

THESE

présentée par

Lionel DUBAND

pour obtenir le grade de

DOCTEUR en PHYSIQUE

de

**L'UNIVERSITE SCIENTIFIQUE, TECHNOLOGIQUE
ET MEDICALE DE GRENOBLE**

Sujet

**Etude et réalisation d'une machine frigorifique
à cycle de Joule-Thomson,
utilisant un compresseur thermique à adsorption.**

Soutenue le 8 décembre 1987 devant la commission d'examen :

Président : *M. Duminil*

Examineurs : *J. Chaussy*

G. Claudet

J. Lizon Tati

A. Ravex

M. Renard

Thèse préparée au sein du laboratoire C.R.T.B.T.

REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué au Centre de Recherches sur les Très Basses Températures à Grenoble. Je remercie Mr D. THOULOZE de m'avoir accueilli dans ce laboratoire, et M J. FLOUQUET de m'avoir permis de terminer ma thèse dans de bonnes conditions.

Le professeur M. DUMINIL a accepté la présidence de ce jury et je l'en remercie.

Je remercie également MM CHAUSSY , CLAUDET, LIZON TATI, RAVEX et RENARD d'avoir accepté de faire partie du jury.

Le professeur Michel RENARD a accepté la direction de cette thèse et je lui en suis reconnaissant.

Je remercie Alain RAVEX qui m'a suivi tout au long de ce travail, et qui m'a fait partager les joies et les déboires de la thermodynamique. Son enthousiasme et son amitié m'ont été bien utiles durant tout ce travail.

Ce travail présente un fort caractère technique et j'ai bénéficié des compétences et du savoir-faire du personnel technique du laboratoire; je le remercie pour le soutien et la sympathie qu'il m'a témoigné.

Je remercie en particulier Christian GIANESE qui a assuré le montage de cette expérience, et dont les suggestions et critiques m'ont été fort utiles.

Enfin je voudrais remercier Grégoire BONFAIT qui a témoigné d'un grand intérêt pour mon travail, et qui m'a apporté son expérience et son amitié.

TABLE DES MATIERES

TABLE DES MATIERES

<u>INTRODUCTION</u>	1
<u>CHAPITRE 1 : PRINCIPE D'UN CIRCUIT JOULE-THOMSON UTILISANT UN COMPRESSEUR THERMIQUE A ADSORPTION, ETUDE D'UN REFRIGERATEUR A CYCLE DE GIFFORD-Mc MAHON</u>	7
INTRODUCTION	9
1-LA REFRIGERATION PAR DETENTE JOULE-THOMSON	9
1.1-La détente de Joule-Thomson.....	10
1.2-Puissance frigorifique.....	13
1.3-Conclusion	14
1.4-Principe d'un cycle Joule-Thomson utilisant un compresseur à adsorption	15
2-LE CRYOREFRIGERATEUR GIFFORD-Mc MAHON.....	19
2.1-Introduction	19
2.2-Principe de fonctionnement	21
2.3-Analyse et performances.....	24
2.3.1-Instrumentation du réfrigérateur.....	25
2.3.2-Résultats expérimentaux.....	28
2.3.3-Analyse des résultats.....	29
<u>CHAPITRE 2 : ADSORPTION DE L'HELIUM PAR LE CHARBON ACTIF</u>	39
1-MESURES EFFECTUEES SUR LE CHARBON ACTIF EN GRAINS	42
1.1-Dispositif expérimental	42
1.2-Définition des volumes morts.....	44
1.3-Corrélation des isothermes	46
1.3.1-Théorie de Dubinin.....	46
1.3.2-Méthode proposée.....	48
2-MESURES EFFECTUEES SUR DU CHARBON COMPACTE.....	53
2.1-Préparation	53
2.2-Résultats et analyse.....	55
3-CONCLUSION.....	59
<u>CHAPITRE 3 : PUISSANCE SPECIFIQUE</u>	61
INTRODUCTION	63

1-CALCUL DE LA PUISSANCE SPECIFIQUE	63
1.1-Expression de QF	63
1.2-Expression de QC	65
1.2.1-Chaleurs spécifiques.....	65
1.2.2-Chaleur d'adsorption	66
1.2.3-Prérefroidissement du gaz.....	67
1.3-Expression de la puissance spécifique	68
2-RESULTATS	69
3-ETUDE DE LA CINETIQUE DU CYCLE.....	77
4-CONCLUSION.....	79
<u>CHAPITRE 4 : REALISATION ET RESULTATS</u>	81
INTRODUCTION	83
1-INTERRUPTEUR THERMIQUE	83
1.1-Introduction	83
1.2-Principe.....	84
1.3-Dimensionnement et réalisation.....	85
1.3.1-Géométrie et caractéristiques techniques	85
1.3.2-Micropompe à adsorption	89
1.4-Résultats.....	89
2-ECHANGEUR CONTRE COURANT ET DETENTE JOULE THOMSON.....	92
2.1-Calcul de l'échangeur contre courant.....	92
2.2-Détente de Joule Thomson	95
2.3-Essai de clapets à froid.....	96
3-DESCRIPTION DU MONTAGE	98
4-RESULTATS	101
4.1-Puissance frigorifique.....	101
4.2-Essai du compresseur à adsorption.....	103
<u>CONCLUSION</u>	109
<u>APPENDICE</u>	113
<u>REFERENCES</u>	121

NOMENCLATURE

Symboles

A : paramètre ajustable (pression de vapeur saturante fictive)

a : coefficient d'absorption

B : paramètre ajustable (pression de vapeur saturante fictive)

C : quantité adsorbée

c : chaleur spécifique massique

c_p : chaleur spécifique massique de l'hélium à pression constante

C_{eff} : quantité adsorbée + hélium dans volume mort

D : course du déplaceur

D_H : diamètre hydraulique

e : épaisseur du container

E_c : écart au bout chaud de l'échangeur à contre courant

F : facteur mutuel d'absorption

Gr : nombre de Grashof

H : enthalpie

h : enthalpie massique

h : coefficient d'échange

J : jeu entre déplaceur et paroi

K : conductance thermique

k : conductivité thermique

L : longueur

l : hauteur

L_i : chaleur isostérique d'adsorption

M : masse molaire

m : masse

\dot{m} : débit massique

Nu : nombre de Nusselt

P : pression

P_1 : puissance disponible sur le premier étage du réfrigérateur à cycle de Gifford Mac Mahon

P_2 : puissance disponible sur le second étage

P_m : Périmètre mouillé

Pr : nombre de Prandtl

P_s : pression de vapeur saturante (fictive)

$P_{spé}$: puissance spécifique

Q : quantité de chaleur
Q̇ : puissance
R : constante des gaz parfaits
R^{"indice"} : résistance thermique
Re : nombre de Reynolds
R_T : charge à la rupture
S : section
T : température
t : temps
U : coefficient global de transmission thermique
V : volume
V_e : volume mort intergranulaire
V_i : volume mort microporeux
V_m : " " macroporeux
V_n : " " mésoporeux
V_s : volume spécifique
W : travail
x : potentiel d'adsorption

Lettres grecques

$\alpha = 1/V(\partial V/\partial T)_P$: coefficient de dilatation à pression constante
 α : paramètre de corrélation
 β : parachor
 δ : coefficient d'accommodation
 ε : taux de vide
 ϕ : diamètre
 γ : paramètre de corrélation
 η : viscosité
 λ : libre parcours moyen
 μ : coefficient Joule-Thomson
 θ : facteur numérique
 ρ : densité
 σ : constante de Stefan
 ψ : nombre de Darcy

Indices

BP : basse pression

C : chaud

c : charbon

cr : critique

cu : cuivre

F : froid

g : gaz

HP : haute pression

m : matrice

N : navette

T : tube

INTRODUCTION

Le 4 octobre 1957, l'Union soviétique mettait en orbite le premier satellite artificiel, Spoutnik 1. La réponse des Etats Unis ne tardait pas à venir, et quatre mois plus tard, le 30 Janvier 1958, ils lancaient à leur tour leur premier satellite, Explorer 1. Une ère nouvelle venait de débiter.

Depuis les lancements ont succédés aux lancements, entraînant un développement de technologies nouvelles. Les possibilités d'expériences et de mesures diverses, liées à l'environnement spatial ont suscité et suscitent toujours un intérêt considérable.

Dans beaucoup d'expériences (astronomie infrarouge, rayon X, observation terrestre, rayonnement cosmique), pour augmenter la qualité des résultats, et parfois simplement pour que celles ci soient possible, il faut refroidir les détecteurs. La cryogénie a ainsi trouvé de nouveaux thèmes d'intérêt, très vite il a fallu concevoir des systèmes de réfrigération originaux susceptibles de fonctionner en apesanteur sur des temps relativement longs, tout en satisfaisant à des exigences de taille, de masse...etc (Sherman, 1978 et 1981), (Vorreiter, 1980).

Un certain nombre de mesures au sol requièrent également l'emploi de systèmes cryogéniques (détecteur infrarouge...), L'Institut de Radio Astronomie Millimétrique (I.R.A.M) possède par exemple un radiotélescope dans le sud de l'Espagne (pico Vellela) et utilise un cryostat fonctionnant à l'hélium liquide (Blum, 1985). Ce cryostat limite les temps d'observations en continu, à environ une semaine. L'hélium liquide fournit par le service de liquéfaction du Centre de Recherches sur les Très Basses Températures (CNRS) à Grenoble, est acheminé sur place par transport routier, avec tous les inconvénients que cela comporte.

Il existe donc un besoin et un marché potentiel pour des machines frigorifiques de petites puissances ($< \text{Watt}$), permettant d'atteindre les températures de l'hélium liquide. Dans ce contexte nous avons étudié une machine frigorifique fonctionnant sur la base d'un cycle Joule-Thomson. L'originalité de cette machine est d'utiliser un compresseur opérant à froid, pour alimenter la détente Joule-Thomson. Ce compresseur n'a pas de pièces mécaniques en mouvement et n'utilise comme seule source d'énergie que de l'énergie thermique, il fonctionne entre deux sources de chaleur, typiquement à 15 et 60 K, et rend complètement indépendant l'étage Joule-Thomson. Celui-ci peut alors se greffer sur n'importe quel système cryogénique pourvu que l'on dispose de quelques Watts de puissance à 15 K (60 K pouvant être obtenu par chauffage électrique). L'intérêt d'un tel dispositif est évident, il présente une durée de vie à priori supérieure aux machines conventionnelles (pas d'usure, pas de pollution..) et peut par conséquent figurer

parmi les candidats potentiels pour une utilisation en environnement spatial et à fortiori pour une utilisation terrestre.

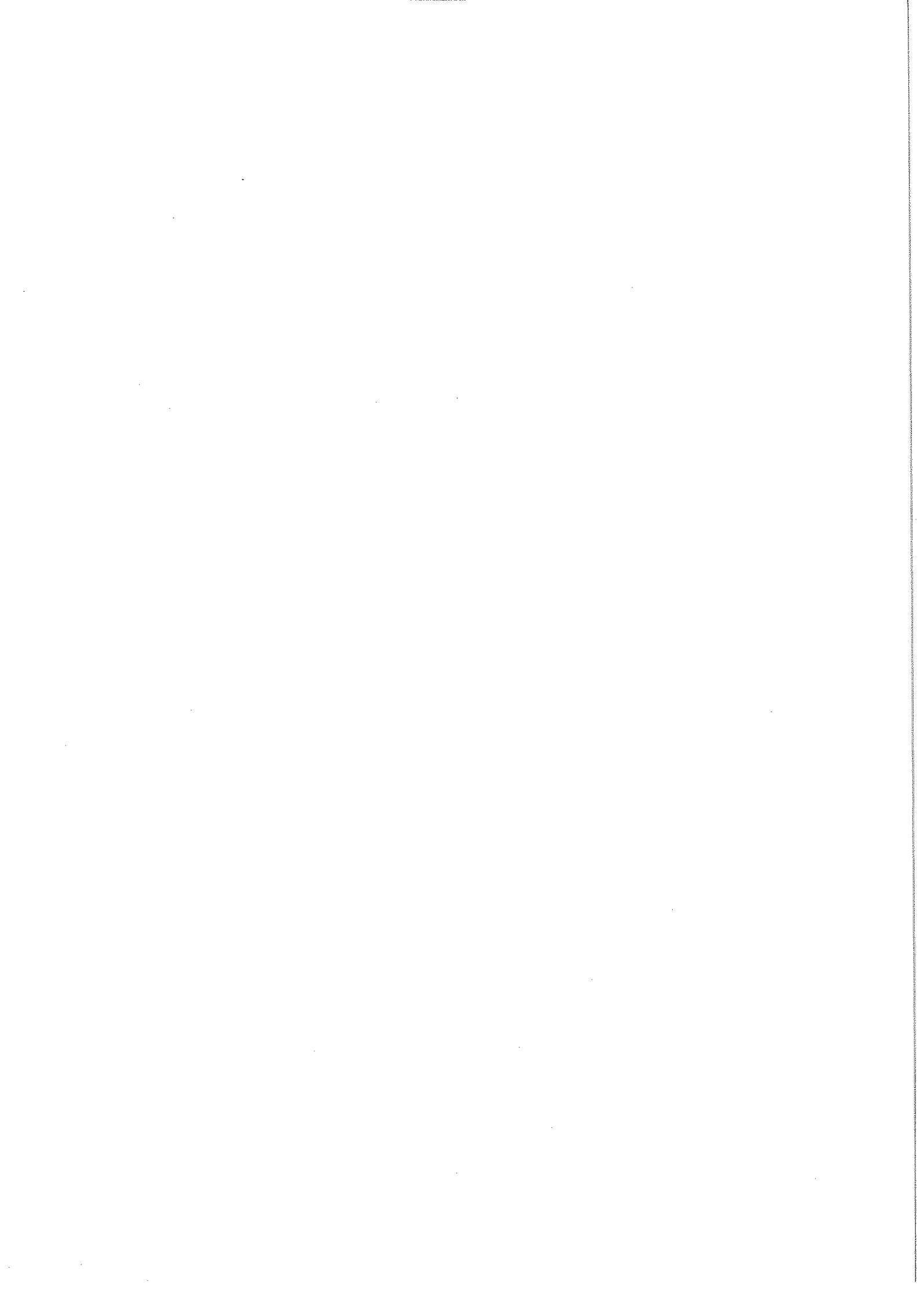
Le premier chapitre expose le principe d'un tel dispositif, ainsi qu'une analyse d'une machine frigorifique à cycle de Gifford-Mc Mahon.

