , le spectromètre a une sensibilité de  $10^{-6}$  ( $\text{cm}^3$ ).
- Capton d'épaisseur 13  $\mu\text{m}$  et dépôt aluminium 1600  $\text{\AA}$ , le spectromètre a une sensibilité de  $5 \cdot 10^{-7}$  ( $\text{cm}^3$ ).

#### Dépôt par pulvérisation

Le dépôt a été fait sur un cylindre en capton, mais l'étanchéité n'a pas été obtenue non plus.

Ces essais ont été faits de façon sommaire, sans essayer de trouver de meilleures conditions pour le dépôt et aussi pour le support en capton.

Des dépôts étanches d'aluminium ont déjà été réalisés par pulvérisation.

En conclusion, on peut s'attendre à de meilleurs résultats d'étanchéité pour ce type de dépôt. La pulvérisation sera la méthode la plus favorable parce qu'elle est moins sensible à l'état de surface de la couche.

## Annexe 4: Débitmètre à froid

Réalisation d'un montage à froid pour remplacer un débitmètre

### Description

La mesure d'un débit d'écoulement à froid permet seulement un contrôle du débit. Ce contrôle peut fournir un signal électrique qui peut être utilisé en amont pour réaliser une boucle d'autorégulation du débit. La modification du débit peut être réalisée grâce à différents procédés : (chauffage, micro vanne à froid).

Le développement d'un tel débitmètre n'est utile que si les réserves utilisées contiennent de l'hélium superfluide (pour éviter l'échauffement à 300 K et un refroidissement ultérieur).

La méthode employée est tout à fait classique; elle consiste à mesurer un débit massique. Le principe est le suivant:

- Le long du tube qui contient le fluide, il y a un chauffage monté à l'extérieur du tube, mais en bon contact thermique avec le fluide pour être sûr que toute la puissance d'échauffement est récupérée par le fluide.
- Deux thermomètres ayant un temps de réponse rapide sont montés sur le même tube, en bon contact thermique avec le fluide.

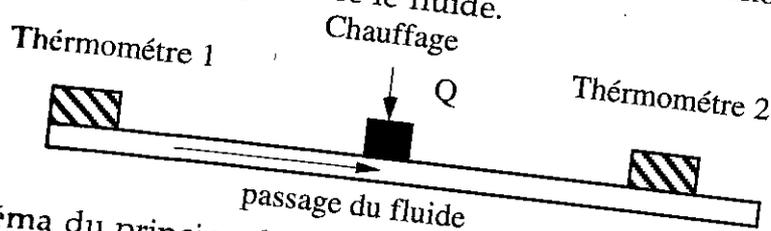


Figure A4.1 Schéma du principe d'un débitmètre massique

Conformément à la figure A4.1, le fluide arrive à une température  $T_1$ , il passe et absorbe la puissance fournie par le chauffage en augmentant sa température à une valeur  $T_2$  qui est mesurée par le deuxième thermomètre. La température d'échauffement du fluide est directement liée au débit massique.

Si on suppose que le chauffage n'a aucune influence sur les thermomètres et que le fluide absorbe intégralement la quantité de puissance  $Q$ , alors on a :

$$Q = m_{\text{fluide}} C_p (T_2 - T_1) \text{ où}$$

$C_p$  est la capacité calorifique du fluide

$m_{\text{fluide}}$  est la masse de fluide qui passe par unité de seconde,

On en déduit finalement le débit massique de fluide.

### Réalisation d'un débitmètre pour $^4\text{He}$ .

La réalisation d'un débitmètre pour  $^4\text{He}$  pose impose certaines contraintes:

- l'hélium doit être liquéfié complètement à l'entrée du débitmètre,
- il doit rester liquide pendant l'application des différentes puissances de chauffage,
- dans tous les cas, il ne doit être à aucun moment superfluide; pour  $^3\text{He}$  ce problème ne se pose pas ( il est superfluide à  $T \sim 3 \text{ mK}$ )
- la puissance d'échauffement appliquée doit être suffisante pour créer une variation de température dans le liquide, mais elle ne doit pas provoquer l'apparition des bulles de gaz au contact entre le paroi et le fluide,
- un très bon vide d'isolement à l'intérieur du débitmètre,
- la pression du fluide a une influence sur la chaleur spécifique et peut influencer les calculs de manière non négligeable.

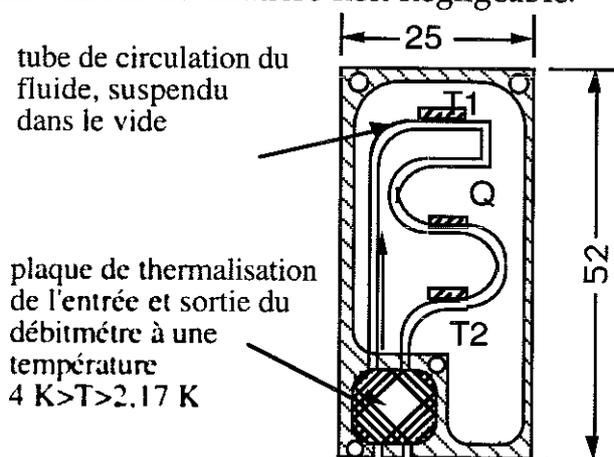


Figure A4.2 : Schéma du débitmètre réalisé.

La taille de ce débitmètre peut être réduite par un facteur 2 (en longueur) si le tube est enroulé en 2 couches qui se superposent. Le seul problème sera le rayonnement du chauffage sur les thermomètres, mais il le sera uniformément sur les 2 thermomètres.

Le débit à mesurer était très faible, l'échange thermique avec les parois moins bon, les pertes parasites pouvant influencer les mesures.

Pour des mesures de débit dans les écoulements turbulents, j'ai rencontré des problèmes liés au circuit d'injection: des tubes très fins, ayant le rôle de créer une liquéfaction du gaz dans le bain d'hélium avant d'entrer dans le cryostat, produisent une détente qui chauffe le liquide d'injection pour des grands débits.

Le premier essai que j'ai fait pour un tel débitmètre a donné des résultats très satisfaisants. Suite à cela, un stage de 3 mois a été fait par Sandrine Habrard qui a fait une étude plus approfondie sur ce débitmètre<sup>49</sup>.

### Les résultats et leur influence sur la dilution

Les résultats de mesure de débit obtenu avec ce principe sont très satisfaisants. Dans les graphiques suivants, les débits sont donnés en micromole/seconde à différentes pressions .

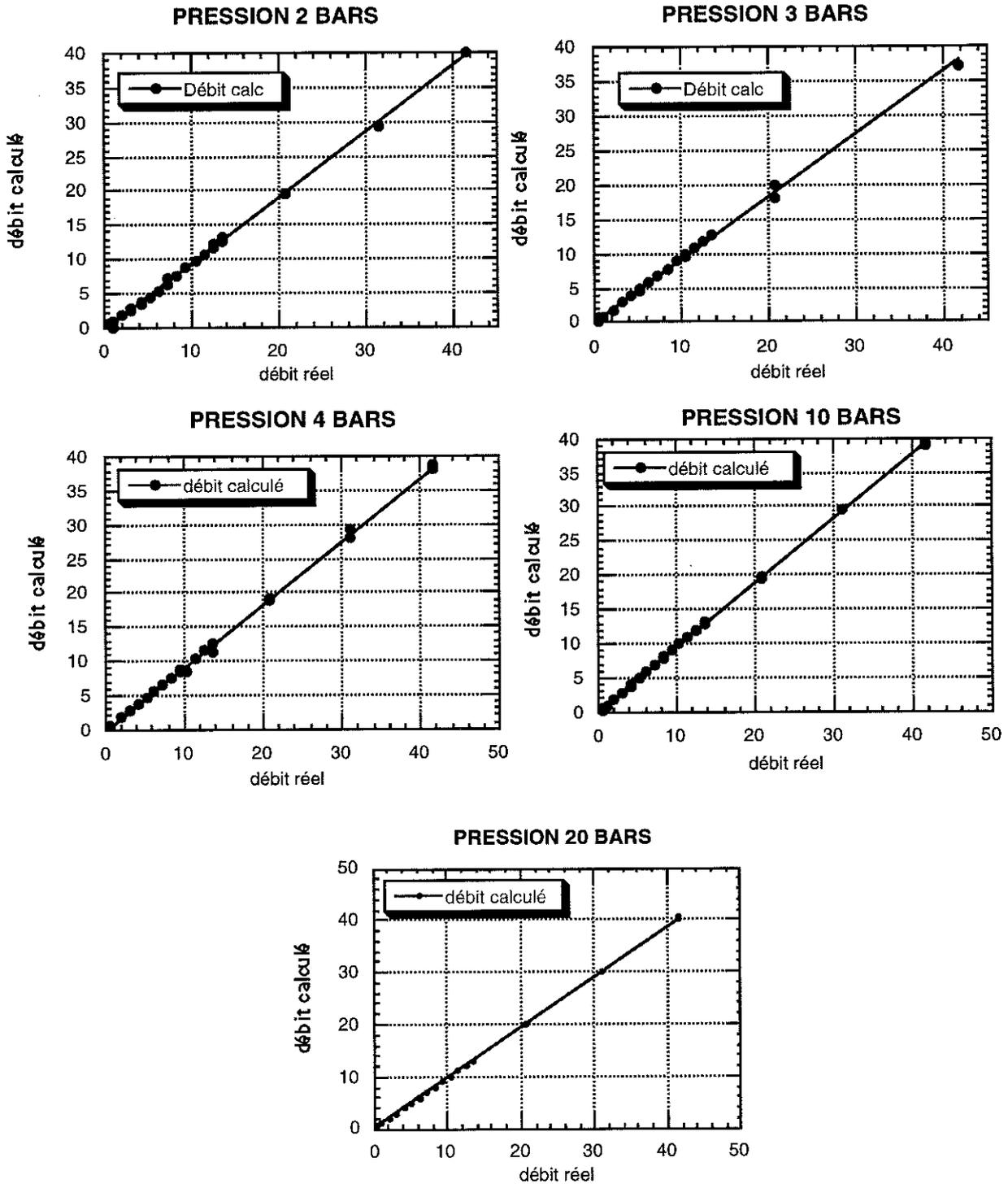


Figure A4.3 Résultats des débits mesurés à différentes pressions.

## Annexe 4: Débitmètre à froid

Réalisation d'un montage à froid pour remplacer un débitmètre

### Description

La mesure d'un débit d'écoulement à froid permet seulement un contrôle du débit. Ce contrôle peut fournir un signal électrique qui peut être utilisé en amont pour réaliser une boucle d'auto-régulation du débit. La modification du débit peut être réalisée grâce à différents procédés : (chauffage, micro vanne à froid).

Le développement d'un tel débitmètre n'est utile que si les réserves utilisées contiennent de l'hélium superfluide (pour éviter l'échauffement à 300 K et un refroidissement ultérieur).

La méthode employée est tout à fait classique; elle consiste à mesurer un débit massique. Le principe est le suivant:

- Le long du tube qui contient le fluide, il y a un chauffage monté à l'extérieur du tube, mais en bon contact thermique avec le fluide pour être sûr que toute la puissance d'échauffement est récupérée par le fluide.
- Deux thermomètres ayant un temps de réponse rapide sont montés sur le même tube, en bon contact thermique avec le fluide.