Le second chapitre est consacré à la mesure des isothermes d'adsorption de l'hélium sur le charbon actif.

Le troisième chapitre étudie la puissance spécifique du système, c'est à dire le nombre de Watts qu'il faudra évacuer pour obtenir 1 Watt à 4.2 K.

Ces deux chapitres confirment la faisabilité du cycle.

Enfin le quatrième chapitre présente la réalisation et les résultats obtenus sur un premier prototype.



CHAPITRE 1
PRINCIPE D'UN CIRCUIT JOULE-THOMSON
UTILISANT UN COMPRESSEUR THERMIQUE
A ADSORPTION.
ETUDE D'UN REFRIGERATEUR A CYCLE DE
GIFFORD-Mc MAHON.

INTRODUCTION

L'objectif de ce travail est de réaliser un cryoréfrigérateur à cycle de Joule-Thomson permettant d'atteindre la température de l'hélium liquide. La particularité de ce système est l'utilisation d'un compresseur thermique cryogénique à adsorption. Le principe de fonctionnement de cet appareil sera exposé dans le paragraphe 2.4.

Nous allons rappeler dans un premier temps quelques propriétés élémentaires concernant la détente de Joule-Thomson. Nous verrons qu'il existe une température caractéristique au dessus de laquelle cette détente ne produit pas d'effet frigorifique. Pour l'hélium celle ci est de l'ordre de 40 K Cette température conditionne la structure du circuit Joule-Thomson en imposant l'adjonction d'une machine frigorifique annexe pour le prérefroidir.

Dans notre cas, le prérefroidissement de la partie Joule-Thomson est assuré par une machine à cycle de Gifford-Mc Mahon à deux étages. Cette machine permet d'obtenir des températures minimales de l'ordre de 50 K sur le premier étage et 10 K sur le second. Nous exposerons son principe ainsi qu'une analyse de ses performances dans le paragraphe 3.

1-LA REFRIGERATION PAR DETENTE JOULE-THOMSON

La réfrigération par détente Joule-Thomson utilise la propriété des gaz réels de se refroidir par détente isenthalpe dans certaines conditions de température et de pression. Ce procédé de réfrigération, simple à mettre en oeuvre, est abondamment utilisé, notamment en cycle ouvert. En cycle fermé, sa consommation spécifique élevée (détente irréversible) le rend surtout intéressant aux températures inférieures à 10 K, difficilement accessibles par les autres cycles. Ainsi l'étape ultime dans la plupart des liquéfacteurs d'hélium est une détente de Joule-Thomson.

Le schéma type d'un réfrigérateur Joule-Thomson est représenté sur la figure 1. Il est constitué d'un compresseur, d'un premier échangeur permettant de prérefroidir le gaz en sortie de compresseur, d'un échangeur contre courant, d'une vanne de détente et d'un échangeur-évaporateur.

L'échangeur contre courant permet de récupérer l'enthalpie des vapeurs froides en aval de la détente pour refroidir le gaz haute pression en amont.

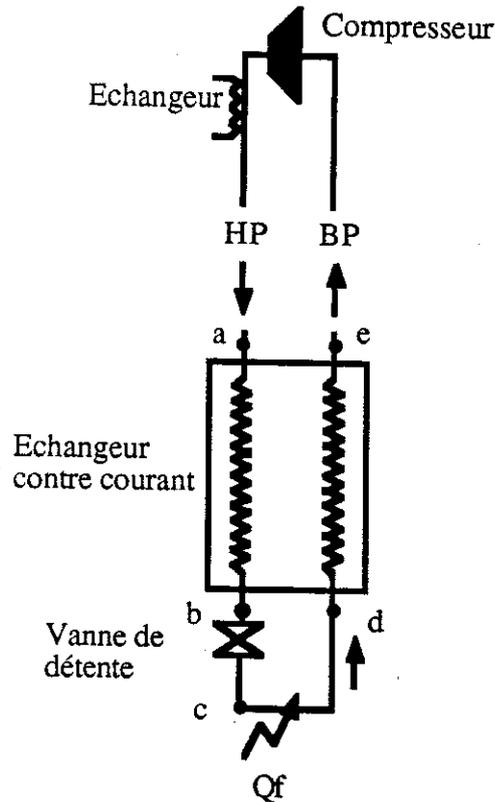


figure 1 : Schéma de principe d'une boucle Joule-Thomson

1.1-La détente de Joule-Thomson

Au cours d'un processus Joule-Thomson le gaz se détend adiabatiquement sans échanger de travail avec l'extérieur, il s'agit d'une détente isenthalpique. Cette détente peut conduire à un échauffement ou à un refroidissement du gaz suivant les conditions initiales. En pratique cette détente peut être constituée d'un bouchon poreux, d'une vanne partiellement ouverte, d'un orifice ou d'un capillaire.

La variation de température dans une détente Joule-Thomson est définie par le coefficient Joule-Thomson μ suivant:

$$\mu = \left(\frac{\partial T}{\partial P} \right)_h \quad (1.1)$$

où T, P et h sont respectivement la température, la pression et l'enthalpie massique du gaz.

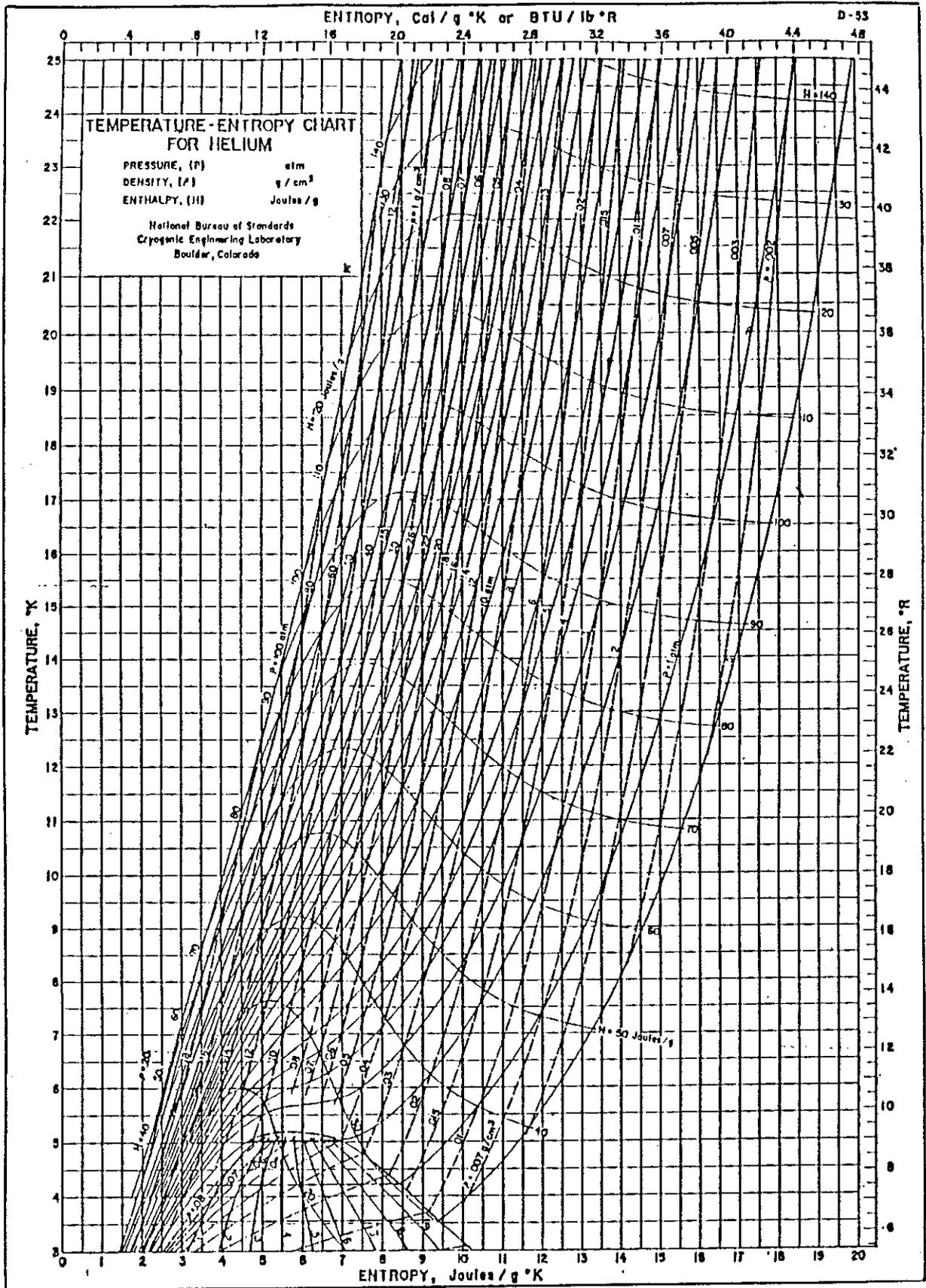


figure 2 : Diagramme température-entropie de l'hélium

L'application des lois élémentaires de la thermodynamique permet d'écrire:

$$dh = c_p dT + \left(V - T \left(\frac{\partial V}{\partial T} \right)_P \right) dP \quad (1.2)$$

ainsi:

$$\mu = \frac{1}{c_p} \left(T \left(\frac{\partial V}{\partial T} \right)_P - V \right) \quad (1.3)$$

La détente conduit à un refroidissement lorsque μ est positif et à un réchauffement lorsqu'il est négatif. On remarquera que pour un gaz parfait ce coefficient est nul, par conséquent une détente Joule-Thomson sur un gaz parfait ne modifie pas sa température. Pour plus de détails on consultera (Walker, 1983).

Si on se reporte à la figure 2 donnant le diagramme température-entropie de l'hélium, on remarque que les isenthalpes passent par un maximum. Un processus isenthalpique des hautes pressions vers les basses peut effectivement réchauffer ou refroidir le gaz.

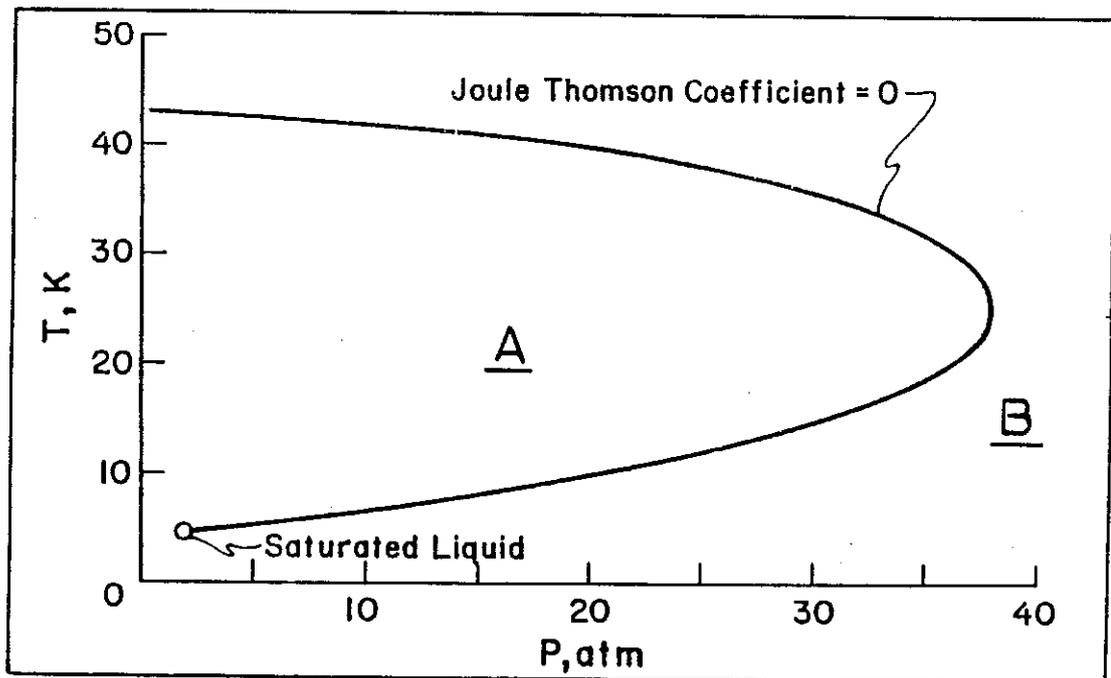


figure 3 : Courbe d'inversion de ^4He

La position des maxima permet de déterminer la courbe d'inversion de ^4He (voir figure 3). Celle ci sépare le plan en deux régions A et B. Si les conditions de

fonctionnement sont situées à l'intérieur de la région A, la détente produit un effet frigorifique, par contre si elles sont situées dans la région B la détente réchauffe le gaz. Toutefois pour une pression initiale située en B et une pression finale en A, la température finale peut être supérieure, égale ou inférieure à la température initiale. La température d'inversion maximale au dessus de laquelle toute détente de Joule-Thomson produit un échauffement du gaz est de l'ordre de 40 Kelvin pour l'hélium et il faut donc prérefroidir l'hélium en dessous de cette température pour obtenir un effet frigorifique.

1.2-Puissance frigorifique

L'échangeur à contre courant ne peut être le siège d'aucune accumulation ou perte d'énergie en régime permanent (on néglige les apports parasites), de plus le débit massique d'hélium, \dot{m} , se conserve. Ainsi si h représente l'enthalpie massique du gaz, on peut écrire:

$$h_a + h_d = h_b + h_e \quad h_b = h_c \quad \dot{m}(h_d - h_b) = \dot{Q}_f \quad (1.4)$$

Les lettres en indice correspondent aux lettres figurants sur la figure 1.

De ces équations on tire $\dot{Q}_f = \dot{m}\Delta h$ avec $\Delta h = h_e - h_a$. La puissance frigorifique \dot{Q}_f est donc donnée par le produit de la différence d'enthalpie au bout chaud de l'échangeur contre courant et du débit massique d'hélium.

Le second principe de la thermodynamique interdit les transferts de chaleur du froid vers le chaud sans travail extérieur, ou autrement dit il interdit les "croisements" de température à l'intérieur de l'échangeur entre fluide haute pression et fluide basse pression. Puisque T_b est supérieur à T_d nous devons avoir T_a supérieur à T_e . En utilisant les équations précédentes et en se donnant T_a et T_e ($T_d = 4.2$ K) on peut déterminer T_b et vérifier la faisabilité du cycle.