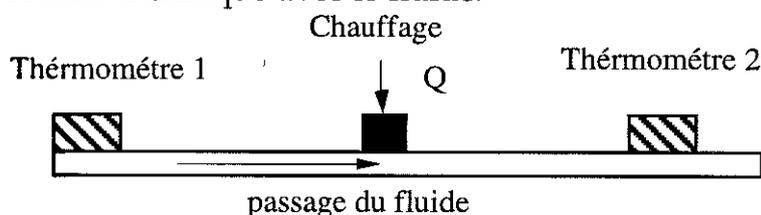


Figure A4.1 Schéma du principe d'un débitmètre massique

Conformément à la figure A4.1, le fluide arrive à une température  $T_1$ , il passe et absorbe la puissance fournie par le chauffage en augmentant sa température à une valeur  $T_2$  qui est mesurée par le deuxième thermomètre. La température d'échauffement du fluide est directement liée au débit massique.

Si on suppose que le chauffage n'a aucune influence sur les thermomètres et que le fluide absorbe intégralement la quantité de puissance  $Q$ , alors on a :

$$Q = m_{\text{fluide}} C_p (T_2 - T_1) \text{ où}$$

- $C_p$  est la capacité calorifique du fluide
- $m_{\text{fluide}}$  est la masse de fluide qui passe par unité de seconde,

On en déduit finalement le débit massique de fluide.

2. Pour assurer une meilleure homogénéité du dépôt, j'ai essayé également de réaliser le dépôt par pulvérisation avec Béthoux. Dans ce cas, le dépôt était du NiTi sur une épaisseur de 100  $\mu\text{m}$ . Mais l'étanchéité complète n'a pas été réalisée non plus.

### Résultats:

#### Dépôt par évaporation:

Les mesures de diffusion ont été réalisées avec un spectromètre et la surface sur laquelle le test a été fait est de  $\varnothing=2$  mm. La sensibilité du spectromètre s'améliore tant qu'il n'y a pas d'hélium autour. Avec apport de d'hélium on obtient:

- Capton d'épaisseur 13  $\mu\text{m}$ , le spectromètre sature.
- Capton d'épaisseur 50  $\mu\text{m}$ , le spectromètre a une sensibilité de  $10^{-6}$  ( $\text{cm}^3$ ).
- Milar d'épaisseur 50  $\mu\text{m}$ , le spectromètre a une sensibilité de  $10^{-6}$  ( $\text{cm}^3$ ).
- Capton d'épaisseur 13  $\mu\text{m}$  et dépôt aluminium 1600  $\text{\AA}$ , le spectromètre a une sensibilité de  $5 \cdot 10^{-7}$  ( $\text{cm}^3$ ).

#### Dépôt par pulvérisation

Le dépôt a été fait sur un cylindre en capton, mais l'étanchéité n'a pas été obtenue non plus.

Ces essais ont été faits de façon sommaire, sans essayer de trouver de meilleures conditions pour le dépôt et aussi pour le support en capton.

Des dépôts étanches d'aluminium ont déjà été réalisés par pulvérisation.

En conclusion, on peut s'attendre à de meilleurs résultats d'étanchéité pour ce type de dépôt. La pulvérisation sera la méthode la plus favorable parce qu'elle est moins sensible à l'état de surface de la couche.

### Réalisation d'un débitmètre pour l'<sup>4</sup>He.

La réalisation d'un débitmètre pour l'<sup>4</sup>He pose impose certaines contraintes:

- l'hélium doit être liquéfié complètement à l'entrée du débitmètre,
- il doit rester liquide pendant l'application des différentes puissances de chauffage,
- dans tous les cas, il ne doit être à aucun moment superfluide; pour l'<sup>3</sup>He ce problème ne se pose pas ( il est superfluide à  $T \sim 3$  mK)
- la puissance d'échauffement appliquée doit être suffisante pour créer une variation de température dans le liquide, mais elle ne doit pas provoquer l'apparition des bulles de gaz au contact entre le paroi et le fluide,
- un très bon vide d'isolement à l'intérieur du débitmètre,
- la pression du fluide a une influence sur la chaleur spécifique et peut influencer les calculs de manière non négligeable.

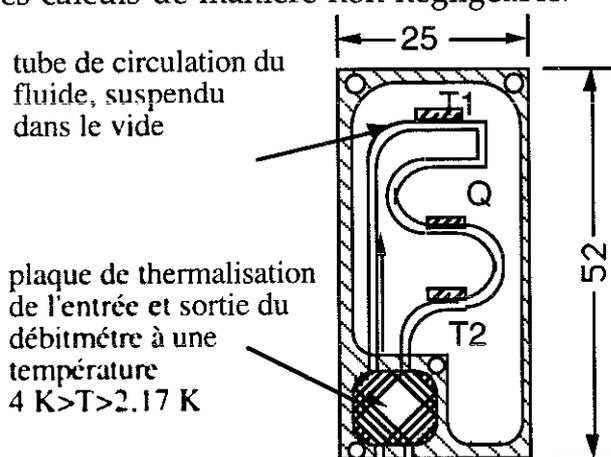


Figure A4.2 : Schéma du débitmètre réalisé.

La taille de ce débitmètre peut être réduite par un facteur 2 (en longueur) si le tube est enroulé en 2 couches qui se superposent. Le seul problème sera le rayonnement du chauffage sur les thermomètres, mais il le sera uniformément sur les 2 thermomètres.

Le débit à mesurer était très faible, l'échange thermique avec les parois moins bon, les pertes parasites pouvant influencer les mesures.

Pour des mesures de débit dans les écoulements turbulents, j'ai rencontré des problèmes liés au circuit d'injection: des tubes très fins, ayant le rôle de créer une liquéfaction du gaz dans le bain d'hélium avant d'entrer dans le cryostat, produisent une détente qui chauffe le liquide d'injection pour des grands débits.

Le premier essai que j'ai fait pour un tel débitmètre a donné des résultats très satisfaisants. Suite à cela, un stage de 3 mois a été fait par Sandrine Habrard qui a fait une étude plus approfondite sur ce débitmètre<sup>49</sup>.

### Les résultats et leur influence sur la dilution

Les résultats de mesure de débit obtenu avec ce principe sont très satisfaisants. Dans les graphiques suivants, les débits sont donnés en micromole/seconde à différentes pressions .

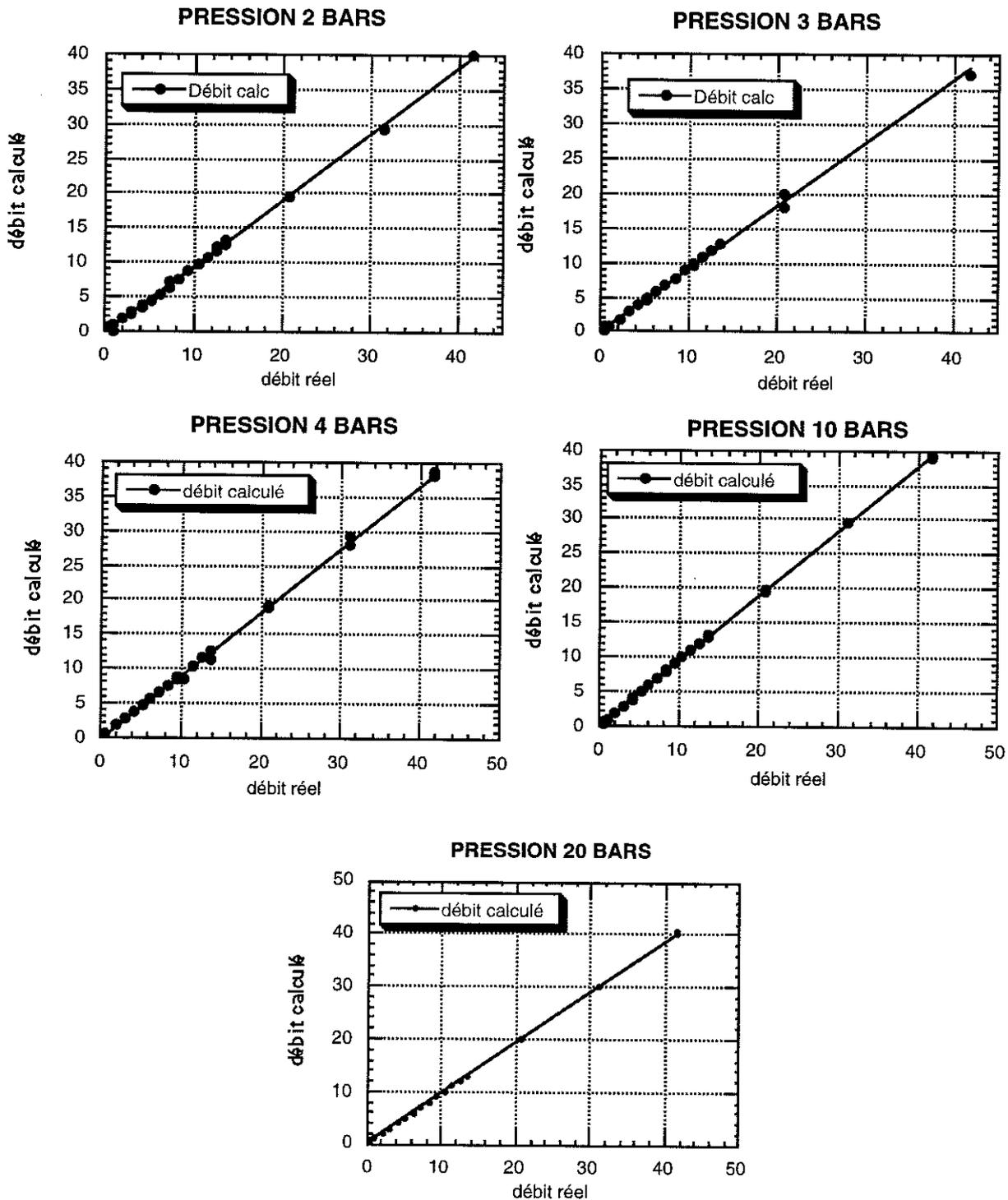


Figure A4.3 Résultats des débits mesurés à différentes pressions.

Un tel débitmètre demande la réalisation d'un étage à une température comprise entre 3 K et 2,17 K. Son emplacement ne doit pas gêner pas le fonctionnement de la dilution; il demande un peu plus de puissance entre l'étage 4 K et 2 K pour compenser l'échauffement nécessaire à la mesure du débit.

**L'utilité** d'avoir un débitmètre à froid est important si les réserve de la dilution se trouve liquéfier. A la place de réchauffer le liquide pour pouvoir mesuré le débit et le refroidir encore pour la dilution, nous pouvons le mesuré directement.

## Annexe 5: Contrôle de débit par électrovanne

### Remplacement d'un débitmètre à chaud

Pour des applications spatiales, on présente un système qui peut remplacer un débitmètre avec régulation.

Le principe est le suivant:

La réserve de stockage est à l'ambiante sous une pression de 350 bars. Pour contrôler le débit de fonctionnement du cryostat, on utilise une réserve intermédiaire basse pression, où la pression est gardée entre certaines limites. L'impédance de remplissage de la réserve intermédiaire impose le temps d'ouverture de l'électrovanne de la réserve de stockage. Elle est choisie pour avoir un temps d'ouverture raisonnable à haute pression. Quand la pression diminue, le temps d'ouverture de l'électrovanne sera trop long; pour optimiser cela, on utilise un deuxième circuit pour une pression plus basse.

La mesure de débit qu'on fait à l'entrée du cryostat utilise une deuxième impédance montée après la réserve basse pression. Connaissant la pression à l'entrée et à la sortie de l'impédance ainsi que ses caractéristiques, on détermine le débit qui passe. L'avantage de ce système est que :

- le débit peut être changé facilement en modifiant la pression de fonctionnement dans la réserve intermédiaire,
- si la pression de fonctionnement du cryostat monte, on peut garder le même débit en changeant la pression de fonctionnement dans la réserve intermédiaire:

$$\text{débit [cm/min]} = \text{constante} \frac{P_2^2 - P_1^2 \text{ (bar)}}{\text{Longueur(m)}} \varnothing^4 \text{ (\mu m)} ;$$

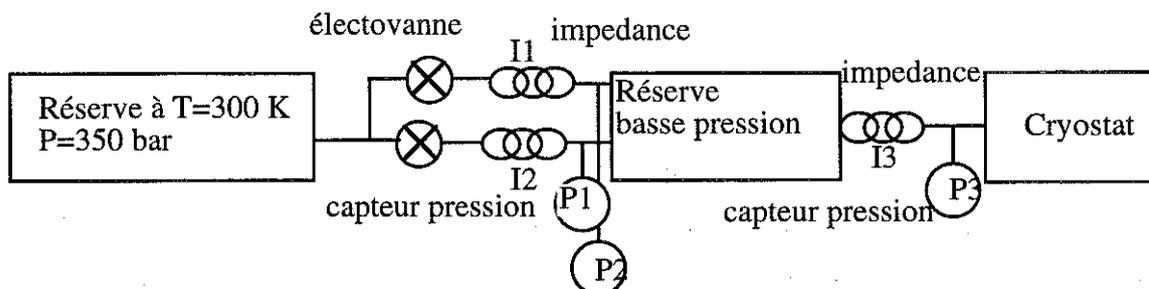
la constante est fonction de la viscosité du gaz utilisé .

- Les électrovannes sont contrôlées par un ordinateur, qui lie toutes les secondes les valeurs de pression et calcule le débit qui passe.

Les valeurs des impédances calculées pour le circuit d'<sup>3</sup>He ont pour débit = 2 μmol/s:

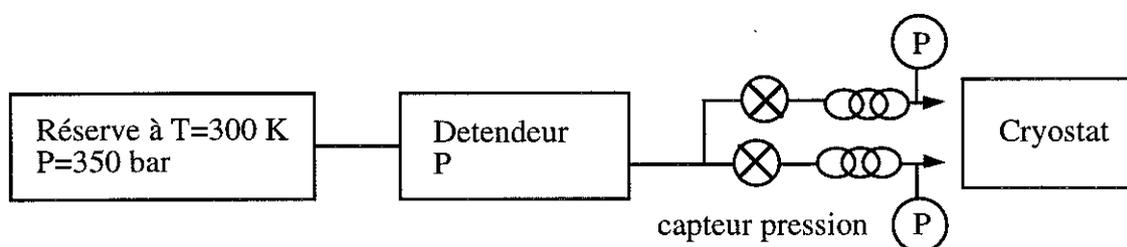
Initialement, on a : P<sub>réserve</sub> = 100 bars ; P<sub>1</sub> = 20 bars ;

$\Delta P_{\text{basé-pression}} = 0,1 \text{ bar}$  pour  $P_1 = 20 \text{ bars}$  et  $P_2 = 19 \text{ bars}$ , temps de remplissage calculé = 10 sec); on cherche une impédance de remplissage de longueur  $L=0,2 \text{ m}$   
On trouve  $\varnothing_1 = 19,8 \mu\text{m}$ .



**Figure A5.1** Schéma du montage utilisant des électrovannes.

Un autre montage consiste à remplacer les électrovannes de remplissage, les impédances d'injection et la réserve intermédiaire par un détendeur qui assure une pression constante de fonctionnement. En choisissant l'impédance qui correspond au débit voulu, on a un circuit d'alimentation en continu. L'avantage est l'élimination des électrovannes qui ont des fermetures et des ouvertures fréquentes et donc un temps de vie limité et un risque plus important de défaillance. Le désavantage est un choix restreint des débits que l'on peut utiliser.



**Figure A5.2** Schéma du montage utilisant un détendeur de pression.

Les tests que j'ai effectué ont été faits avec le premier type de montage.

- Le premier problème rencontré a été le volume compris entre l'électrovanne et l'impédance. Il contribue à l'augmentation de la pression maximale dans la réserve intermédiaire, une fois que l'électrovanne a été fermée. Pour résoudre ce problème, on soude l'impédance directement sur l'électrovanne,
- Une première régulation de débit prend en compte :
  - la pression minimale dans la réserve intermédiaire, qui déclenche l'ouverture de l'électrovanne d'alimentation,
  - la pression maximale dans la réserve intermédiaire, qui commande la fermeture de l'électrovanne d'alimentation,

- Une deuxième méthode de régulation de débit utilise :
  - la pression minimale dans la réserve intermédiaire, qui déclenche l'ouverture de l'électrovanne d'alimentation,
  - le temps d'ouverture de l'électrovanne est ajouté en fonction du débit et il est gardé constant tant que l'erreur sur le débit optimal ne dépasse pas une certaine valeur.

Quelques exemples :

Le temps d'ouverture de l'électrovanne (axe Y)

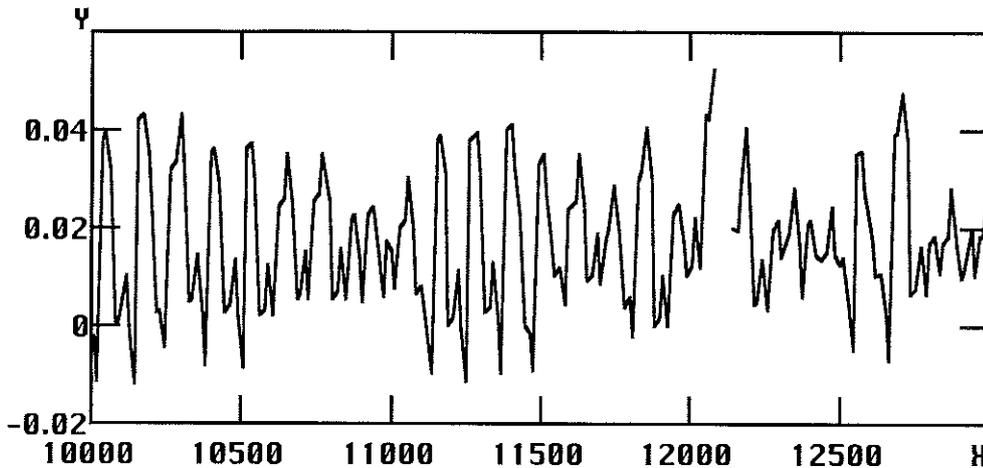


Figure A5.3 Variation de la pression à l'ouverture de l'électrovanne.

La variation du débit régulé à  $8 \mu\text{mol}/\text{sec}$  :

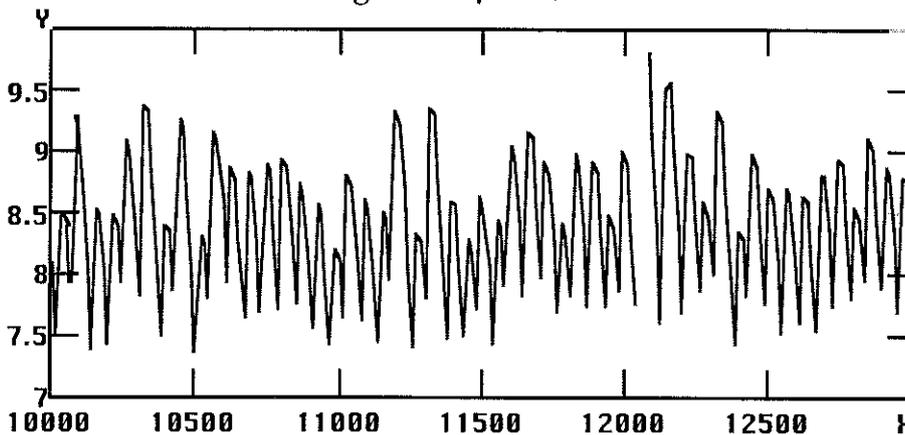
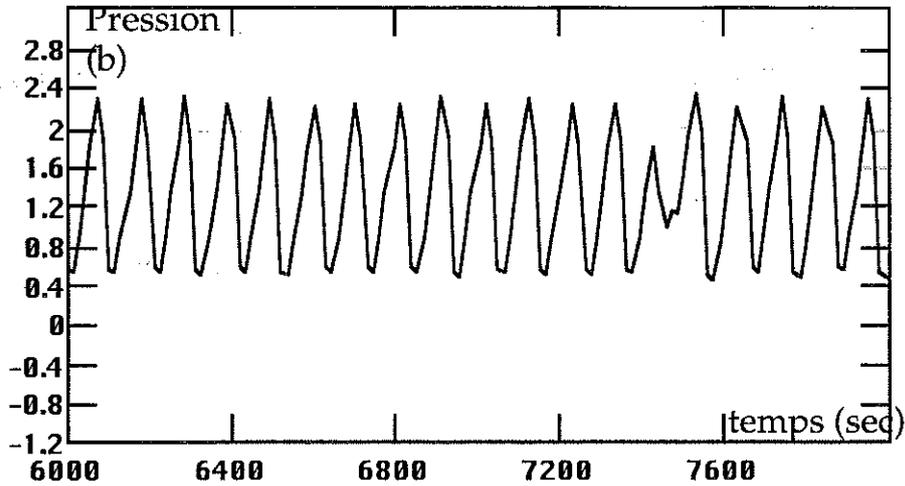


Figure A5.4 Variation du débit en temps avec une régulation de  $\Delta P=0,2$  bar.

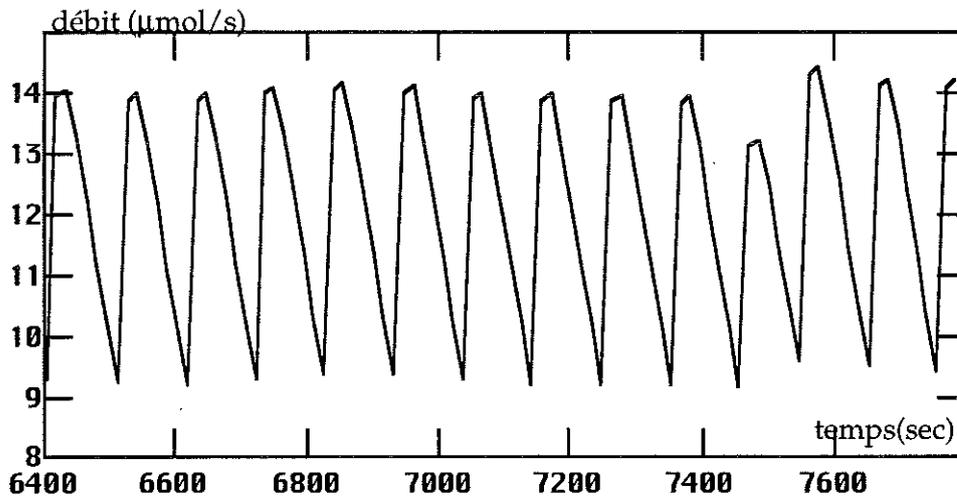
La régulation se fait par contrôle de pression à l'injection avec une précision de  $\Delta P=0,2$  bar.