Nous avons reporté sur la figure 4 la puissance frigorifique spécifique \dot{Q}_f/\dot{m} en fonction de la haute pression (la basse pression est fixée à 1 atm), et pour différentes températures de prérefroidissement T_a . Les calculs ont été effectués pour des écarts au bout chaud de l'échangeur de 0 et 0.5 K. La courbe de violation du second principe de la thermodynamique sépare le plan en deux régions et limite les configurations possibles. La région située à droite de la courbe correspond à la région interdite. Remarquons qu'il est toutefois possible de travailler dans cette région en utilisant une double détente de Joule-Thomson (deux échangeurs contre courant séparés par une première détente).

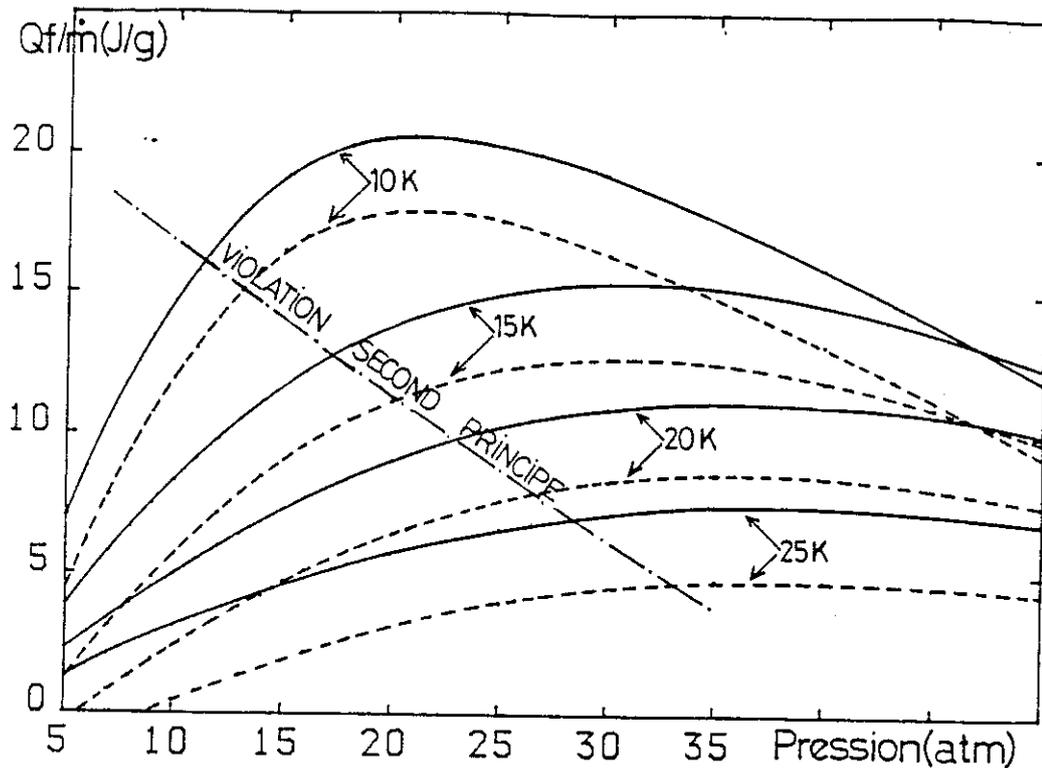


figure 4 : Puissance frigorifique spécifique

— : écart de 0 K au bout chaud de l'échangeur contre courant

----- : écart de 0.5 K

Les performances de la détente sont en partie conditionnées par celles de l'échangeur contre courant puisqu'un écart de 0.5 K au bout chaud détériore de façon significative la puissance frigorifique spécifique. Les efficacités obtenues sur ce type d'échangeur sont et doivent être excellentes: l'efficacité est définie par le rapport entre l'écart enthalpique coté basse pression entre l'entrée et la sortie de l'échangeur, et l'écart enthalpique pour un échangeur parfait. A titre d'exemple pour des températures d'entrée et de sortie respectivement de 4.2 K et 14.5 K, coté basse pression, et en supposant que l'écart au bout chaud est de 0.5 K, on trouve une efficacité de 96%.

Il faut être attentif au dimensionnement de cet élément, un calcul type sera donné dans le chapitre 4 § 2.

1.3-Conclusion

La réfrigération par détente Joule-Thomson est un processus simple à mettre en oeuvre et n'impose pas de contraintes techniques particulières. Toutefois dans le cas de l'hélium celle ci n'est efficace que si le gaz est préalablement refroidit en dessous de sa

température d'inversion maximale (40 K). Ceci impose l'adjonction d'un système frigorifique supplémentaire.

1.4-Principe d'un cycle Joule-Thomson utilisant un compresseur à adsorption

En 1961 Gifford (1961) a proposé un système frigorifique associant une machine à cycle de Gifford-Mc Mahon à un circuit Joule-Thomson à hélium. Depuis, un certain nombre d'auteurs ont développé des systèmes similaires et on peut citer (Stuart, 1967), (Claudet, 1986). Le schéma d'un tel dispositif est représenté sur la figure 5.

Le réfrigérateur Gifford-Mc Mahon utilise un compresseur dont les pressions de fonctionnement sont typiquement de 4 à 6 bars pour la basse pression et 15 à 18 bars pour la haute. Obtenir de l'hélium liquide à 4.2 K, c'est à dire sous 1 bar, requiert l'emploi d'un second compresseur couplé au premier et permettant de comprimer le gaz basse pression de 1 à 6 bars.

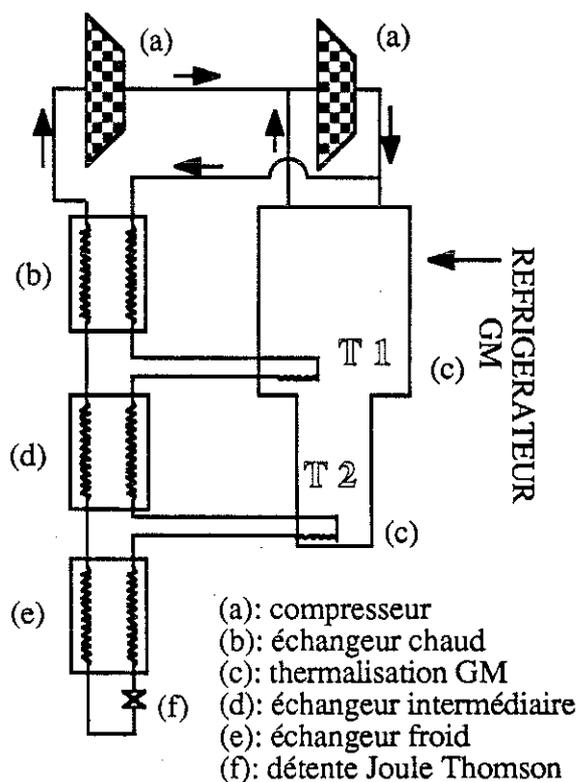


figure 5 : Association d'un réfrigérateur à cycle de Gifford-Mc Mahon et d'un circuit Joule-Thomson

L'inconvénient majeur de ce type de système réside dans la prévention de la pollution du circuit Joule-Thomson. L'emploi de compresseurs lubrifiés et l'injection

d'huile dans l'hélium (γ élevé: 1.66) pour limiter l'élévation de température à la compression, impose la présence d'un circuit de déshuilage complexe (séparateur à effet cyclone, coalesceur, pot de charbon). Malgré cela les impuretés (traces d'eau contenues dans l'huile, lubrifiant) peuvent migrer vers les points froids et finissent par boucher le circuit. De fait ces systèmes requièrent une maintenance régulière.

L'idée est de s'affranchir des compresseurs mécaniques employés pour le circuit Joule-Thomson et de développer un circuit utilisant un compresseur thermique fonctionnant à froid (Chan, 1981a) (Chaussy).

Le compresseur à adsorption utilise la propriété des charbons actifs d'adsorber d'autant plus d'hélium que l'on est à basse température et sous haute pression. En cyclant thermiquement un tel élément on peut réaliser un cycle de compression et via une détente de Joule-Thomson produire du froid.

Cette propriété des charbons actifs a été utilisé dans le cadre d'autres applications frigorifiques, notamment pour développer des pompes (Berton).

La figure 6 donne le schéma de principe d'un circuit Joule-Thomson à adsorption.

La quantité de gaz adsorbé en gramme par gramme de charbon, fonction de la pression et de la température, est communément représentée sous la forme d'isothermes d'adsorption.

Au point 1 l'adsorbant est à la température minimale T_1 et la quantité adsorbée est maximale. On chauffe l'adsorbant. de 1 à 2 pression et température augmentent à quantité adsorbée constante. En 2 la pression est suffisante pour ouvrir le clapet de refoulement, il y a alors désorption et refoulement de gaz à pression constante. En 3 le chauffage est coupé et l'adsorbant est mis en contact avec la source froide. Le clapet de refoulement se ferme, température et pression chutent à quantité adsorbée constante. En 4 la pression atteint la pression d'ouverture du clapet basse pression et il y a alors adsorption et aspiration de gaz sous pression constante. On réalise ainsi un cycle de compression.

Le cyclage du compresseur peut être réalisé entre les deux étages de la machine à cycle de Gifford-Mc Mahon.

La figure 7 montre clairement l'intérêt du charbon actif. Sur cette figure nous avons reporté les isothermes 15 et 60 K obtenus avec de l'hélium sur du charbon actif (cf Chapitre 2 § 3.2), rapporté en gramme d'hélium adsorbé par cm^3 de charbon, c'est à dire par cm^3 occupé. Figure également la densité du gaz hélium en g/cm^3 pour 15 et 60 K. Nous avons utilisé pour la densité la loi des gaz parfaits, jugeant que l'écart avec les valeurs réelles est faible.

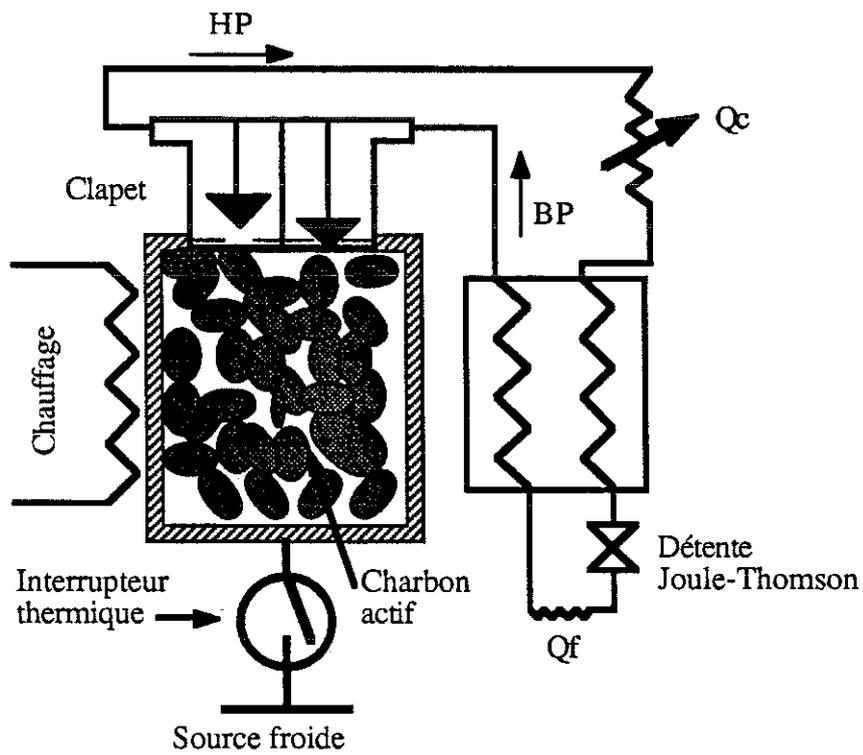
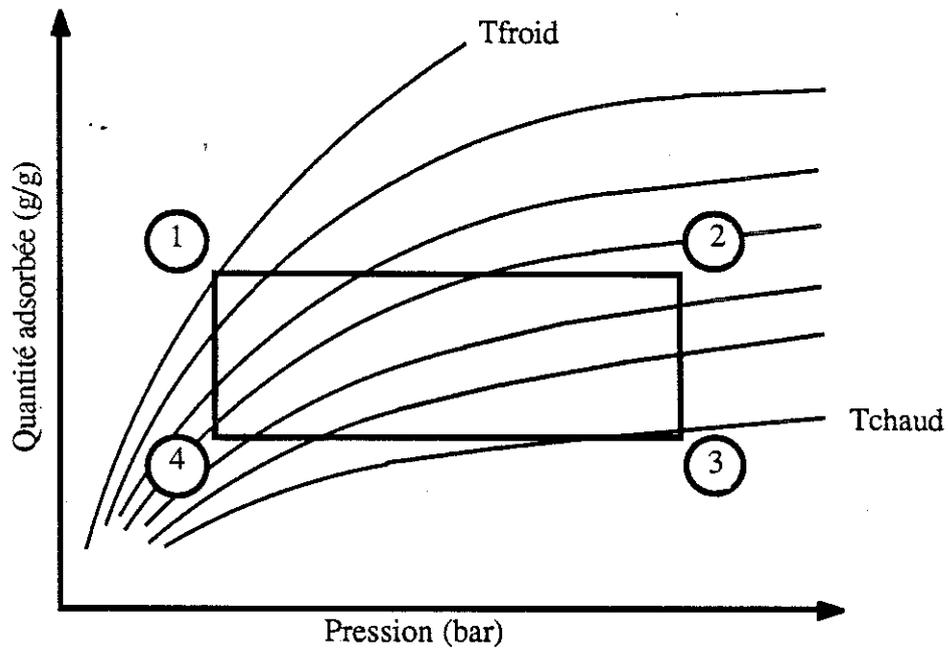


figure 6 : Principe du compresseur à adsorption

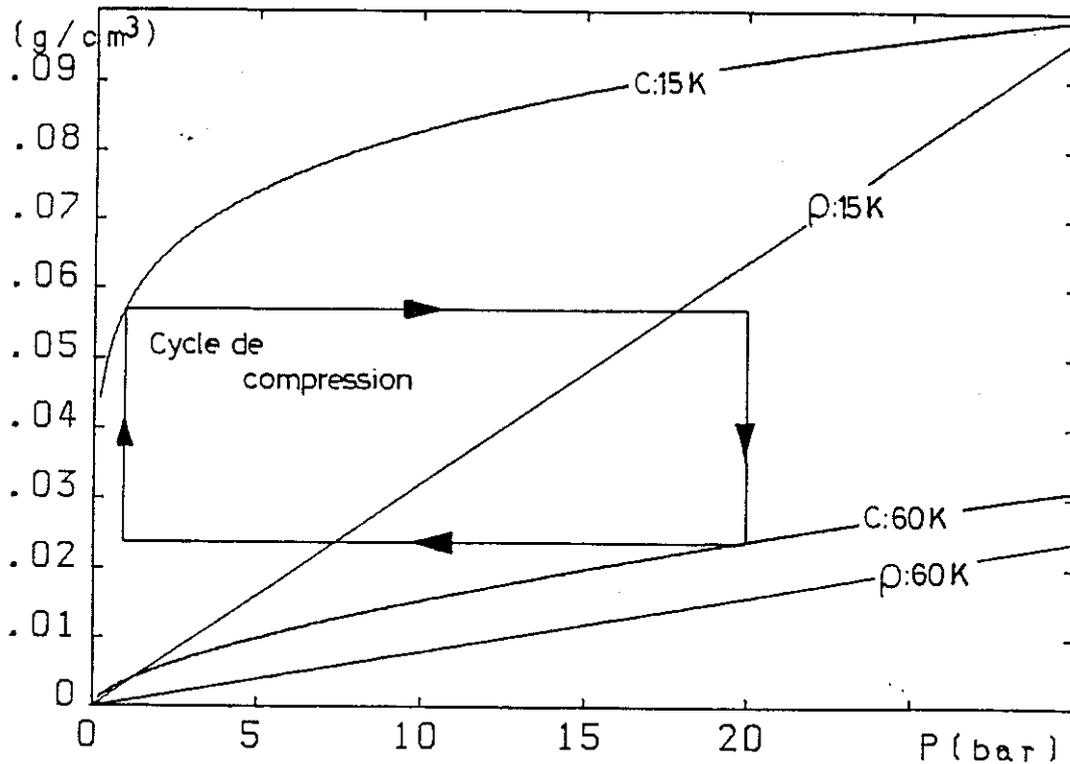


figure 7 : Comparaison entre quantité adsorbée, C , et densité, ρ , en gramme d'hélium par centimètre cube occupé