Autre type de régulation de débit: débit  $10 \mu\text{mol}/\text{sec}$  avec une régulation en pression de 0,1 bar. Dans ce cas, le volume entre l'électrovanne et l'impédance a été réduit.

Temps d'ouverture de l'électrovanne en fonction de la pression d'injection.



Réponse en débit :



### Influence sur la dilution

L'utilisation de ce dispositif pour réguler les débit d'injections n'a pas été tester sur une dilution en cycle ouvert qui est en fonctionnement pour voir l'influence des petites fluctuations sur la temperature de l'étage froid.

On remarque un signal plus régulier, mais l'écart par rapport au débit nominal est plus important.

## Annexe 6: Calcul d'une petite bobine

Le choix de la valeur du champ magnétique est fait en fonction de la taille de la bobine et de l'espace qu'il occupe. Une bobine utilisant du fil supraconducteur, qui sera thermalisé à  $T=4$  K et crée un champ de 0,5 Tesla, a les dimensions suivantes :

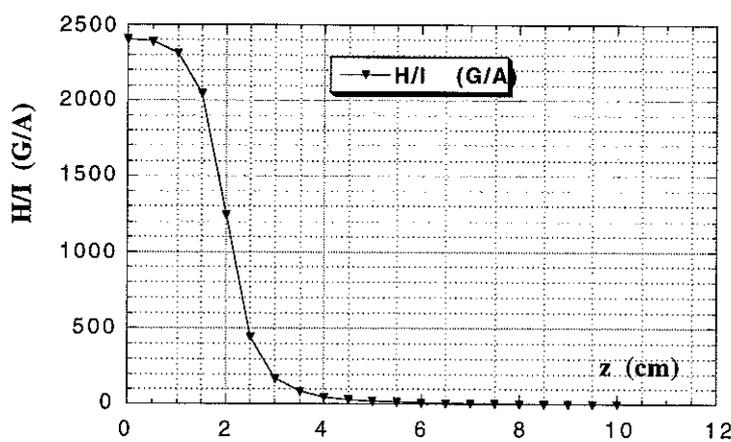
- La taille de la cellule  $\varnothing=10$  mm impose le diamètre intérieur de la bobine.
- La longueur de la bobine est imposée par la longueur d'homogénéité du champ vu par la cellule de désaimantation; on calcule le champ magnétique pour une longueur de la bobine de 4 cm.
- Le nombre des spires/couche =400, pour un fil  $NiTi$  de diamètre  $\varnothing=0,1$  mm
- Le nombre de couches est de 20 .

Conformément à la simulation représentée dans la figure A6.1, une telle bobine donne une homogénéité sur une longueur de 2 cm.

On obtient :

- longueur du fil =300 m
- rayon extérieur de la bobine 7 mm pour un rayon intérieur de 5 mm

Pour avoir une bobine de 0,5 tesla, le courant nécessaire est de  $I = 2$  A.



FigureA6.1 Champ magnétique en H/I par rapport à l'origine

## Annexe 7: L'échauffement et la perte de charge par viscosité

### L'échauffement par viscosité

Il est important de rappeler qu'à basse température,  $^4\text{He}$ , qui est superfluide, n'a aucune viscosité. Pour d'autres fluides et aussi pour l' $^4\text{He}$  à des températures supérieures à 2 K, la viscosité est non négligeable.

Les pertes de charge par viscosité sont données par :

$$Q = Z \eta V_m^2 n^2 \quad \text{où}$$

Z	est le facteur géométrique de l'impédance	( $\text{cm}^{-3}$ )
$\eta$	est le coefficient de viscosité	( $\text{N} / \text{cm}^2 \cdot \text{sec}$ )
$V_m$	est le volume molaire du fluide	( $\text{cm}^3 / \text{mol}$ )
n	est le flux du fluide	( $\text{mol} / \text{sec}$ )

Le facteur géométrique de l'impédance pour un tube est donné par la formule

$$Z = 128 * L / (\pi * D^4)$$

Il varie linéairement avec la longueur du tube et est inversement proportionnel à la puissance quatre du diamètre du tube.

Le volume molaire des fluides purs est:

$$^4\text{He pur} : V_4 = 27.7 \text{ cm}^3 / \text{mol}$$

$$^3\text{He pur} : V_3 = 37.03 \text{ cm}^3 / \text{mol}$$

Pour le mélange d' $^3\text{He}$  dilué dans l' $^4\text{He}$ , le volume dépend de la concentration d' $^3\text{He}$  dilué dans l' $^4\text{He}$  qui est fonction de la température à laquelle le mélange se trouve.

Le volume molaire pour le dilué est :

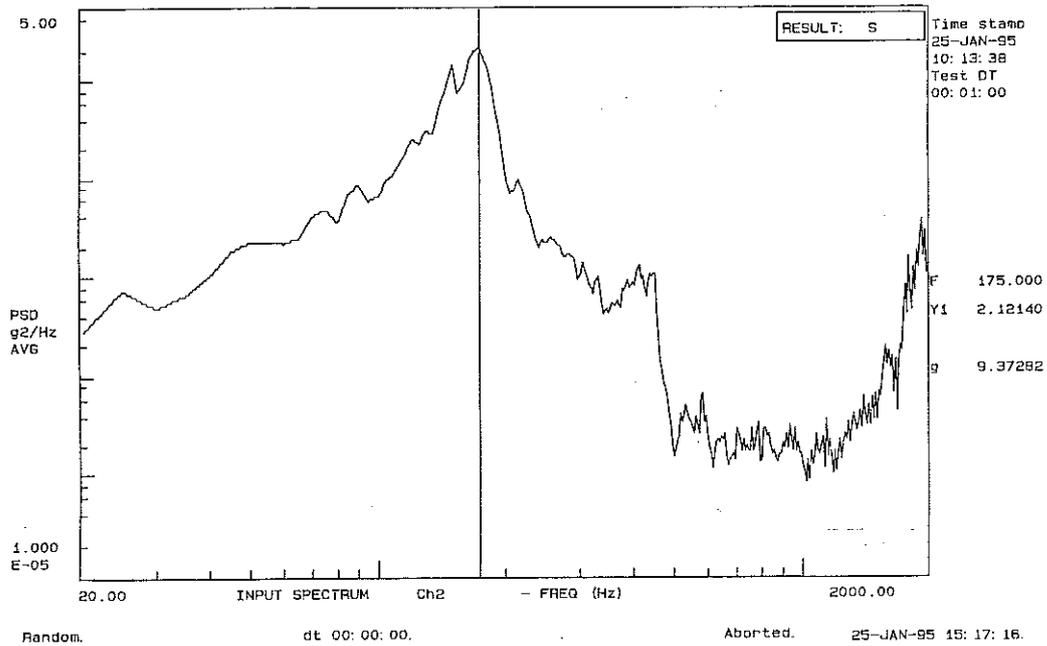
$$V_m \text{ dilué} = V_4 / x ; x = \text{la concentration d}'^3\text{He dans le mélange dilué.}$$

$$\text{Plus précisément : } V_m \text{ dilué} = V_4 (1 + \alpha x) \text{ où } \alpha = 1,28 .$$

La variation de la viscosité des isotopes d'hélium et de leur mélange a été présentée dans l'Annexe 1.

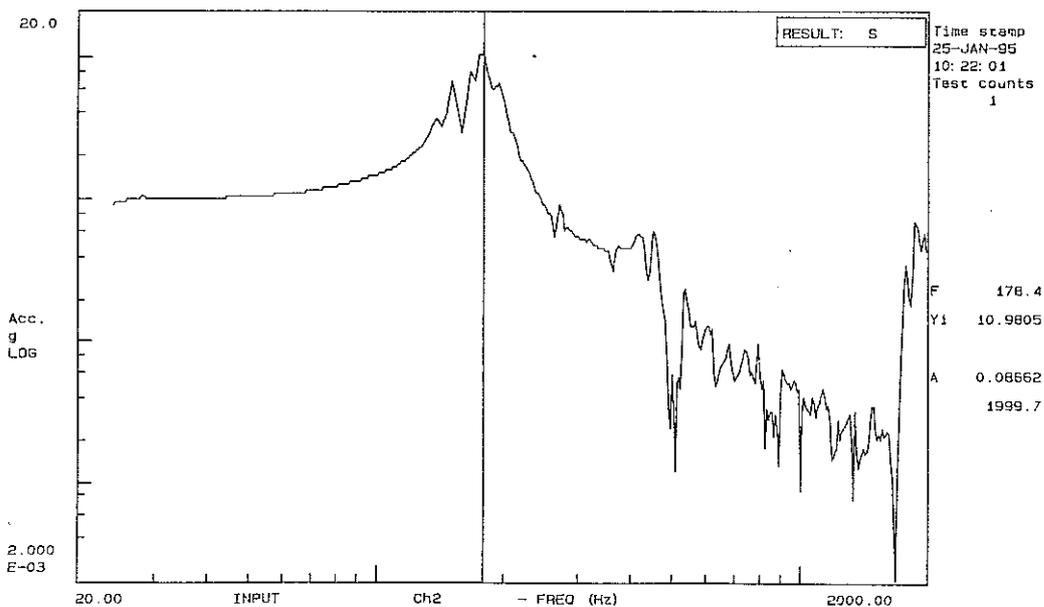
On rappelle :

$$\text{Pour l}'^3\text{He pur} : \eta_{^3\text{He}} = 2,2 * 10^{-6} / T^2 \text{ dynes} / \text{sec} * \text{cm}^2 .$$