On constate qu'en jouant uniquement sur la densité du gaz, il n'est pas possible d'inscrire un cycle de compression efficace ayant une basse pression de 1 bar, d'où l'intérêt du charbon qui même à faible pression offre une quantité d'hélium adsorbé suffisante.

Les avantages de ce système sont:

- aucune pièce mécanique en mouvement
- pas de vibration
- absence de lubrifiant, pas de pollution
- pas de consommation d'énergie mécanique mais uniquement calorifique
- possibilité de forts taux de compression

Un tel dispositif offre à priori une durée de vie supérieure aux machines conventionnelles utilisant un compresseur fonctionnant à l'ambiante pour le circuit Joule-Thomson. Hormis les applications terrestres possibles, c'est aussi un bon candidat pour le refroidissement des dispositifs de mesures dans les satellites. On peut imaginer une cascade de cycles Joule-Thomson utilisant des compresseurs à adsorption ou à absorption, couvrant la gamme 300-4 K. Des recherches se poursuivent actuellement sur ce type de système (Bard, 1986), (Jones, 1987). Le Jet Propulsion Laboratory a

notamment développé des cycles utilisant les couples hydrogène-LaNi₅ et hydrogène-charbon actif (Jones, 1985), (Chan, 1984b). La température minimale atteinte avec le couple hydrogène-LaNi₅ a été de 14 K.

Si l'on veut développer et optimiser un cycle Joule-Thomson à hélium utilisant un compresseur à adsorption, il faut disposer des isothermes d'adsorption de l'hélium sur le charbon actif et des puissances disponibles sur le réfrigérateur Gifford-Mc Mahon. Le chapitre 2 est consacré à la mesure de ces isothermes et à leur analyse. Les performances et les caractéristiques de la machine sont exposées dans le paragraphe suivant.

2-LE CRYOREFRIGERATEUR GIFFORD-Mc MAHON

2.1-Introduction

En 1960 William E.GIFFORD et Howard O.MAC MAHON (Gifford, 1960) développèrent une machine frigorifique fonctionnant suivant un nouveau cycle de réfrigération rapidement appelé cycle Gifford-Mc Mahon. Ce procédé connut un succès et un développement important, grâce à sa mise en oeuvre simple et peu coûteuse pour un fonctionnement fiable. Walker (1983) cite une installation de 30 réfrigérateurs Gifford-Mc Mahon présentant 1 000 000 heures de fonctionnement cumulées. (Dorénavant le réfrigérateur à cycle de Gifford-Mc Mahon sera désigné sous le nom de réfrigérateur GM).

Il s'agit d'un cycle du type isotherme-isobare à flux intermittent utilisant des échangeurs régénératifs. Sur un système comportant deux étages, les températures accessibles sont typiquement de 50 K pour le premier étage et 10 K pour le second. La figure 8 donne le schéma d'un tel appareil.

Le dispositif se compose d'un groupe de compression, de lignes de transfert de l'hélium et du système de refroidissement à proprement parler. Ce dernier est constitué de deux cylindres d'inox à l'intérieur desquels se meut un régénérateur-déplaceur. Son mouvement est assuré par un embiellage qui commande également l'ouverture ou la fermeture de deux soupapes haute et basse pression mettant en communication ce dispositif avec le compresseur. Le régénérateur-déplaceur est un cylindre creux en céron emplit dans son étage supérieur de toiles "Gantois" en laiton (fil ϕ 40 microns, ouverture 40 microns) et dans son étage inférieur de billes de plomb (ϕ 400 microns). Le choix de ces matériaux est dicté par la valeur de leurs chaleurs spécifiques volumiques. Le paragraphe suivant permettra de mieux comprendre ce point.

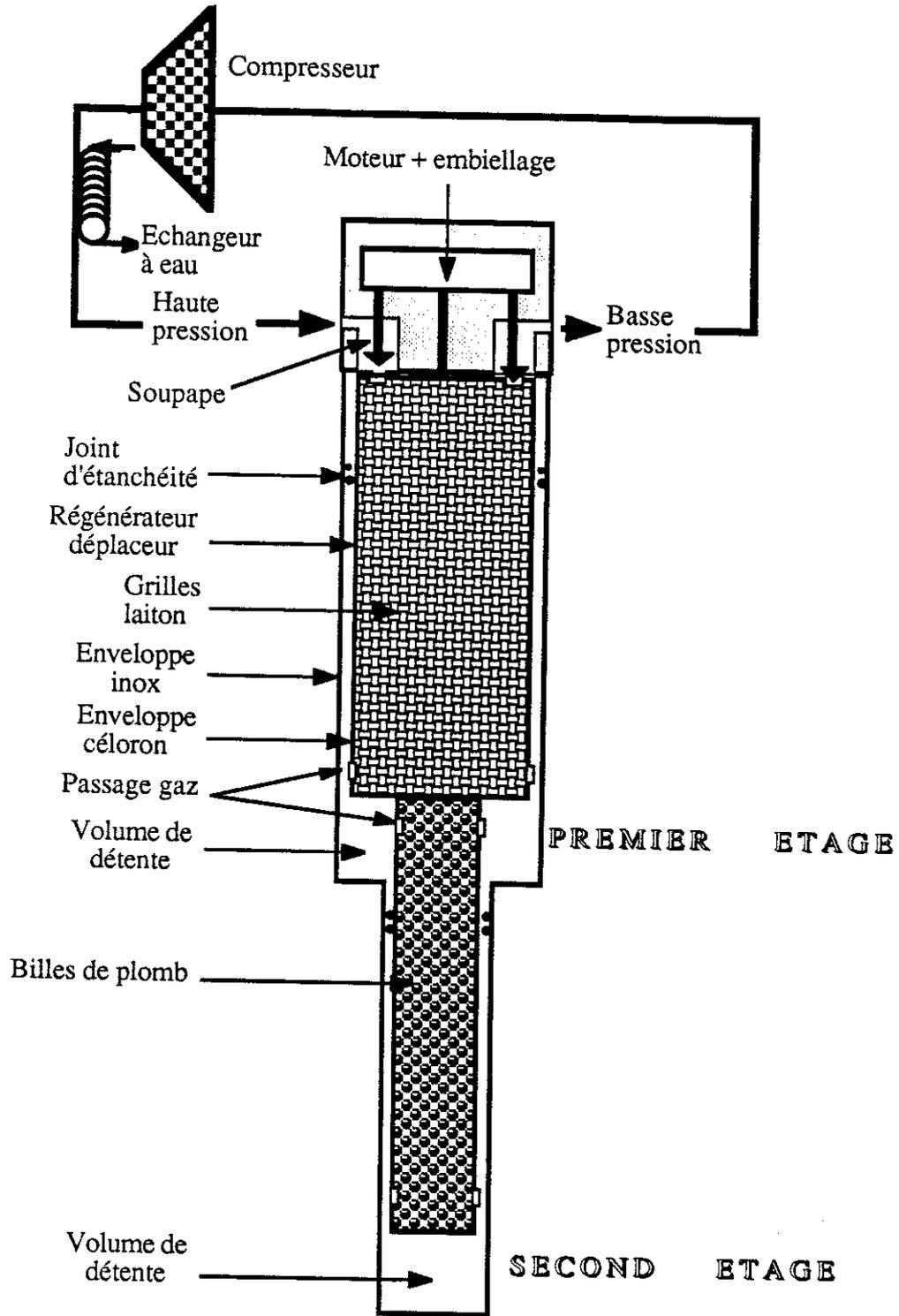


figure 8 : Schéma d'un réfrigérateur à cycle de Gifford-Mc Mahon

2.2-Principe de fonctionnement

La figure 9 représente les différentes étapes du cycle.

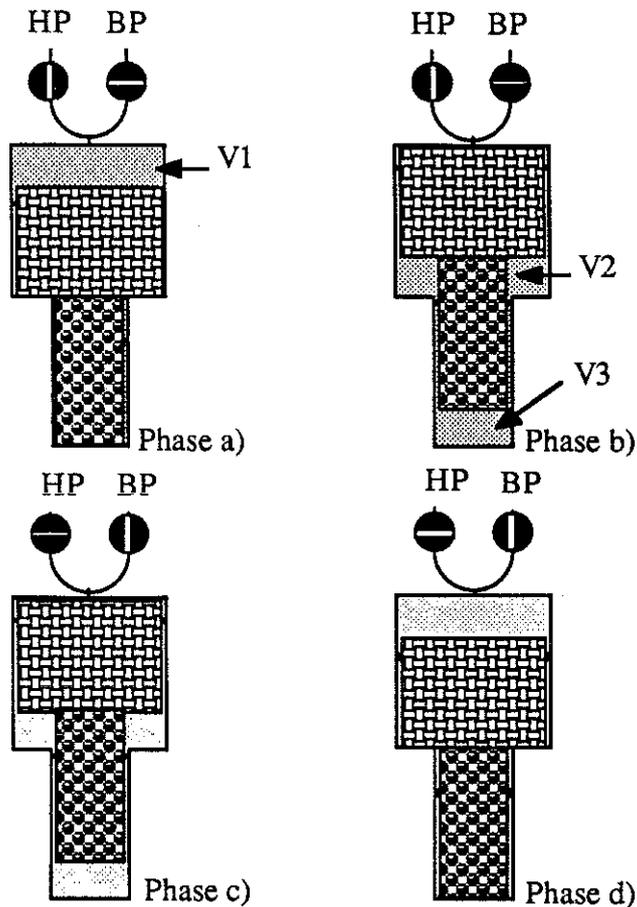


figure 9 : Principe de fonctionnement d'un réfrigérateur à cycle de Gifford-Mc Mahon

- Phase a) le déplaceur est en position basse, la vanne d'aspiration est fermée. On ouvre la vanne d'admission: l'hélium sous haute pression est admis à l'intérieur du régénérateur et du volume chaud V1.

- Phase b) Vanne d'admission toujours ouverte, le déplaceur est amené en position haute. Ce déplacement induit un mouvement du gaz haute pression qui remplit alors les volumes V2 et V3. Ce gaz chaud en passant au travers du régénérateur lui cède de la chaleur et par conséquent se refroidit. On admet que les cycles précédents ont prérefroidit le régénérateur. La vanne d'admission ouverte permet de maintenir la haute pression.

- Phase c) Le déplaceur étant en position haute, la vanne d'admission est fermée et la vanne d'aspiration ouverte. La pression chute brusquement et le gaz se détend. Cette expansion occasionne un refroidissement du gaz à l'intérieur des volumes V2 et V3. L'effet frigorigène est obtenu durant cette phase.

- Phase d) Vanne d'aspiration maintenue ouverte, le déplaceur est ramené en position basse. Le gaz froid se déplace donc des volumes V2 et V3 vers le volume V1 et les parties chaudes de la machine. Au cours de son trajet à l'intérieur du régénérateur il récupère la chaleur cédée lors de l'admission et le refroidit préparant le cycle suivant.

Le régénérateur permet donc de transférer de la chaleur du gaz chaud lors de l'admission au gaz froid lors du refoulement, il joue en quelque sorte le rôle d'une éponge thermique. On comprend alors l'importance des matériaux le constituant: il s'agit d'être capable de stocker suffisamment de chaleur, la chaleur spécifique volumique du matériau doit être supérieure à la chaleur spécifique volumique de l'hélium. Pour les solides celle-ci décroît à basse température alors que celle de l'hélium croît. Pour les gammes de température 300-40 K et 40-10 K, respectivement le laiton et le plomb présentent des chaleurs spécifiques élevées. Le problème lié aux chaleurs spécifiques impose une limitation pratique en température des cycles à régénération aux environs de 10 K.