*Aléatoires Y*

*Accel Y*



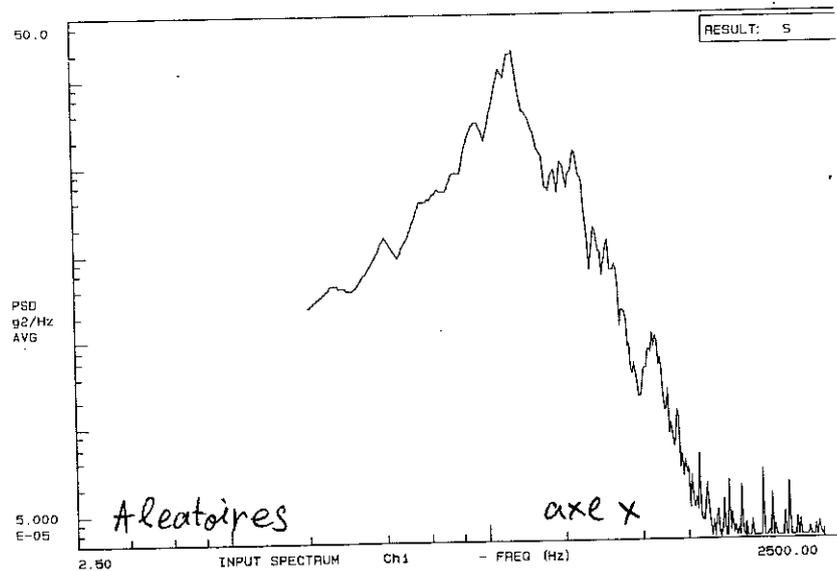
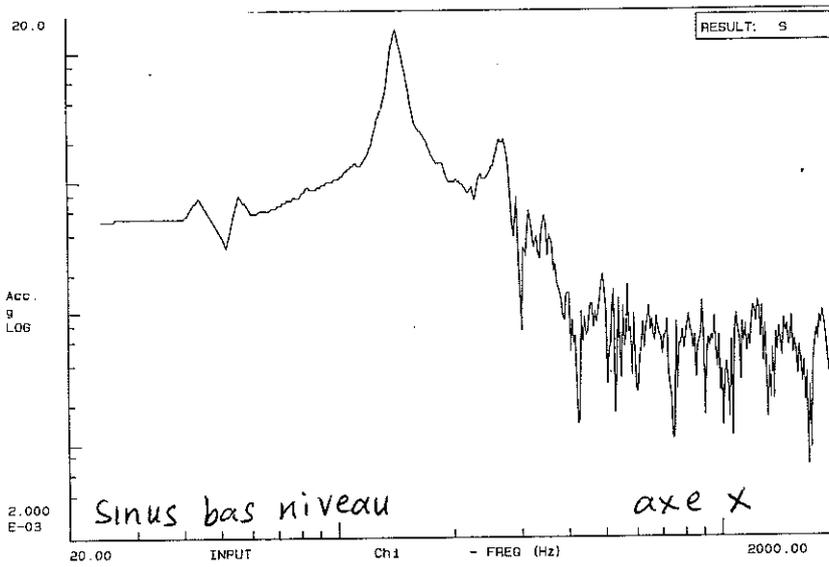
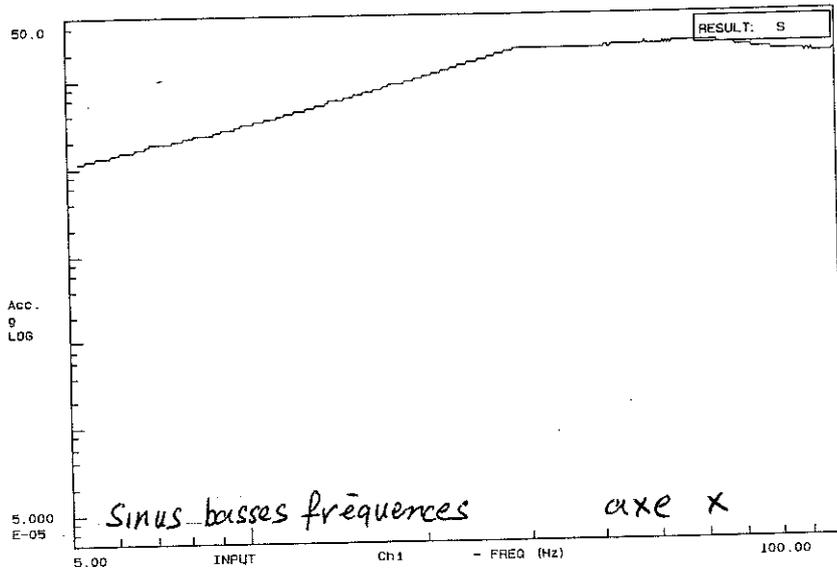
**Figure A8.1. Test de la partie 0,1 K- 1,5 K**

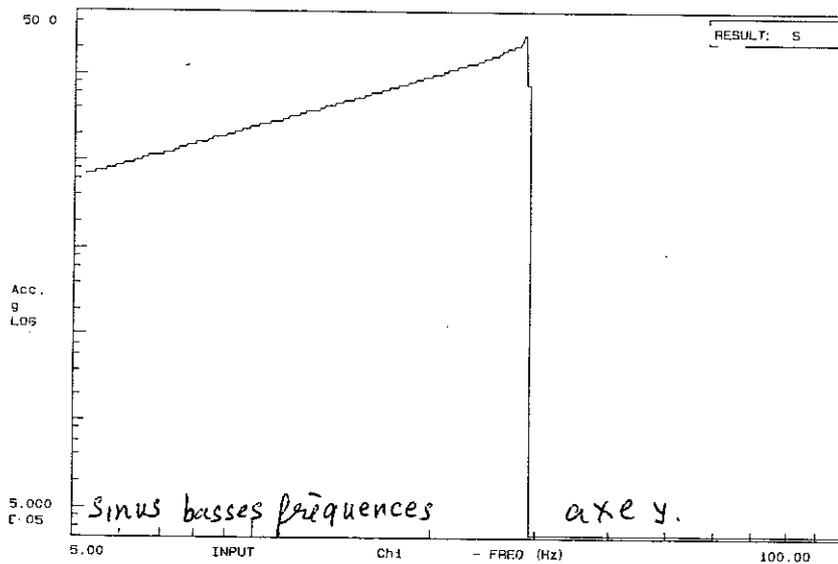
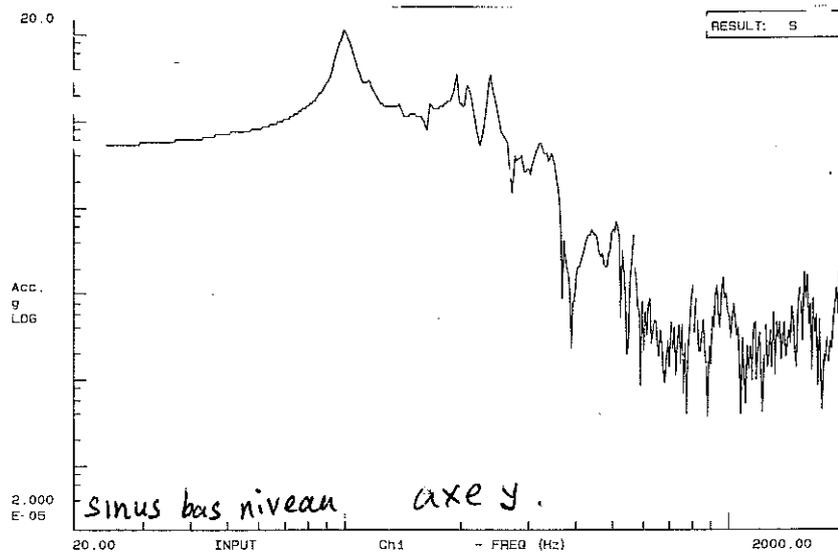
Les réponses en vibration sur les trois axes sont similaire.

La fréquence de résonance du système est de 150 Hz et elle ne change pas à la fin du test. Le deuxième test sinus bas niveau fait à la fin, donne la même fréquence de résonance de 150 Hz.

**Deuxième test de vibration de la partie complète du démonstrateur 0,1 K-4 K.**

Elle a été testée au normes de qualification.



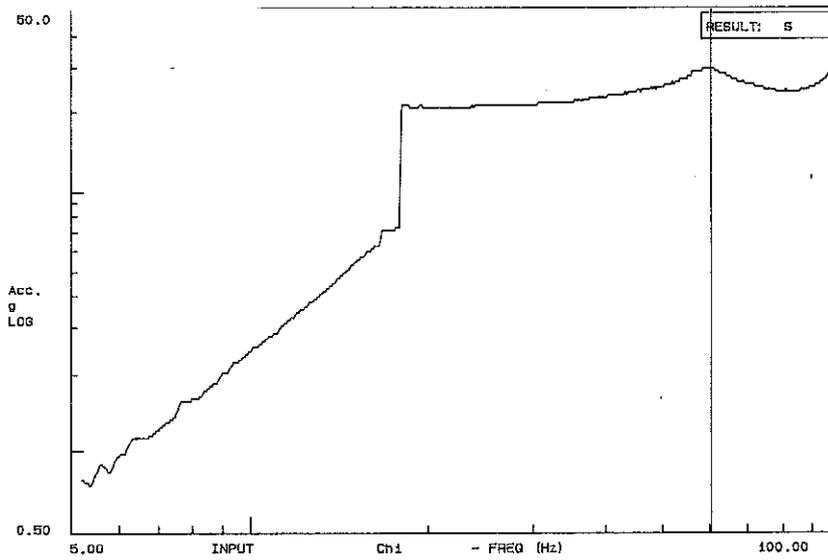
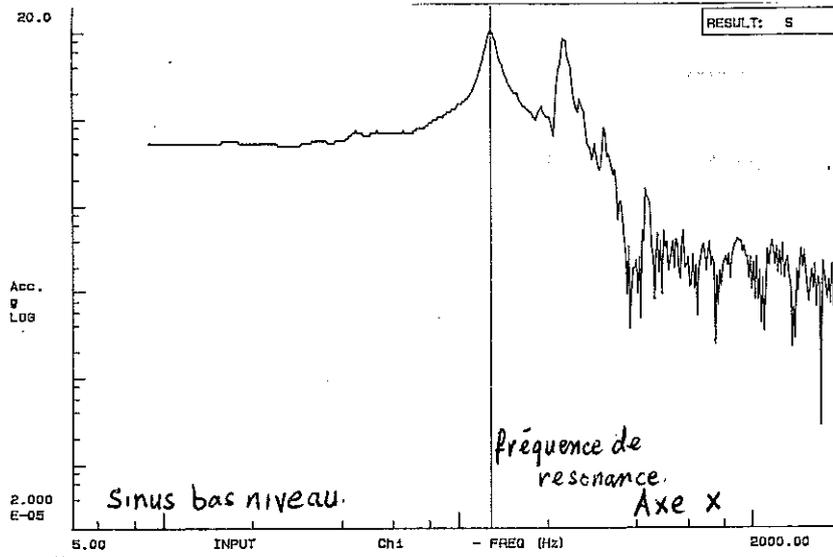


Pendant le test en sinus basses fréquences sur l'axe y, une des suspensions à cassée à la fréquence de 20 Hz.

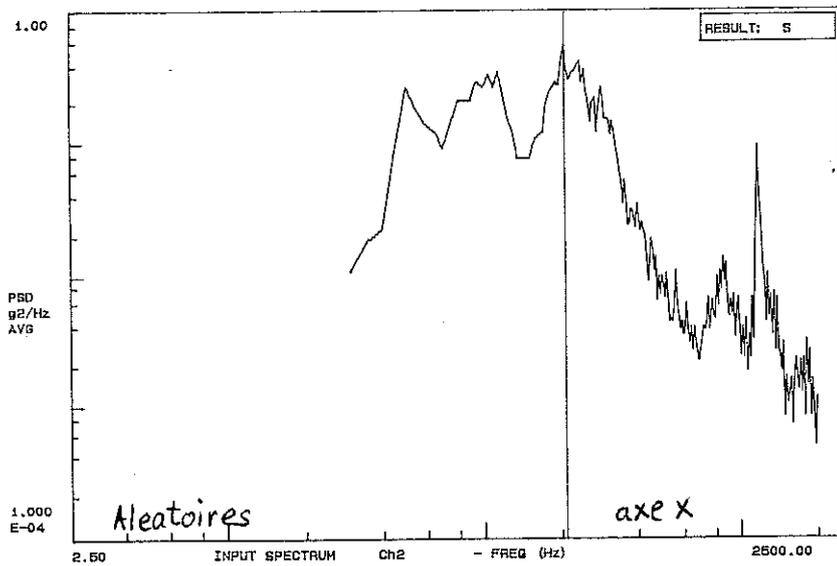
**Figure A8.2.** Test de la partie 0,1 K- 4 K; suspension sur l'étage 1,6 K d'un seul côté.

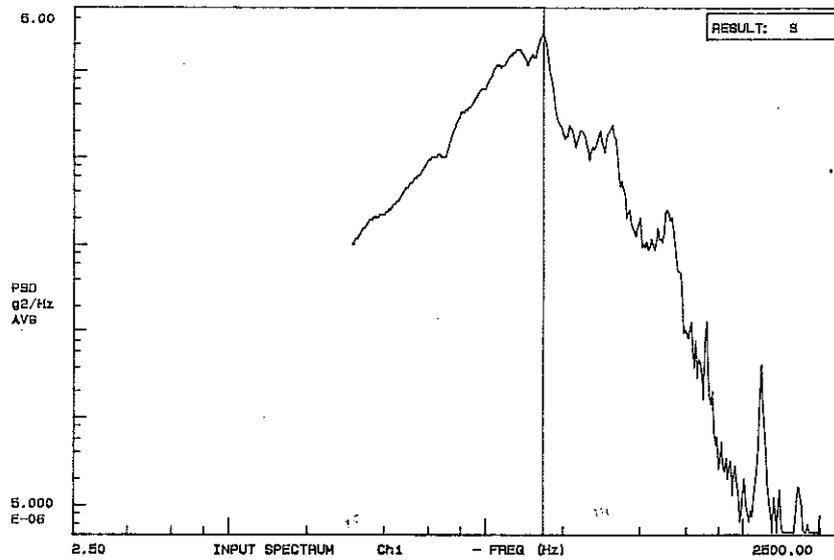
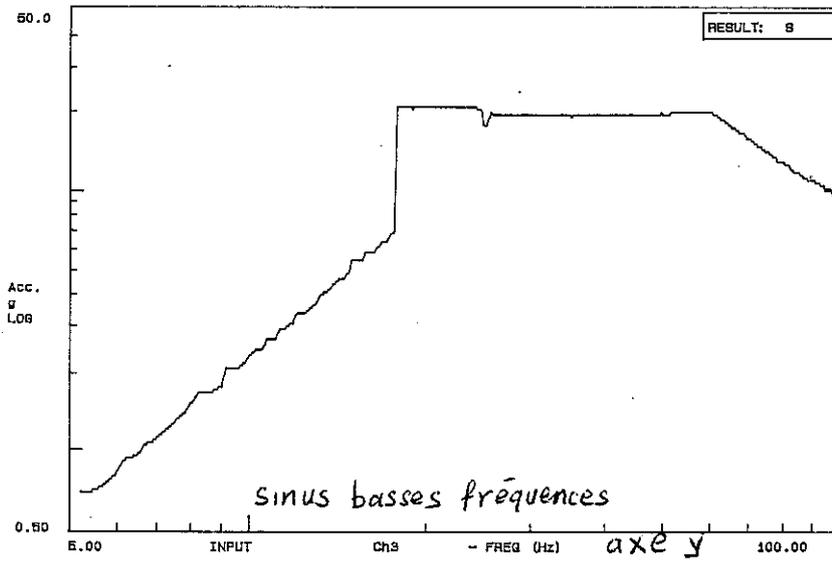
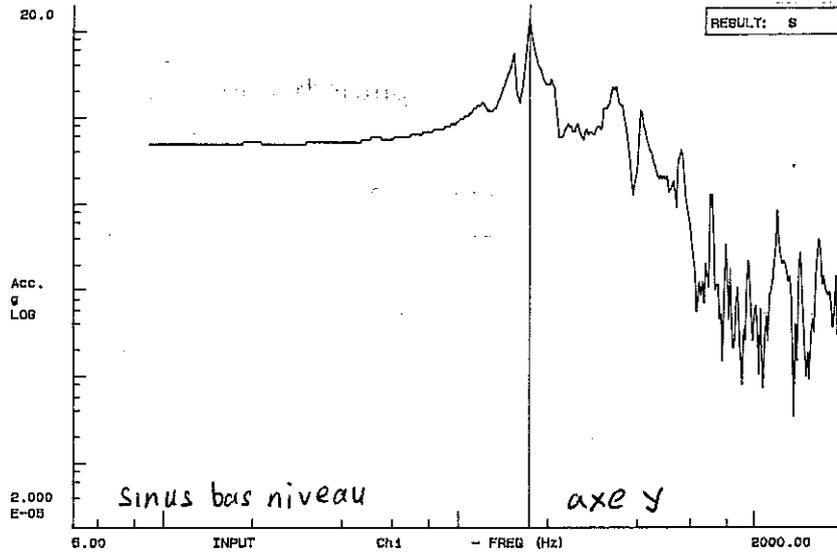
**Troisième test de vibration de la partie complète du démonstrateur 0,1 K-4 K**

La partie complète de la maquette 0,1 K-4 K a été testée aux normes de qualification. Dans ce cas, les suspensions de l'étage 1,6 K sont montées des deux côtés de l'étage.



SINUS BASSES FRÉQUENCES    AXE: X    Senseur N°1    DILUTION





ALÉATOIRES

AXE: Y

Senseur N°1

DILUTION

## Annexe 9: Mesure de la conductivité thermique de quelques résines epoxy.

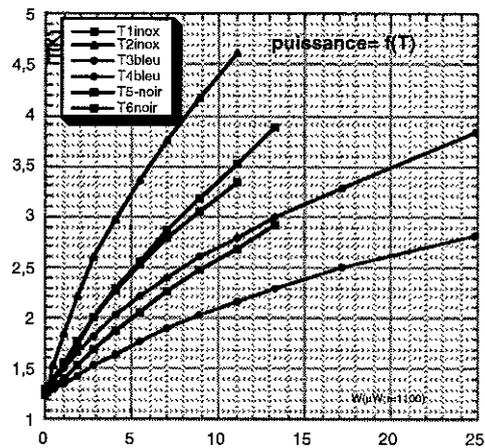
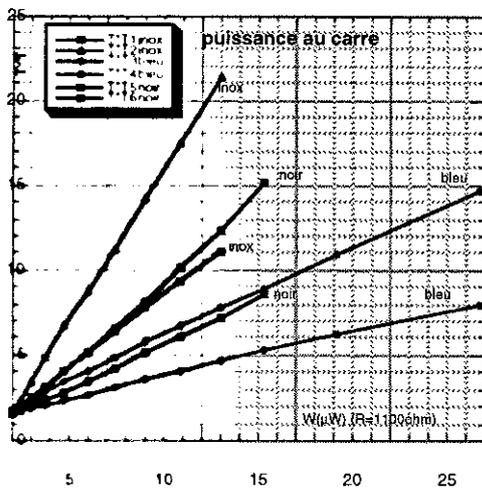
Les étalonnages des thermomètres de chaque échantillon sont faits en fonction de la température du bain de l'hélium, avec du gaz d'échange et sous vide. Les mêmes valeurs de variation de résistance sont obtenues. Voir table 1.

T(K)	R1 inox (ohm)	R2inox (ohm)	R3 blanc (ohm)	R4 blanc (ohm)	R5 (ohm)	R6 (ohm)
4,23	947	936	945	936	943	930
4,00	1031	1018	1025	1016	1026	1011
3,75	1154	1138	1146	1136	1146	1129
3,50	1307	1288	1298	1286	1296	1275
3,25	1506	1481	1496	1481	1490	1464
3,00	1769	1738	1754	1735	1746	1714
2,75	2128	2088	2113	2087	2100	2057
2,50	2630	2571	2602	2567	2583	2525
2,25	3359	3284	3325	3265	3299	3202
2,07	4295	4202	4261	4229	4207	4102
1,95	5062	4949	5015	4978	4955	4826
1,87	5649	5514			5525	5373
1,69	7405	7222			7225	7014
1,65	8010	7808	7880	7800	7813	7574
1,50	9930	9670			9670	9360
1,47	10770	10480	10600	10540		
1,27	21760	21100	21450	21350		
1,23	25930	25130			25120	24020

Les échantillons sont thermalisés d'un côté sur le bain d'hélium et l'autre côté est suspendu dans le vide, avec une résistance de chauffage collé à ce bout. On descend la température du bain de l'hélium le plus bas possible. Avec la résistance de chauffage, on applique des puissances bien précises. Tout le flux de chaleur passe à travers l'échantillon et il produit un gradient de température le long de celui-ci. Mesurant la température en deux endroits bien précis, on détermine la conductivité thermique. Les mesures ont été faites sur deux ou trois échantillons en même temps, chacun ayant sa propre source de chauffage. On avait fait attention que les sources de chauffage des autres échantillons ne rayonnent pas sur les autres échantillons; la source été mise à l'intérieur du tube.

Pour chaque échantillon, nous avons tracé la puissance thermique qui traverse la fibre en fonction de  $T$ , de  $T^2$  et de  $T^3$  (figure A9.1 ).

W( $\mu$ W)	T1 inox	T2 inox	T3 bleu	T4 bleu	T5noir	T6 noir
0.0000	1.2599	1.2848	1.2773	1.2953	1.2764	1.2904
0.11000	1.2844	1.3379	1.2862	1.3162	1.2882	1.3142
0.44000	1.3674	1.5302	1.3122	1.3812	1.3303	1.4002
0.99000	1.5331	1.8489	1.3613	1.4973	1.4115	1.5564
1.7600	1.7518	2.2108	1.4355	1.6523	1.5338	1.7692
2.7500	2.0141	2.5943	1.5299	1.8298	1.6896	2.0166
3.9600	2.2630	2.9642	1.6448	2.0204	1.8679	2.2805
5.3900	2.5299	3.3574	1.7656	2.2099	2.0600	2.5610
7.0400	2.7889	3.7590	1.8967	2.4036	2.2626	2.8562
8.9100	3.0592	4.1790	2.0292	2.5961	2.4712	3.1742
11.000	3.3350	4.6176	2.1611	2.7907	2.6863	3.5131
13.310			2.2921	2.9858	2.9176	3.8942
15.800					3.1485	4.2896
17.188			2.4918	3.2919		
24.750			2.8244	3.8323		



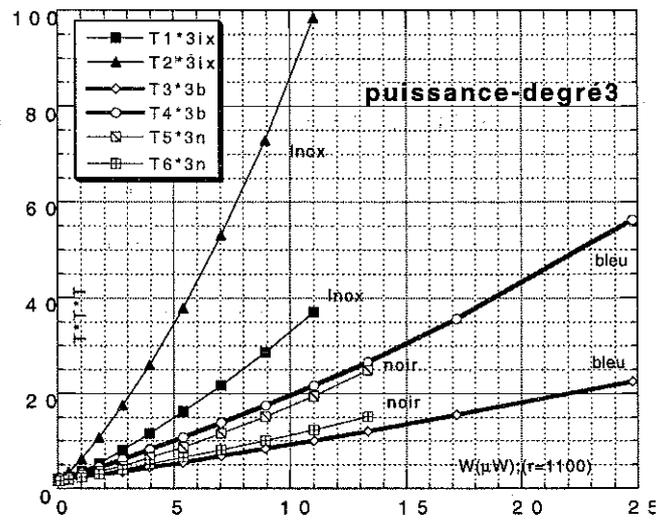


Figure A9.1

Connaissant  $dW = K(T) \frac{S}{L} dT$ , on obtient  $W = \frac{S}{L} \int K dT$ .