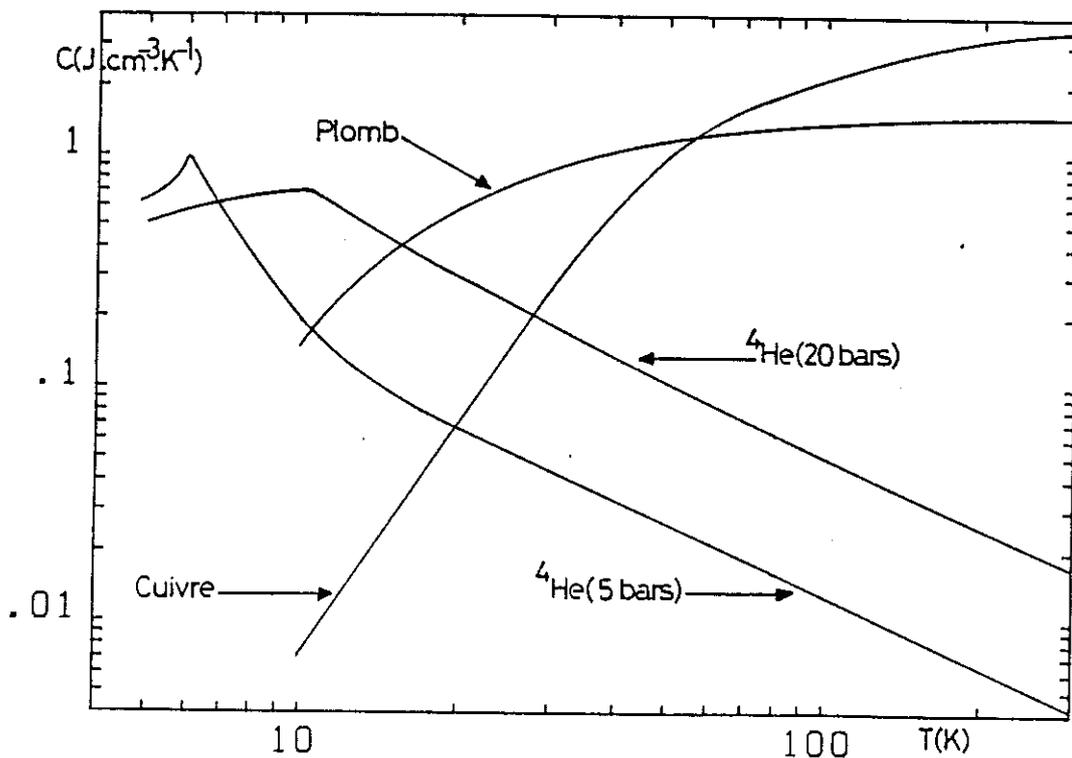


figure 10 : Chaleurs spécifiques volumiques de ^4He , du cuivre et du plomb

Nous avons reporté sur la figure 10 les chaleurs spécifiques volumiques, de l'hélium sous 5 et 20 bars, du plomb et du cuivre (sensiblement égale à celle du laiton). Ces courbes indiquent clairement l'intérêt du laiton pour la gamme 40-300 K et du plomb pour 40-10 K. Au delà la chaleur spécifique volumique de l'hélium devient trop importante.

Le régénérateur doit posséder également une grande surface d'échange pour une perte de charge et un volume mort minimums.

Les orifices permettant la circulation du gaz sont situés sur le coté du régénérateur afin d'augmenter la turbulence et par conséquent l'échange avec la paroi.

Il faut noter que la pression de part et d'autre des joints entre le régénérateur déplaceur et les parois inox, est la même (on néglige la perte de charge due au régénérateur). Il n'y a donc que très peu de travail à fournir pour mouvoir le déplaceur. Celui ci n'effectue aucun travail sur le gaz et vice-versa. Les pressions de fonctionnement sont de l'ordre de 5 à 7 bars pour la basse pression et 15 à 20 pour la haute pression, pour une fréquence d'opération de l'ordre du Hz.

Ce type de machine présente un certain nombre d'avantages:

- les vannes et joints d'étanchéité, hormis celui du second étage, opèrent à l'ambiante, ce qui élargit le choix des matériaux. En outre le problème des joints n'est pas très sévère puisque ceux ci ne sont pas là pour assurer une étanchéité (ΔP faible), mais plutôt pour forcer le gaz à circuler au travers du régénérateur.

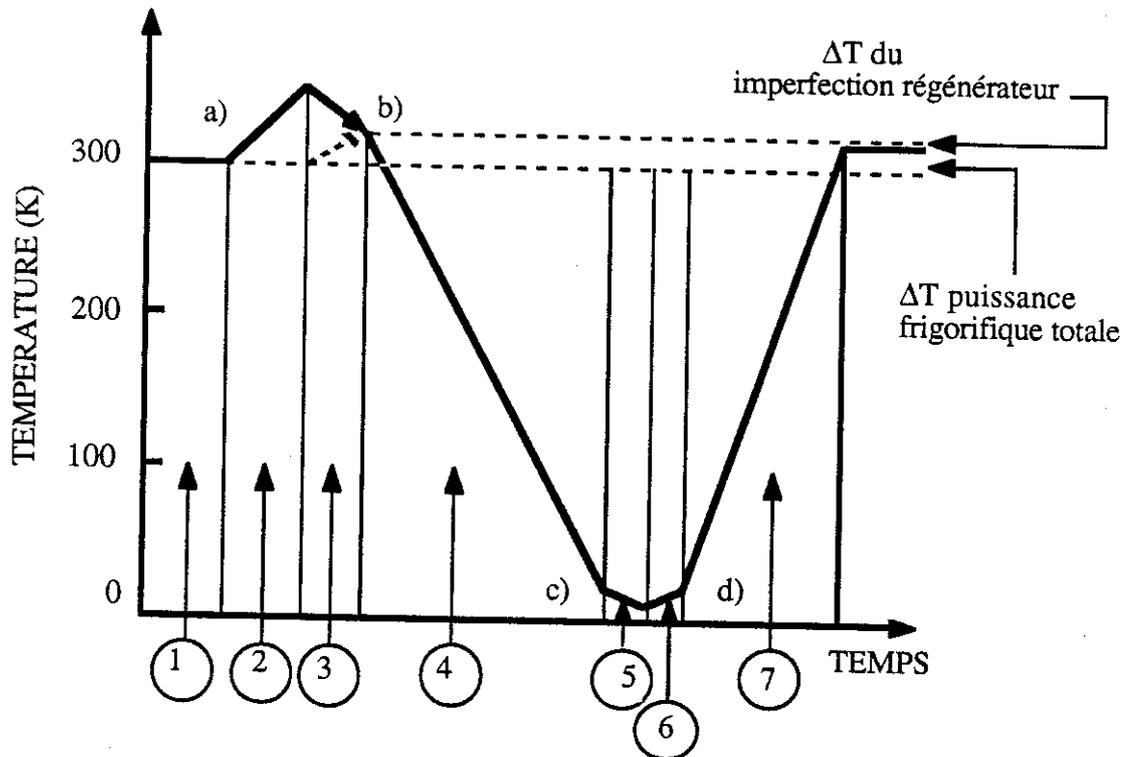
- le régénérateur est un élément simple, bon marché et facile à réaliser. Il est peu sensible à la pollution du gaz utilisé. De plus les impuretés éventuelles introduites à l'admission sont à priori rejetée au refoulement. De fait ces systèmes requièrent une maintenance réduite.

- le compresseur peut être découplé du système réduisant ainsi les vibrations. Les compresseurs utilisés sont des compresseurs standards issus de la réfrigération au fréon. L'hélium possède un γ élevé (1.66) et il est nécessaire d'injecter de l'huile dans le gaz avant la compression pour limiter l'élévation de température. Ceci impose l'adjonction d'un circuit de déshuilage (séparateur à effet cyclone, coalesceur, pots de charbon).

Au titre des inconvénients on relevera une consommation spécifique élevée par rapport à une machine Stirling. En effet on ne récupère pas le travail de détente.

2.3-Analyse et performances

Nous avons représenté sur la figure 11 "l'histoire thermique" du gaz. Il s'agit d'une représentation qualitative et très schématique; l'échelle des temps n'est pas fixe.



- 1: Gaz provenant du compresseur
- 2: Compression dans V1
- 3: Mélange gaz compresseur-gaz comprimé
- 4: Refroidissement au travers du régénérateur
- 5: Expansion
- 6: Evacuation de la charge thermique
- 7: Réchauffement dans le régénérateur

figure 11 : Histoire thermique du gaz (second étage)

Le gaz issu du compresseur est à une température de 300 K.

En a) la vanne d'admission est ouverte et le gaz séjournant dans V1 et le régénérateur est comprimé: il s'échauffe.

Entre b) et c), le déplaceur est remonté, le gaz se stabilise à une température plus faible par échange avec le gaz provenant du compresseur puis se refroidit au travers du régénérateur.

Entre c) et d), l'expansion du gaz provoque son refroidissement. Il récupère la charge thermique (pertes ou charge effective), sa température croit.

En d) le déplaceur est ramené en position basse: le gaz se réchauffe au travers du régénérateur.

On notera que le gaz sort plus chaud qu'il n'est entré, cet écart représente la puissance frigorifique totale. En effet l'application du premier principe de la thermodynamique au système ouvert donne, $\Delta H=W+Q$ (1.5), or il n'y a pas d'échange de travail, de plus à "haute" température l'hélium peut être considéré comme un gaz parfait et son enthalpie ne dépend que de la température. Ainsi l'écart thermique en sortie de machine représente également l'écart enthalpique et donne la puissance froide totale.

L'analyse thermodynamique complète de ce cycle est relativement complexe. On pourra se reporter notamment aux travaux de (Gifford, 1966), (Ackermann, 1971) et (Thirumaleshwar, 1986 a et b).

Dans le cadre de notre travail, l'intérêt premier est de déterminer les puissances frigorifiques disponibles sur les deux étages de notre machine. Cependant différents capteurs (voir description ci-après) vont nous permettre d'obtenir des informations supplémentaires sur l'état du système et d'établir des bilans thermiques.

2.3.1-Instrumentation du réfrigérateur

Le réfrigérateur GM que nous utilisons, fabriqué par L'Air Liquide (modèle RCF 30-4), a été modifié pour permettre l'implantation de différents capteurs (voir figure 12). Sur la partie située à l'ambiante, un capteur de déplacement a été fixé sur l'embiellage pour suivre le mouvement du déplaceur.

Premier étage:

Sur la partie externe sont disposés une résistance platine pour la mesure de la température et un chauffage à effet Joule de 100 W. Nous pourrions mesurer la puissance frigorifique en fonction de la température. A l'intérieur nous avons fixé une seconde résistance platine ainsi qu'un capteur de pression. La résistance n'a pas de contact avec la paroi inox: ses fils de mesure seuls la maintiennent en place. Nous pourrions ainsi suivre l'évolution de la température à l'intérieur de la machine.

Les capteurs de pression choisis sont du type piézo-électrique (Kistler type 601A) capables de fonctionner à froid (<80K) et permettant d'effectuer des mesures dynamiques. De plus, leur taille réduite facilite leur implantation.

Deuxième étage:

Celui ci opère dans la gamme 10-30 K. L'extrémité froide a été modifiée: l'embout initial en inox a été remplacé par un embout en cuivre pour diminuer les gradients thermiques entre le gaz et la partie externe. Nous verrons par la suite l'amélioration significative apportée par cette modification. L'étanchéité est assurée par un joint indium. Cet embout possède une bride cuivre démontable qui sert de support aux différents capteurs (thermomètres intérieur et extérieur, capteur de pression) et au chauffage. Les thermomètres platine ont été remplacés par des thermomètres Nitrure de Niobium (Cabanel) développés au laboratoire. Les thermomètres NbN se présentent sous la forme de couches minces évaporées sur du saphir de 4x2 mm et de quelques dixièmes de mm d'épaisseur. Le thermomètre intérieur a été soudé à l'indium sur un feuillard de cuivre de 1/10 mm d'épaisseur. Ce feuillard est maintenu dans l'hélium par quatre fils nylon reliés a des vis sur la bride cuivre. Les apports de chaleur sont ainsi réduits et proviennent uniquement des fils nylon et des fils de mesure. Ces apports ont été évalués et restent toujours inférieurs à 100 microwatts.

Le capteur de pression est également disposé sur cette bride. L'étanchéité entre le capteur et la bride est réalisée grâce à un joint sylastène (Chaussy, 1978). Ce type de joint efficace pour le vide a donné des résultats tout aussi bons en pression (>20 bars).

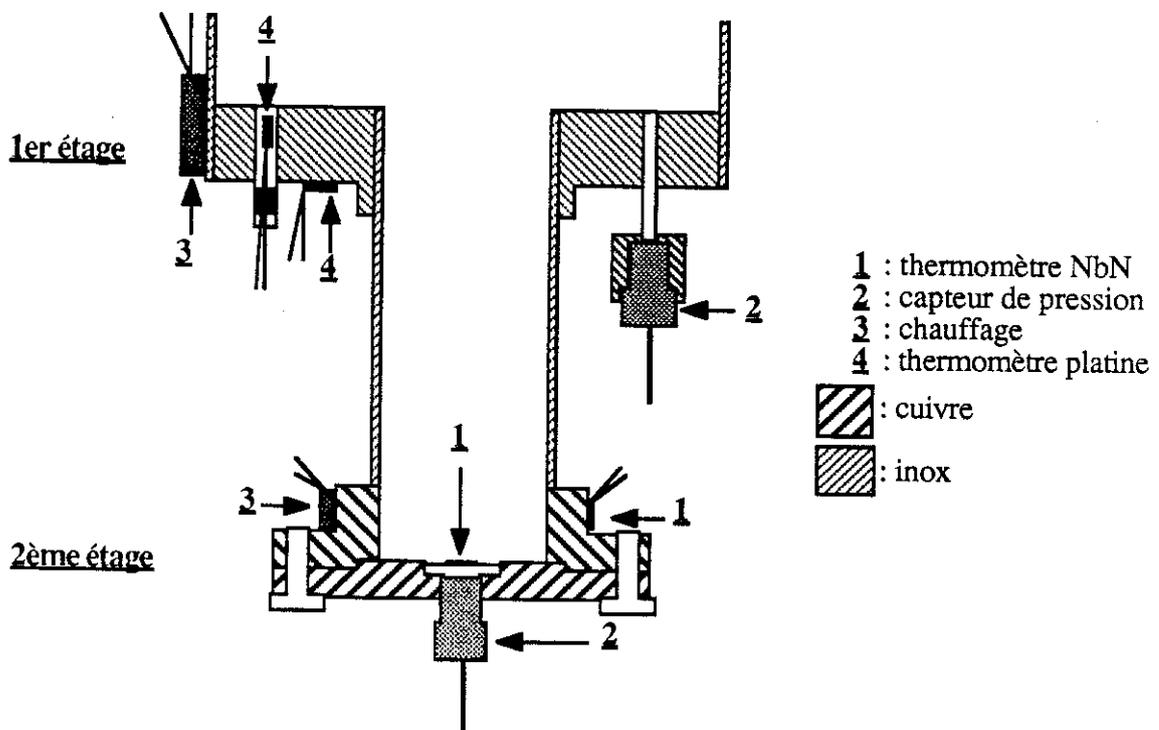
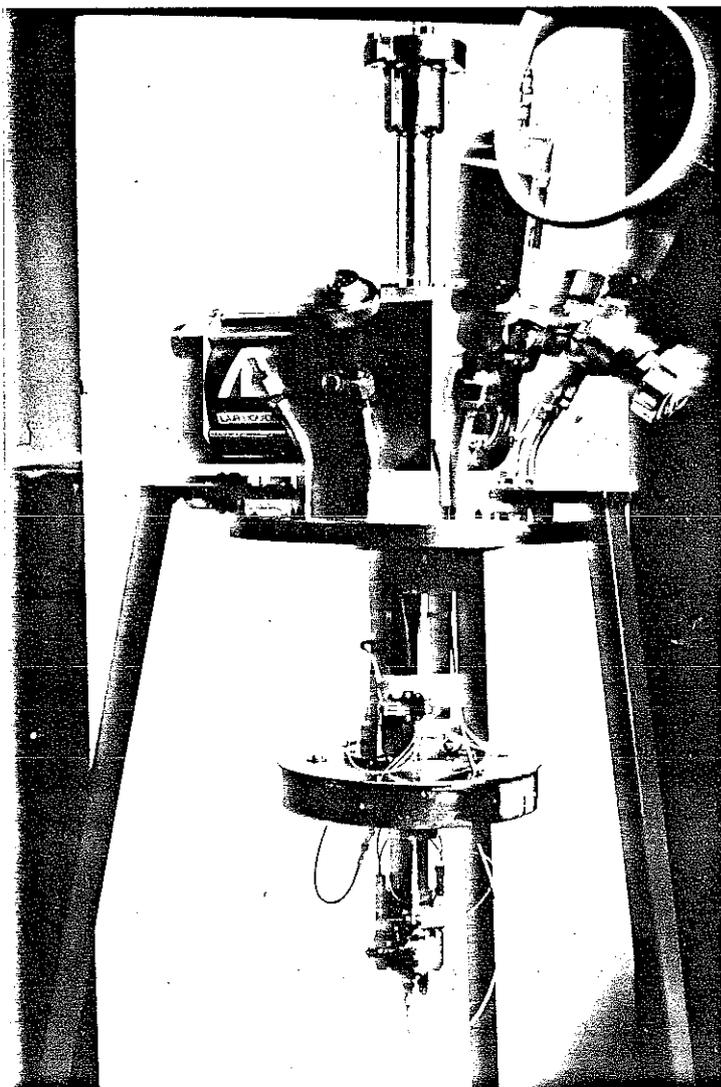