Il y a plusieurs possibilités:

- $K = \text{constante}$  → on a  $W = f(T)$
- $K = \text{constante} * T$  → on a  $W = f(T^2)$
- $K = \text{constante} * T^2$  → on a  $W = f(T^3)$

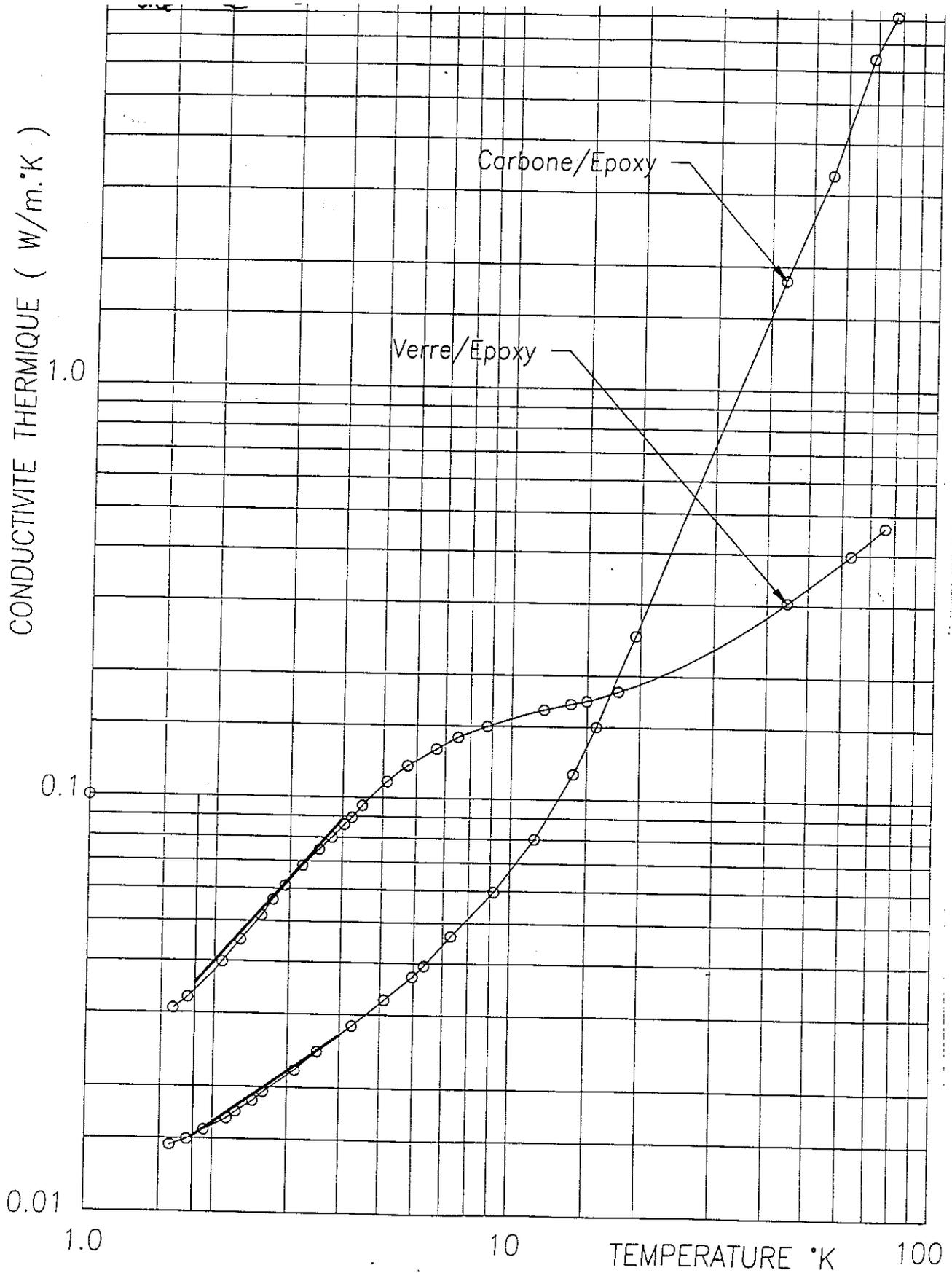
La meilleure extrapolation des courbes de puissance en fonction de T est  $W = f(T^2)$ , donc  $K = \text{constante} * T$ . La valeur de la constante se détermine en fonction de la pente des courbes:

$$W * L/S = \text{constante} * \left( \frac{T_f^2 - T_i^2}{2} \right)$$

Les valeurs des constantes obtenue:

Matériel	Section (mm)	conductivité(mW/ K m)	Conductivité à T=4K
Inox	0,488 / 5	106,7 * T	426,28
Fibre de verre blanc	5,2 / 6,2	16,15 * T	64,6
Fibre de carbone bleu	7 / 8,7	15,49 * T	62
Fibre de carbone noir	8,6 / 10	8,19 * T	32,8

Les valeurs de conduction thermique dans la référence de IAS sont données dans le graphique suivant et les résultats des mesures que nous avons effectuées correspondent bien aux valeurs du graphique.



---

## Liste des figures

---

Figure 1a.1 Dilution irréversible.....	16
Figure 1a.2 Courbes d'enthalpie d'excès.....	17
Figure 1a.3 Dilution réversible.....	18
Figure 1a.4 Enthalpie $H_{30}$ de l' $^3\text{He}$ pur, et $H_d$ de l' $^3\text{He}$ dilué en fonction de la température.....	19
Figure 1a.5 Equilibre à travers une superfuite.....	20
Figure 1a.6 Equilibre à travers la superfuite avant dilution.....	21
Figure 1a.7 Dilution réversible à travers la superfuite.....	21
Figure 1a.8 Dilution avec circulation des deux isotopes.....	23
Figure 1a.9 Dilution avec restrictions pour empêcher la diffusion.....	24
Figure 1a.10 Dilution réversible sur la courbe de séparation de phases.....	25
Figure 1a.11 Dilution réversible avec une superfuite.....	26
Figure 1a.12 Courbes à potentiel chimique $\mu_4$ constant.....	27
Figure 1a.13 Extraction irréversible de l' $^3\text{He}$ .....	29
Figure 1a.14 Dilution réversible en partie froide uniquement, sans excès d' $^3\text{He}$ ...	30
Figure 1a.15 Dilution avec de l' $^3\text{He}$ en excès.....	32
Figure 1a.16 Gradient de température le long du tube de mélange diphasique.....	34
Figure 1a.17 La variation de la température dans un point du tube de mélange...	35
Figure 1a.18 Boîte à mélange pour une dilution classique.....	36
Figure 1b.1 Le point de mélange des deux injections.....	39
Figure 1b.2 Puissance disponible le long d'un échangeur.....	45
Figure 1b.3 La température simulée le long d'un échangeur.....	47
Figure 1b.4 Mode de refroidissement des fils électriques et rigidification du circuit de dilution.....	49
Figure 1b.5 Température minimale en fonction de la résistance des fils.....	51
Figure 1b.6 Le mélange diphasique au point froid.....	52

Figure 1b.7 Forces qui agissent sur une goutte de concentré située à l'intérieur d'un tube, dans le dilué.....	53
Figure 1b.8 Schéma du circuit de dilution entre le point froid et l'étage à T=1,5 K	55
Figure 1c.1 Le diagramme enthalpique de l' <sup>4</sup> He.....	57
Figure 1c.2 Puissance de la détente Joule-Thomson sur l' <sup>4</sup> He en fonction du débit et de la température.....	58
Figure 1c.3 Détente réalisé avant la dilution, sur les injections.....	60
Figure 1c.4 Détente réalisée après la dilution, sur le tube de sortie.....	61
Figure 1c.5 Dilution associée à un étage Joule-Thompson.....	61
Figure 1c.6 Pompage sur une réserve de mélange à concentration x <sub>1</sub> .....	62
Figure 2a.1 Schéma d'un cryostat avec un bain d'hélium et le même vide d'isolement entre les étages.....	72
Figure 2a.2 Schéma du circuit de dilution de l'ambiante au point froid.....	73
Figure 2a.3 Schéma d'un cryostat avec un bain d'hélium et le vide d'isolement entre les étages indépendants.....	74
Figure 2a.4 Schéma d'un cryostat à circulation d'hélium qui assure le refroidissement à une température variable entre 10 K et 4 K.....	76
Figure 2a.5 Schéma du bâti de circulation des gaz.....	77
Figure 2a.6 Schéma d'un circuit de distillation du mélange.....	78
Figure 2b.1 Schéma de montage et suspensions de la partie froide d'une dilution en cycle ouvert pour des faibles débits.....	82
Figure 2b.2 La température minimum mesurée en fonction des différents débits d'injection.....	85
Figure 2b.3 La température minimum mesurée en fonction des différents débits d'injection.....	85
Figure 2b.4 Montage du circuit de dilution sur un étage refroidit à 0,3 K par une pompe à charbon.....	87
Figure 2b.5 Les performances thermiques du système pour différentes charges thermiques ajoutées sur la plaque froide.....	88
Figure 2c.1 Dispositif de mesure capacitive.....	91
Figure 2c.2 Mesure capacitive: résultats.....	92
Figure 2c.3 L'électronique de mesure de variation de résistance en trois fils.....	94

---

Figure 2c.4	L'électronique de mesure de variation de résistance en deux fils .....	95
Figure 2c.5	Le bruit de l'électronique de mesure.....	96
Figure 2c.6	Schéma d'emplacement des thermomètres .....	97
Figure 2c.7	Fluctuations de température pour un débit .....	97
Figure 2c.8	Variation de température en régime transitoire pour un débit .....	98
Figure 2c.9	La variation de température pour un débit .....	99
Figure 2c.10	La variation de température pour un débit .....	100
Figure 2c.11	Variation de température pour un débit.....	101
Figure 2c.12	Emplacement des thermomètres.....	101
Figure 2c.13	Variation de température pour un débit.....	102
Figure 2c.14	Schéma du montage de thermomètre(a).....	104
Figure 2c.15	Variation de la température pour un mélange réalisé sur la courbe de séparation de phase .....	105
Figure 2c.16	Propagation de la température pour un pourcentage de 9% d' <sup>3</sup> He..	106
Figure 2c.17	Propagation de la température pour un pourcentage de 20% d' <sup>3</sup> He.	107
Figure 2c.18	Propagation de la température.....	107
Figure 2c.19	Propagation de la température.....	108
Figure 2c.20	La propagation de la variation de température le long du tube à mélange.....	108
Figure 2c.21	Agrandissement de la figure 2c.20.....	109
Figure 2c.22	Montage utilisant une superfuite .....	110
Figure 2c.23	La variation de température pour un débit .....	111
Figure 2c.24	Agrandissement du graphique 2c.23.....	111
Figure 2c.25	Variation de la température sur le tube d' <sup>3</sup> He et sur le tube de mélange.....	112
Figure 2c.26	Schéma de détection avec un faisceau de neutrons.....	115
Figure 2c.27	Le montage du cadmium sur le tube de mélange .....	118
Figure 3a.1	Mesure de conductivité thermique.....	132
Figure 3b.1	Schéma du circuit de dilution en cycle ouvert. ....	134
Figure 3b.2	Suspension le long des trois axes.....	138