figure 12 : schéma d'implantation des différents capteurs

La photo ci dessous montre le réfrigérateur GM dans son ensemble.

La grosse bride en cuivre disposée sur le premier étage supporte un écran en cuivre qui piège le rayonnement émis par le cryostat vers le second étage.



Photographie du réfrigérateur GM instrumenté

2.3.2-Résultats expérimentaux

La figure 13 donne une courbe de refroidissement du réfrigérateur GM. La température du premier étage diminue progressivement puis se stabilise au terme de 5 heures de fonctionnement. Le comportement du second étage est sensiblement différent: celui ci atteint pratiquement sa température d'équilibre en 1 heures, puis dérive lentement perdant peu à peu les kelvins supplémentaires. Les températures minimales atteintes ont été de 42.6 K et 8.76 K respectivement pour le premier et le second étage sans charge thermique appliquée.

La machine a été caractérisée pour des puissances variants de 0 à 25 Watts sur le premier étage et de 0 à 11 Watts sur le second. Les résultats sont reportés sur la figure 14.

Le second étage présente des retours à l'équilibre extrêmement rapides: si on supprime brusquement la charge thermique il se refroidit à nouveau en quelques dizaines de secondes. Par contre le premier étage témoigne d'une inertie beaucoup plus grande (plusieurs minutes).

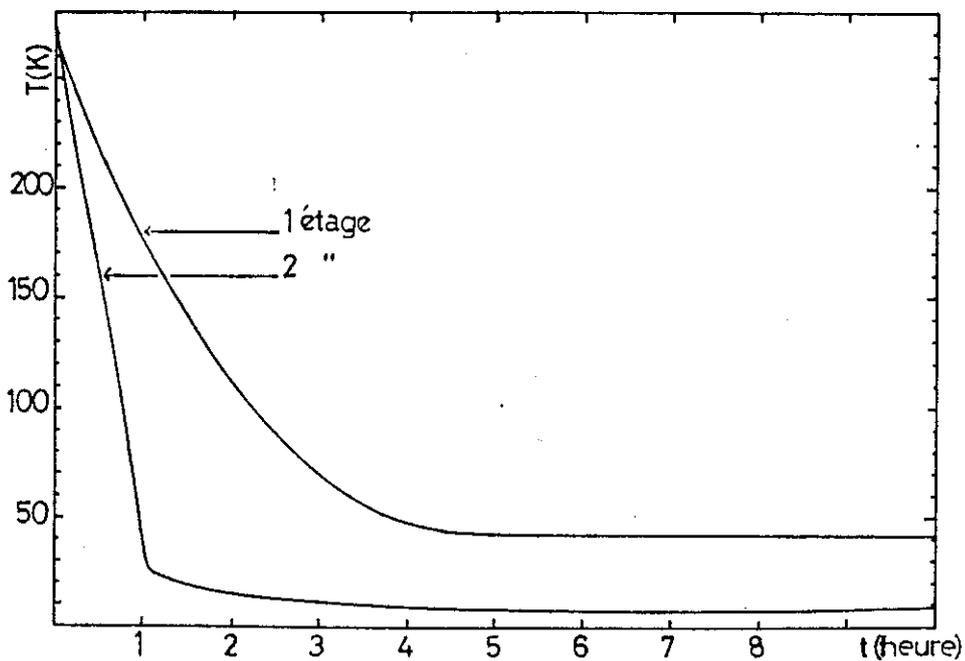


figure 13 : Courbe de refroidissement du réfrigérateur

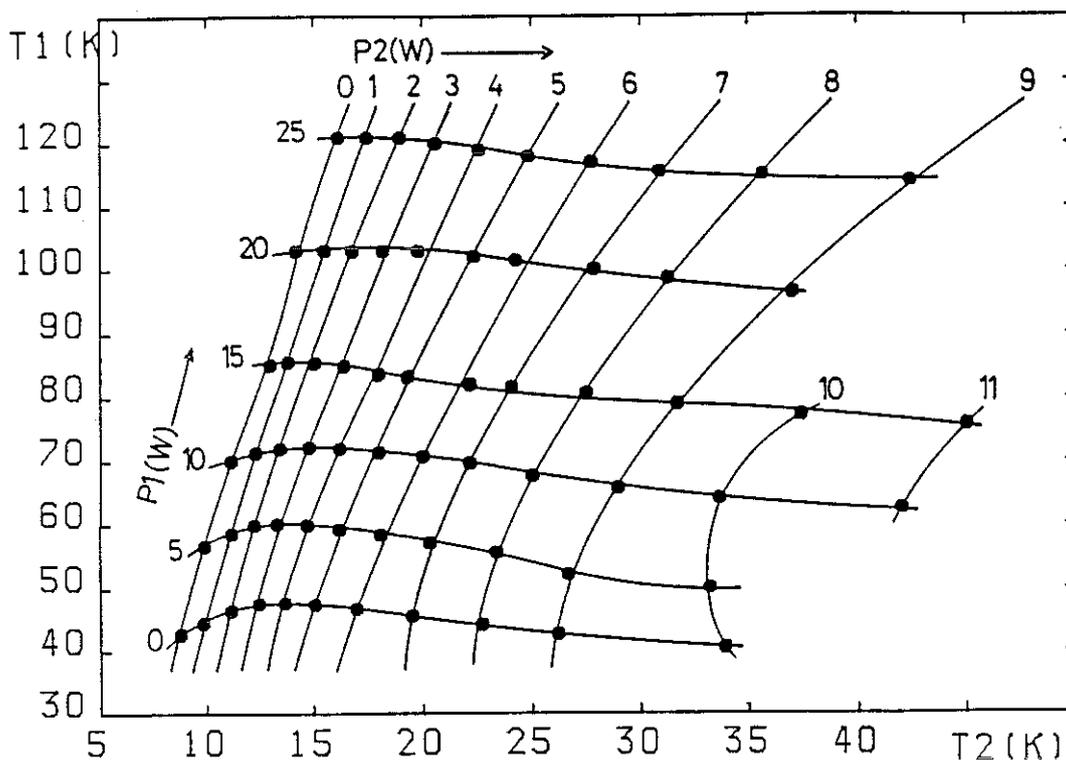


figure 14 : Courbes de puissance:
 P1, T1: premier étage, P2, T2: deuxième étage

2.3.3-Analyse des résultats

Nous avons étudié l'écart thermique entre l'intérieur et l'extérieur sur le second étage. Un raisonnement simple permet d'obtenir des résultats intéressants.

Si on effectue un bilan sur le second étage, il doit évacuer une puissance que nous appellerons \dot{Q}_p et qui correspond aux pertes diverses (conduction, rayonnement, effet navette...) et une charge thermique appliquée \dot{Q}_f bien définie (effet Joule, correspond à P2 sur la figure 14). Ces deux puissances sont responsables du gradient thermique entre l'intérieur et l'extérieur, soit:

$$\dot{Q}_p + \dot{Q}_f = K\Delta T \quad (1.6)$$

où ΔT est l'écart entre la température extérieure et la température moyenne intérieure, et K est une conductance thermique rendant compte de l'échange entre l'intérieur et l'extérieur.

Pour contrôler la validité de ce raisonnement on reporte la charge thermique \dot{Q}_f en fonction de ΔT (voir figure 15). L'accord est bon, on obtient une famille de droites de pentes sensiblement égales. Le calcul de la pente moyenne donne $K = 3.9 \text{ W/K}$ avec une dispersion de $\pm 0.13 \text{ W/K}$ (3%).

Si on admet que la surface d'échange correspond à la surface S balayée par le déplaceur, soit 25 cm^2 , on trouve un coefficient d'échange h de $156 \text{ mW.cm}^{-2}.\text{K}^{-1}$. Ce coefficient comporte deux termes: l'échange entre le gaz et la paroi, et la conduction dans la paroi. En terme de résistance thermique, nous avons deux résistances en série, et on peut écrire:

$$\frac{1}{hS} = \frac{1}{h_0S} + R_p \quad (1.7)$$

où h_0 est le coefficient d'échange gaz-paroi, et R_p la résistance thermique due à la paroi.

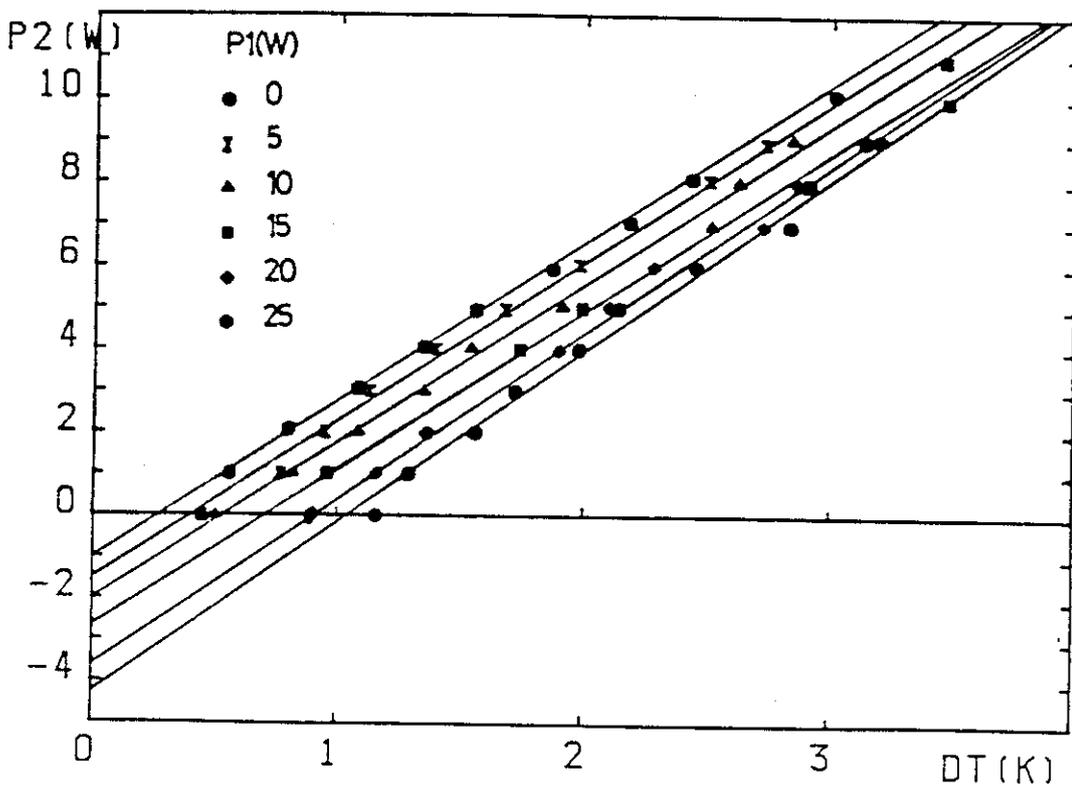


figure 15 : Charge sur le second étage en fonction de l'écart entre la température extérieure et la température moyenne intérieure

Afin de démontrer l'amélioration significative apportée par l'emploi d'un embout en cuivre, nous avons calculé le coefficient d'échange que nous aurions obtenu en

présence d'une paroi inox. Celui ci s'obtient facilement à partir de l'équation précédente ($h_{inox} = 1/(S(R_{p-inox} - R_{p-cuivre} + 1/hS))$), les valeurs de conductivité thermique du cuivre et de l'inox pour la gamme 10-40 K valent respectivement 10 et $0.02 \text{ W.cm}^{-1}.\text{K}^{-1}$, on obtient ainsi $h_{inox} = 84 \text{ mW.cm}^{-2}.\text{K}^{-1}$. Si on admet que les pertes ne sont pas affectées par la constitution de la paroi, les performances avec une paroi inox seraient réduites de façon significative (plus de 30% pour des faibles charges thermiques).

Les ordonnées à l'origine permettent d'obtenir les pertes. Nous avons reporté sur la figure 16, ces pertes en fonction de l'écart moyen de température entre le premier et le second étage.