---

Figure 3b.3 Suspension de l'ensemble 0.1 K.....	139
Figure 3b.4 Suspension de la partie 1.5 K.....	141
Figure 3b.5 Calcul des forces sur les suspensions 4 K-1.6 K. ....	143
Figure 3b.6 Modification de la suspension. ....	145
Figure 3b.7 Puissance du système en fonction du carrée de la température.....	149
Figure 3b.8 Sinus bas niveau appliqué à la maquette.....	154
Figure 3b.9 Les fréquences de test en sinus 20gr. ....	154
Figure 3b.10 Les fréquences aléatoires de test.....	155
Figure 3b.11 a-le signal d'excitation appliquée.....	155
Figure 3b.12: a) réponse sinus 10 g.....	156
Figure 3b.13 a) le signal appliquée.....	156
Figure 3b.14 a) réponse sinus 20 g.....	157
Figure 3b.15 Photo de la partie 1.6 K-0.1 K du cryostat. ....	158
Figure 3b.16 Le schéma du circuit de purification des injections d'hélium.....	160
Figure 3c.1 Un cycle de désaimantation adiabatique.....	164
Figure 3c.2 Désaimantation par régulation du champs magnétique.....	165
Figure 3c.3 Le diagramme d'entropie pour $\text{PrCu}_6$ .....	167
Figure 3c.4 Le diagramme théorique pour $\text{PrNi}_5$ .....	167
Figure 3c.5 Le diagramme théorique pour $\text{PrCu}_5$ .....	168

---

## Bibliographie

---

- 1 O. V. Loonasma, Experimental principles and methods below 1K, Academic Press London (1974)
- 2 LT19, LT20 cryogenics : A. Benoit and S. Pujol, Proceeding of L.T. 19 conference, (1989) and A. Benoit,
- 3 Patent number 8801232 from the Centre National d'Etudes Spatiales, Paris (1988). 2eme brevet
- 4 SAE 24th, International Conference on Environmental Systems, Germany June, 1994 (Technical paper 941276)
- 5 Duband, L., Alsop, D., Lange, A. and Kittel, P. 1989, A rocket-borne 3He refrigerator, Adv. Cryo. Eng., 35, 1447-1456
- 6 Duband, L., Alsop, D., Lange, A.E., Hayata, S., Matsumoto, T. & Sato, S. 1991, Flight performance of a rocket-borne 3He refrigerator, Cryogenics, 31, 338-340
- 7 Torre, J.P. & Chanin G. 1985, Miniature liquid 3He refrigerator, Rev. Sci. Instrum., 56, 318-320
- 8 KW Taconis, R de Bruyn Ouboter; Equilibrium Properties, Ch 2; Equilibrium Properties of liquide and solid mixtures of helium 3 and helium 4, Progress in low temperature physics Vol IV (1978).
- 9 H.S. Sommers, W.E. Keller, J.G. Dash Heat of mixing of 3He in 4He; Physical Review, Vol 92, Nb 6, Décembre 1953, page 1345
- 10 R. Radebaugh, U.S. National Bureau of Standards Technical Note n°362 (1967)
- 11 R. Radebaugh, U.S. National Bureau of Standards Technical Note n°362 (1967)
- 12 Calcul de  $\Delta P = \Delta \Pi + \Delta P_f$  (puech aussois)

- 13 J. Landau et al; Temperature, pressure, concentration dependence of the osmotic pressure of dilute he3-he4 mixture; Physical review A, Vol2, Nb6 decembre 1970 page 2472
- 14 C.E. Chase - Thermal conduction in liquid heliumII. Effects of channel geometry; Physical review Vol131, Nb5,1963, page 1898.
- 15 R. de Bruyn Ouboter ; The thermodynamic proprerties of liquid 3He-4He detween 0 to 20 atm. in the limit of absolute zero temperature; Physica 144B, page 127 (1987) North- Holland
- 16 JGM Kuerten, CAM Castelijns, ATAM de Waele; Cryogenics 1985, Vol25 August , page 419
- 17 D.O. Edwards and W.F. Saam - The free surface of liquid helium ; Progress in low temperature physics Vol VII A (1978)
- 18 G. Vermeulen, communication orale.
- 19 Staas F.A. Proc. LT 7 Toronto (1961) pag 650
- 20 R. Conte: Eléments de cryogénie, Masson & Cie, éditeurs (1970).
- 21 Brison J.P. Etalonnage de thermomètres en comparant des mesures de CMN, pression de vapeur 3He, points fixe supra NBS, orientation nucléaire.
- 22 Expérience Boomerang A. Lange CALTECH
- 23 Interrupteurs thermiques Torre
- 24 S.Pujol, DESS- Université Joseph Fourier; juin 1994
- 25 Discution Brett
- 26 Infra-Red Radiation ; Antonin Vasko; English édition Iliffe Books 1968
- 27 L.Duband L.Hui A.Lange ;Thermal isolation of large loads at low température using kevlar rope; Cryogenics Vol33,N°6, page 643 , 1993
- 28 J.G. Hust Low température thermal conductivity of two fibre epoxy; Cryogenics(1975) 15, 126-128
- 29 D.J.Radcliffe, HM.Rosenberg; The thermal conductivity of glass-fibre and carbon fibre/epoxy composite from 2 to 80K; Cryogenics May (1982), 245
- 30 Kuenhold Proc. LT13,Boulder (1972) Vol1 page 564
- 31 K. Andres & co :Nuclear induced feromagnetism below 50mK in PrCu5 - Physical review B, Vol 11, page4363, 1975

- 32 A. Clapp, C. Hagmann & all; 100mK magnetic refrigerators for low background bolometric receivers SPIE Conference of Infrared detectors and Instrumentation ,april 1993
- 33 K. Andres; O.V.Lounasma - Progress in low temperature physics , Vol 8, chapter 4, page 220
- 34 J.L.Genicon, J.L. Tholence, R.Tournier- Nuclear induced ferromagnetism in PrNi5; Journal de Physique Colloque C6, 1978, page 798.
- 35 K. Andres & co :Nuclear induced ferromagnetism below 50mK in PrCu5 - Physical review B, Vol 11, page4363, 1975
- 36 C.F.Squire; Low temperature physics; McGraw-Hill Book Company 1953
- 37 V.P. Peshkov - Critical velocities and vortices in superfluid helium; Progress in low temperature physics Vol IV (1978)
- 38 C.E. Chase - Thermal conduction in liquid heliumII. Effects of channel geometry; Physical review Vol131, Nb5,1963, page 1898
- 39 T. Oestttterreich, J.K. Xie - He II flow in a narrow slit; Jurnal of low temperature physics Vol83, 1991, p57
- 40 D.F. Brewer D.O.Edwards -Heat conductivity and normal viscosity of HeII
- 41 D.V. Osborne - Helium II ; Cryogenic Techniques and Miscellaneous
- 42 G.F.Scheele &all ;Drop formation at low velocitiesin liquid -liquid system; AIChE Journal Vol.14 No1, page9,january1968
- 43R.L.Mills et all ; The volume change on méltng of 3He and 4He up to 3500kg/cm2; page 146
- 44B.M.Abraham et all. The pressure dependence of the solubility of liquid 3He in superfluid 4He;
- 45Zeegers,A de Waele, H.M. Gijsman - Viscosity of saturated 3he-4he mixture below 200mK : Journal of low temperature Physics Vol.84 1991,page37
- 46K.A.Kuenhold et all; The viscosity of dilute solutions of 3He in 4He at low temperature; page 563;
- 47 F.A.Staas, K.W.Taconis; Viscosity of liquid HE3-He4 mixtures in the heII region above 1K; L.T.7 page 650
- 48 1ére Ecole d'Automne Aussois 91

<sup>49</sup> Habrard Sandrine, Rapport de stage CRTBT, juin 1995

**Publications sur la dilution en cycle ouvert:**

1. A. Sirbi Paragina, A. Benoit, S. Pujol; The performance of an open cycle dilution refrigerator; L.T.21 août 1996

2.

New Scientist, 8th March issue 1997, p 32-35

Etude de la réfrigération par dilution de l'hélium en cycle ouvert  
Application à un satellite d'observation submillimétrique

Résumé

Dans ce mémoire nous présentons une étude du principe de refroidissement par dilution en cycle ouvert. Ce nouveau type de dilution est caractérisé par son fonctionnement en régime continu et en absence de gravité, ce qui le désigne comme le meilleur candidat pour les applications spatiales où un refroidissement à basse température ( $T < 0,1$  K) est nécessaire.

La première partie est consacrée à l'étude théorique et expérimentale des phénomènes physique et thermodynamique qui se produisent lors du mélange des deux isotopes de l'hélium. Le signe de la puissance produite dépend des conditions de mélange. De même, le fonctionnement et les performances dépendent fortement du rapport entre les débits d'injection des deux isotopes. Ce rapport fixe le point de fonctionnement du système qui sera soit sur la courbe de séparation de phase soit en dehors.

La deuxième partie décrit la réalisation de différents types de réfrigérateurs à dilution, basée sur ce principe. Nous avons ainsi pu montrer les performances réelles d'un tel système dans différentes conditions d'utilisation. Une étude plus particulière porte sur le mélange diphasique présent dans le tube de sortie.

La troisième partie porte sur la réalisation d'un prototype de réfrigérateur à dilution satisfaisant à toutes les contraintes liées à une utilisation dans un satellite. Ce prototype a été réalisé avec l'aide du C.N.E.S. en vue du satellite européen Planck Surveyor et en association avec l'Institut d'Astrophysique Spatiale et la société l'Air Liquide en vue d'une industrialisation future. Les problèmes principaux à résoudre pour concevoir ce type de cryostat sont l'encombrement, la masse, la rigidité mécanique, la faible consommation et la fiabilité. Après une description de la réalisation du système, nous discutons les résultats des mesures de performances thermiques et des essais de vibration.

MOTS CLES: MELANGE REVERSIBLE ET IRRÉVERSIBLE DE L'3HE ET DE L'4HE, REFRIGERATEUR A DILUTION EN CYCLE OUVERT, SATELLITE.

Study of the open cycle dilution refrigerator Application to a submillimetric observation satellite

Abstract

In this thesis, we study the principle of cooling using the open-cycle dilution refrigerators. This new kind of dilution works continuously and in zero gravity. This design is the most appropriate for space applications needing temperatures less than 0,1 K.

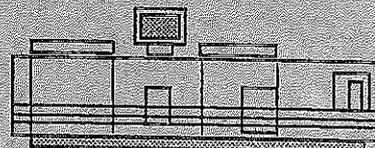
In the first part we present a theoretical and experimental study of physical and thermodynamical phenomena appearing when the helium isotopes are mixed. The sign of the power produced by mixing depends on the mixing conditions. Also, the functioning and the performances depend of the ratio between  $^3\text{He}$  and  $^4\text{He}$  injection flow rate. This ratio fixes the working point of the system either on the phase separation curve or outside.

The second part describes realisations of different kinds of open-cycle dilution refrigerators. We studied the performances of this system in different working conditions. A particularly study has been undertaken concerning the bi-phasic mixture present in the exit tube.

The third part treats the realisation of a prototype satisfying all constraints due to the use in a satellite. This prototype has been built with the financial support of C.N.E.S. for the European satellite Planck Surveyor and with the support of Institut d'Astrophysique Spatiale and Air Liquide in view of the industrialisation. The main problems to be optimised had been the limited space, mass, rigidity, low helium consumption and the reliability of the system. After the description of the realised prototype we discuss the results of the thermal performances and the vibration tests.



Grenoble, novembre 1997



Imprimé sur "Xerox 5090",  
au Service Reprographie du CNRS de Grenoble.