On obtient approximativement une droite passant par l'origine, ce qui est satisfaisant puisque pour un écart de température nul les pertes doivent être nulles. La pente de cette droite vaut 0.05 W/K .

Si on considère qu'il s'agit essentiellement de pertes par conduction et effet navette, celles ci sont effectivement proportionnelles à l'écart thermique entre le premier et le second étage.

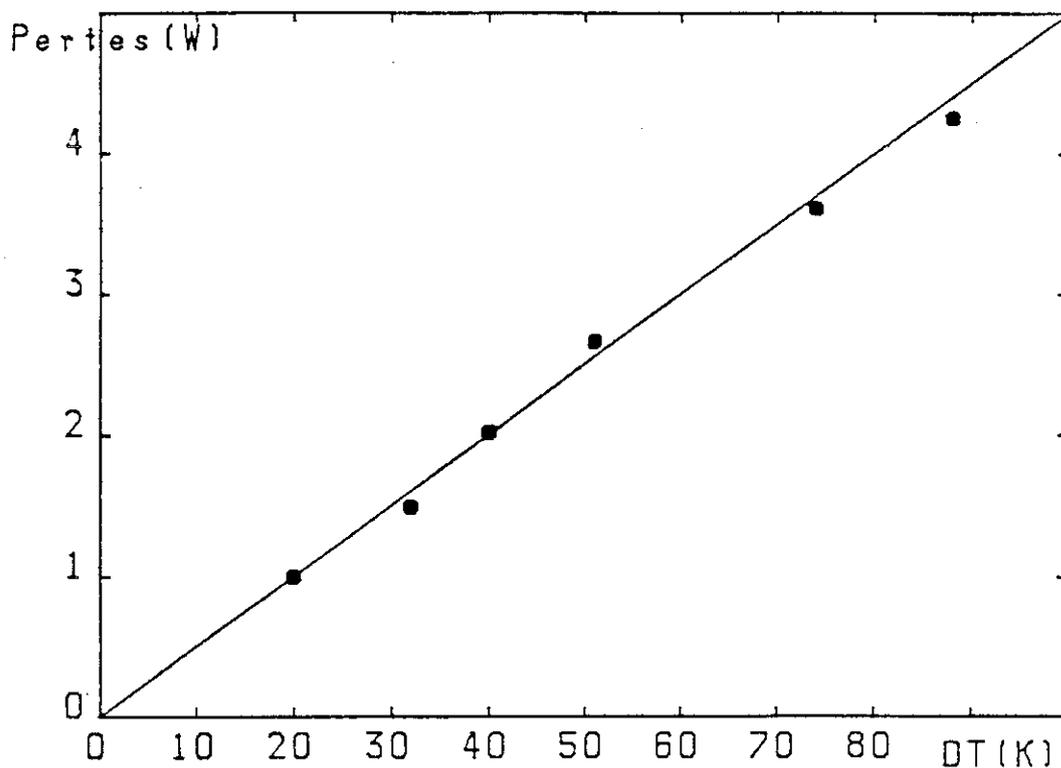


figure 16 : Pertes sur le second étage en fonction de l'écart thermique moyen entre le premier et le second étage

Les pertes par effet navette sont dues au mouvement du déplaceur. Lorsque celui-ci est en position haute son extrémité est plus froide que la paroi inox et de la chaleur est transférée de la paroi vers le déplaceur. Lorsque le déplaceur est amené en position basse l'inverse se produit: son extrémité, plus chaude que le bout froid de la machine, lui transfère de la chaleur et dégrade ses performances. Ces pertes sont données par (Zimmerman, 1970):

$$\dot{Q}_N = \frac{k_g \pi \phi D^2 (T_c - T_f)}{5.4 LJ} \quad (1.8)$$

où k_g est la conductivité thermique du gaz, ϕ le diamètre du déplaceur, D la course du déplaceur, L la longueur du déplaceur, J le jeu entre le déplaceur et le cylindre inox et T_c et T_f sont respectivement les températures chaude et froide.

Ce calcul donne $\dot{Q}_N/\Delta T = 0.034$ W/K. Nous avons utilisé le jeu J figurant sur les plans du réfrigérateur GM.

La conduction au travers du cylindre inox donne $5.71 \cdot 10^{-3}$ W/K, soit au total 0.04 W/K. Nous n'avons pas tenu compte de la conduction au travers du régénérateur car les températures mesurées au bout froid de la machine sont déjà affectées par cette perte. La valeur calculée est très proche de la valeur expérimentale. Cette analyse simple permet donc d'obtenir des résultats satisfaisants.

Analyse du cycle

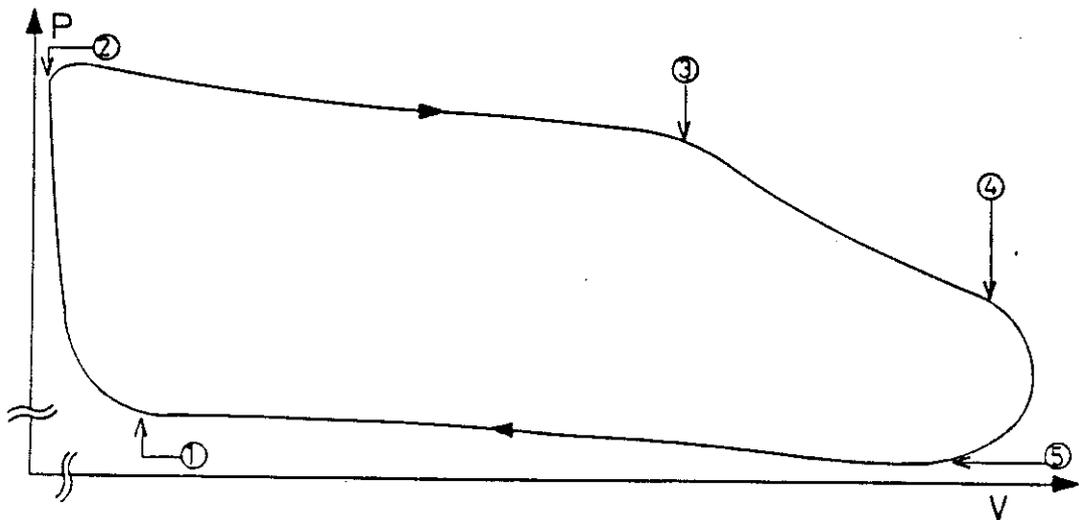


figure 17: Diagramme P-V type

Les capteurs de pression, température et déplacement situés à l'intérieur de la machine permettent d'obtenir les diagrammes P-V et T-V. Un diagramme P-V type est donné en figure 17.

Sur cette figure apparaissent des numéros représentant les différentes phases du cycle:

- 1: La soupape d'admission est ouverte, la pression monte brusquement
- 2: Le déplaceur est "remonté", le gaz se refroidit et la pression diminue légèrement à cause du débit insuffisant du compresseur
- 3: La soupape d'admission est fermée, le gaz continue de se refroidir et par conséquent la pression chute
- 4: Le déplaceur arrive au point mort haut, la soupape d'échappement est ouverte, le gaz se détend et se refroidit
- 5: Le déplaceur est "redescendu", le gaz froid est refoulé et se réchauffe causant une légère augmentation de pression. Lorsque le déplaceur est au point mort bas, la soupape d'échappement est fermée

L'application du premier principe de la thermodynamique aux systèmes ouverts, sur un volume de contrôle V défini par le volume froid (volume délimité par la course du piston) permet d'écrire:

$$\int_{\text{cycle}} dE = \int_{\text{cycle}} \delta Q - \int_{\text{cycle}} PdV + \int_{\text{cycle}} hdm \quad (1.9)$$

où E est l'énergie totale du système, h l'enthalpie et m la masse de gaz dans le volume V. Cette équation s'écrit encore:

$$[E]_{\text{cycle}} = Q_{\text{cycle}} + \int_{\text{cycle}} VdP + [mh]_{\text{cycle}} - \int_{\text{cycle}} mdh \quad (1.10)$$

Sur un cycle, il ne peut y avoir de création d'énergie, d'autre part l'enthalpie est une fonction d'état, celle-ci s'écrit:

$$dh = c_p dT + [v_s - T(\partial v_s / \partial T)_p] dP = c_p dT + v_s(1 - \alpha T) dP \quad (1.11)$$

où α est le coefficient de dilatation volumique et v_s le volume spécifique.

On peut finalement écrire:

$$Q_{\text{cycle}} = \int_{\text{cycle}} (V - mv_s(1 - \alpha T)) dP - \int_{\text{cycle}} mc_p dT \quad (1.12)$$

La masse d'hélium m est égale au produit de la densité ρ par le volume V offert au bout froid de la machine, soit en utilisant le volume spécifique: $m=V/v_s$. L'expression précédente s'écrit:

$$Q_{\text{cycle}} = \int_{\text{cycle}} \alpha TV dP - \int_{\text{cycle}} \rho V c_p dT \quad (1.13)$$

Pour un gaz parfait $\alpha T=1$, si de plus on admet que l'échange est isotherme on trouve $Q_{\text{ech}} = -\int V dP$.

Les termes dans les équations précédentes représentent des énergies. pour obtenir des puissances, il faut les diviser par la durée du cycle (1 seconde); par la suite nous parlerons en puissance.

Il faut également tenir compte des pertes et on peut finalement écrire:

$$\int_{\text{cycle}} \alpha TV dP - \int_{\text{cycle}} \rho V c_p dT - \dot{Q}_{\text{pertes}} = \dot{Q}_{\text{effet Joule}} \quad (1.14)$$

Le premier terme représente la puissance brute. Les mesures ainsi que les diagrammes P-V que nous avons obtenu expérimentalement nous permettent de le calculer. Le troisième terme correspond aux pertes obtenues dans l'analyse précédente et le dernier à la puissance expérimentale dissipée par effet joule au bout froid de la machine, c'est à dire à la puissance utile. Le second terme correspond aux irréversibilités du régénérateur. Nous n'avons pas accès expérimentalement aux variations réelles de température du gaz et nous ne pouvons pas calculer ce terme. En effet le gaz chaud sort sur le coté du régénérateur et circule dans l'espace annulaire en régime turbulent. Par conséquent le thermomètre situé sur la bride cuivre mesure une température de gaz déjà affectée par l'échange avec la paroi cuivre du réfrigérateur. La température froide après détente correspond par contre à la température réelle.

Toutefois un calcul thermodynamique développé par (Rolland, 1987) permet de déterminer les irréversibilités du régénérateur. Celui ci est décomposé en tranches et le calcul est effectué dans les hypothèses suivantes:

- La conduction au travers de la matrice, entre tranches, est négligée
- On suppose que la diffusivité du gaz est suffisamment bonne, pour que devant les dimensions caractéristiques de la matrice, le gaz se mette instantanément en équilibre thermique. cette hypothèse est bien vérifiée dans notre cas.

Le bilan thermique donne les équations de bases:

$$\frac{\partial T_m}{\partial t} = \frac{hP_m}{\rho_m S_m c_m} (T - T_m) \quad (1.15)$$

$$\frac{\partial T}{\partial x} = - \frac{hP_m}{\dot{m} c_p} (T - T_m) \quad (1.16)$$

où h est le coefficient d'échange, P_m le périmètre mouillé, ρ_m la densité du matériau constituant la matrice, c_m sa chaleur spécifique massique, S_m la surface radiale occupée par ce matériau, \dot{m} le débit de gaz, c_p la chaleur spécifique massique du gaz, et T et T_m respectivement les températures du gaz et de la matrice.

Nous ne nous étendrons pas sur la résolution mathématique de ces équations qui relève d'un traitement compliqué. Notons toutefois que les variations thermiques des chaleurs spécifiques de la matrice et du gaz sont prises en compte ainsi que le volume mort du régénérateur.

Nous avons reporté sur la figure 18 les résultats obtenus pour une courbe de puissance (15 W sur le premier étage).

On constate un bon accord entre la courbe mesurée expérimentalement (\dot{Q} effet joule) et la courbe calculée. Le terme correspondant à la puissance brute est sensiblement constant et est finalement égale à $V\Delta P$.

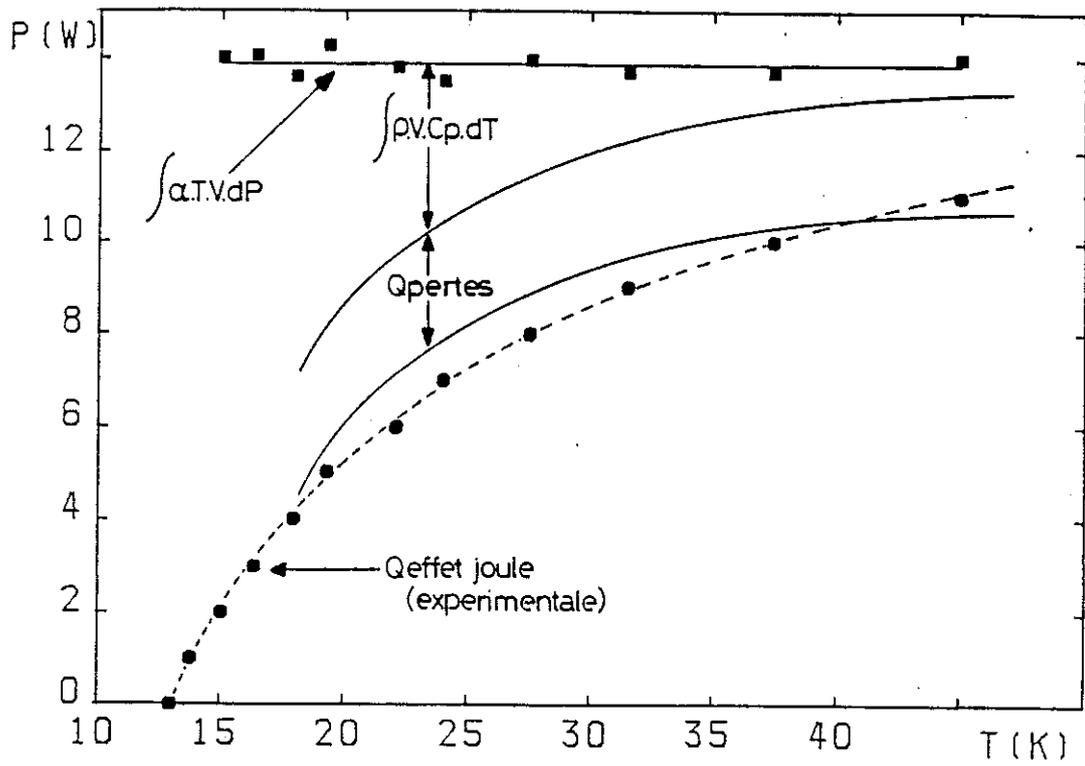
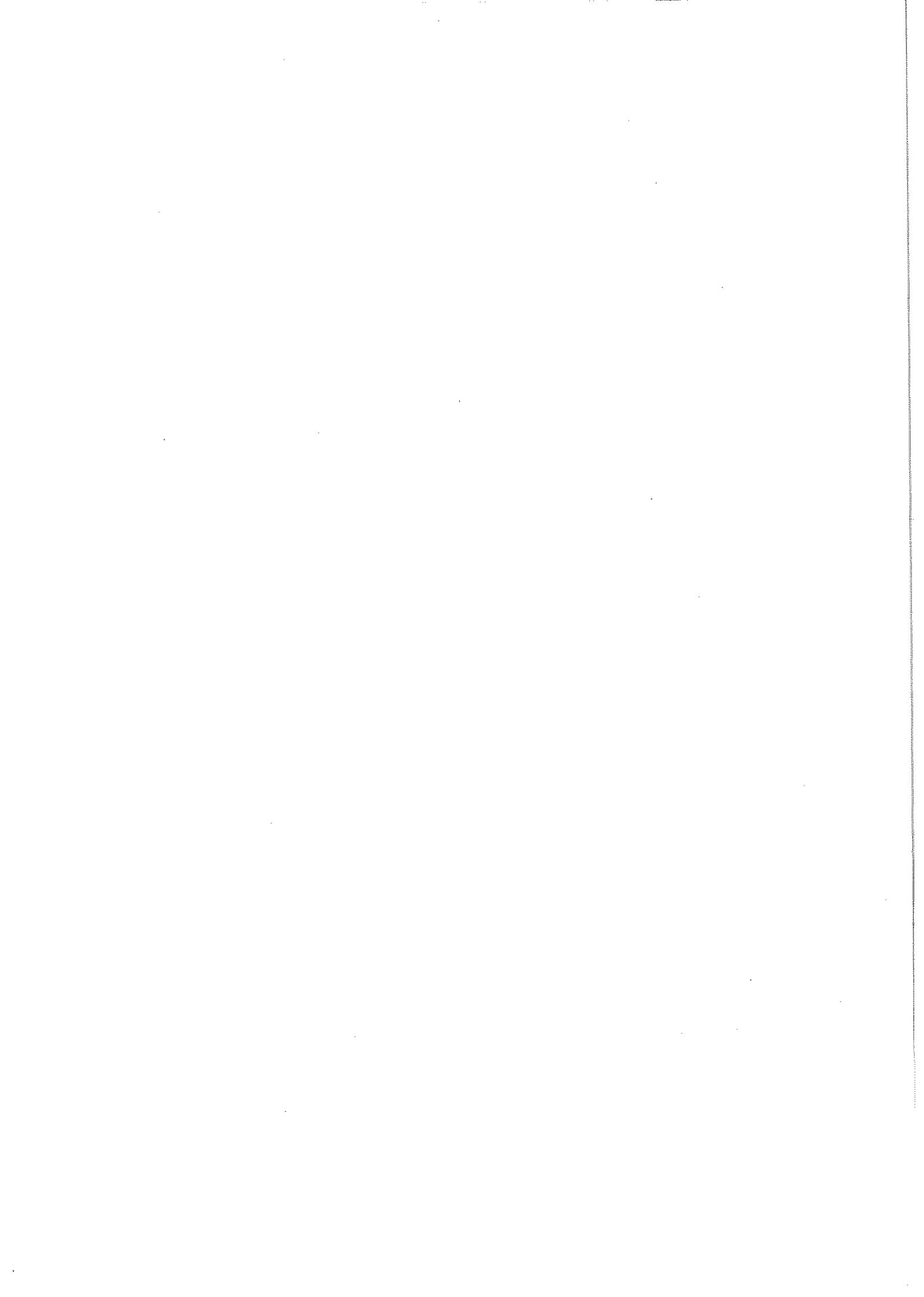


figure 18 : Reconstitution d'une courbe de puissance
(15 Watts dissipé sur le premier étage)

Cette méthode de calcul donne donc un bon outil pour prédimensionner un réfrigérateur à cycle de Gifford-Mc Mahon.



CHAPITRE 2
ADSORPTION DE L'HELIUM PAR LE CHARBON
ACTIF

INTRODUCTION

L'adsorption est le processus physique par lequel un solide fixe sur sa surface les molécules des phases gazeuses ou liquides en contact avec lui. On distingue l'adsorption chimique ou chimisorption dans laquelle les substances adsorbées établissent des liaisons chimiques avec l'adsorbant et l'adsorption physique qui met en jeu des forces de type Van Der Waals et où les molécules adsorbées conservent leur identité. L'adsorption physique est due à l'existence d'un potentiel lié à la polarisabilité des molécules, celui-ci est responsable d'une accumulation en surface de molécules des phases gazeuses ou liquides en contact avec le solide.

Il s'agit donc d'un phénomène de surface et dans le cadre de ses applications on sélectionne des matériaux présentant des surfaces spécifiques importantes. A cet égard les solides pulvérulents sont de bons candidats, en particulier le charbon actif qui offre une surface spécifique développée de l'ordre de $1000 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$.

Les charbons actifs les plus employés sont obtenus à partir de tourbe, de houille, de bois ou de noix de coco. Par un processus d'activation thermique à haute température (900°C) en présence d'oxygène, on développe une surface importante à l'intérieur de pores.

Cette propriété a été mise à profit dans un grand nombre d'applications. Parmi celles-ci on citera le traitement des eaux, les filtres de cigarettes, la purification de l'air et des gaz industriels, le cryopompage, etc.

De fait l'adsorption physique a été abondamment étudiée et on pourra consulter la bibliographie exhaustive publiée par (Kidnay, 1970).

L'adsorption d'un gaz sur un adsorbant est communément représentée sous la forme d'isothermes d'adsorption, où la quantité de gaz adsorbé par gramme d'adsorbant à une certaine température est portée en fonction de la pression. En raison du développement de divers systèmes cryogéniques utilisant l'adsorption, les isothermes de différents gaz sur du charbon actif sous haute pression et basse température ont été mesurés, en particulier celles de l'hydrogène, du néon (Tward, 1982), (Chan, 1984a) et de l'azote (Yang, 1982).

Les isothermes disponibles pour l'Hélium concernent essentiellement les basses pressions, on pourra par exemple se reporter aux travaux de (Van Itterbeek, 1938 et 1939). Seul Kidnay (1967) a effectué des mesures d'adsorption de l'Hélium sur du charbon actif et des zéolites pour des pressions allant de 1 à 100 bars à une température de 76 K.

Afin de dimensionner le compresseur à adsorption nous avons mesuré les isothermes d'adsorption de l'Hélium sur le charbon actif pour une gamme de température étendue, 10 K à 80 K, et des pressions variant de 1 à 35 bars.

1-MESURES EFFECTUEES SUR LE CHARBON ACTIF EN GRAINS

1.1-Dispositif expérimental

La technique expérimentale utilisée est une méthode volumétrique qui nécessite un appareillage relativement simple. Les isothermes d'adsorption sont déterminées en mesurant la pression et la température d'équilibre à l'intérieur d'un volume calibré relié à une cellule de mesure.

Initialement le volume calibré à l'ambiante, fermé sur lui même, est rempli d'hélium. La mesure de la pression et de la température nous permet de déterminer le nombre de moles de gaz. Ce volume est ensuite ouvert sur la cellule et on peut calculer par différence la quantité d'hélium séjournant dans la cellule.

La pression et la température sont mesurées respectivement à l'aide d'un capteur SEDEME CMAC 50 bars que nous avons calibré à +/- 20 millibars et d'une sonde platine. Afin d'obtenir une bonne stabilité en température, un échangeur en cuivre refroidit à l'eau est brasé sur le volume calibré. Cette régulation permet d'obtenir des retours à l'équilibre thermique extrêmement rapides lors des mises sous pression du volume calibré.

La cellule d'adsorption est constituée d'un cylindre de cuivre de volume 26.5 cm^3 contenant 8.34 grammes de charbon actif (Prolabo), soit une densité de remplissage de 0.31 g.cm^{-3} . Sa température est mesurée à l'aide d'un thermomètre NbN (Cabanel) et est contrôlée par une régulation P.I.D. (Proportionnel intégral dérivé). Cet ensemble est relié par une fuite thermique à un bain d'hélium liquide à 4.2 K. Un capillaire assure la jonction avec le volume calibré à l'ambiante. Le tout est logé dans une canne $\varnothing 30 \text{ mm}$ fermée par un joint sylastène (Chaussy, 1978) et pouvant être introduite dans un vase hélium de 100 litres à col $\varnothing.50 \text{ mm}$.

Un groupe de pompage constitué d'une pompe primaire à palette et d'une pompe secondaire à diffusion d'huile permet d'obtenir un très bon vide d'isolement à chaud. A froid ce vide s'améliore de façon significative par cryopompage.

Le volume calibré est relié à une bouteille d'hélium sous haute pression (150 bars) permettant d'augmenter la charge d'hélium dans le circuit. L'hélium utilisé est du type 4N. Le schéma du dispositif est donné figure 1.

Avant chaque série de mesures, le charbon est régénéré durant plusieurs heures sous vide à 150°C . Au terme de ce traitement la perte en masse, rapportée à la masse de charbon, est de l'ordre de 15 %.

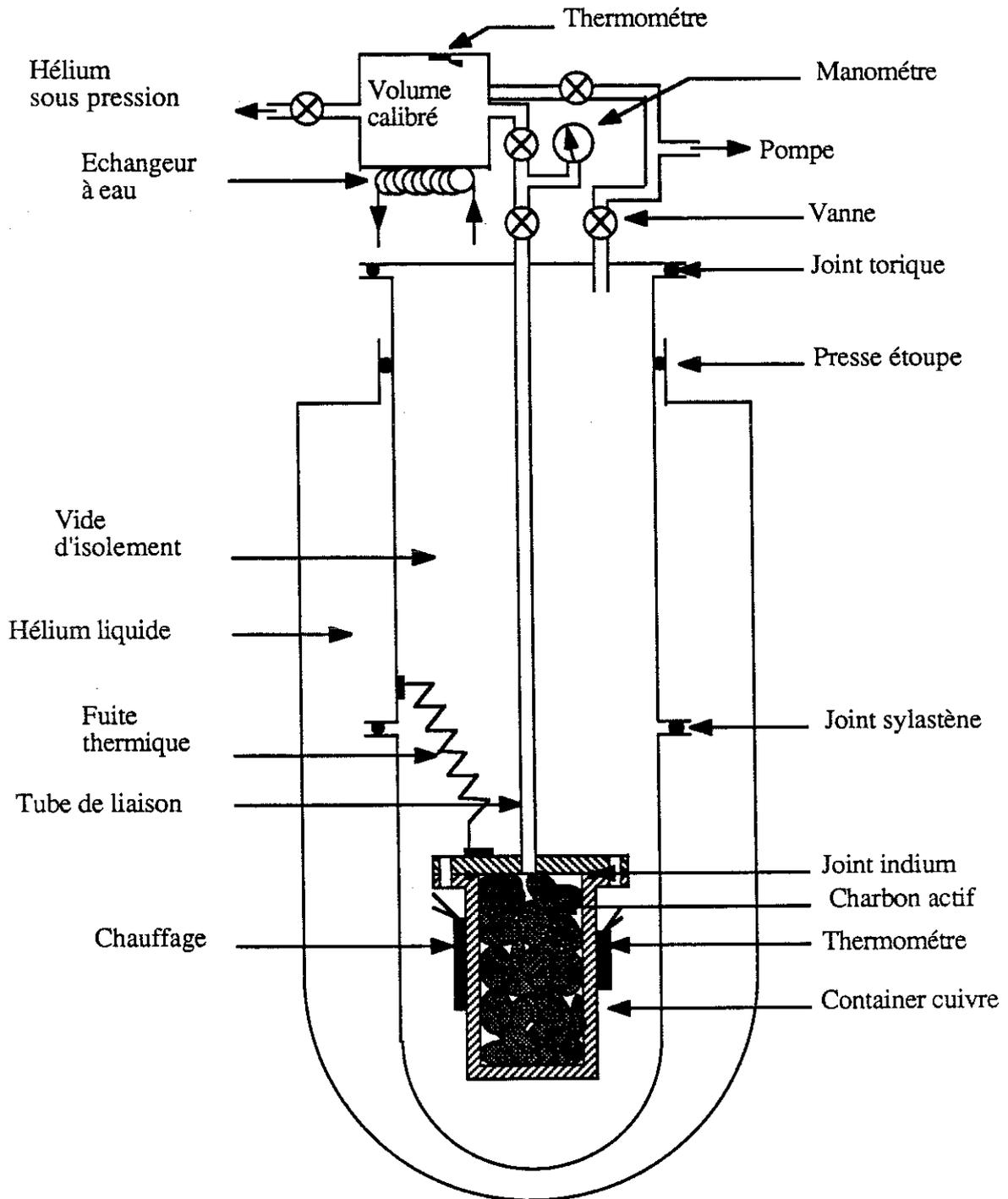


figure 1 : Dispositif expérimental

1.2-Définition des volumes morts

Afin de déterminer la quantité de gaz adsorbé, il faut comprendre le caractère et la structure des différents volumes qui constituent le circuit de mesure.

En premier lieu le capillaire qui relie la réserve de gaz à l'ambiante à la cellule de mesure à froid. Ce capillaire est en inox, 1×1.5 mm, $L=96$ cm, et est l'objet d'un fort gradient thermique. Au regard des dimensions et des valeurs des conductivités thermiques de l'inox et de l'hélium, le régime en température le long de ce tube est imposé par le métal. La conductivité de l'inox est assez bien décrite par un polynôme de degré 2 en T:

$$k = aT^2 + bT + c \quad (2.1)$$

où $a=-1.96 \cdot 10^{-6}$, $b=1.04 \cdot 10^{-3}$ et $c=6.37 \cdot 10^{-3}$; k est en $W.cm^{-1} K^{-1}$. Dans l'hypothèse d'un gaz parfait on montre que la quantité de gaz séjournant dans ce capillaire s'écrit:

$$m_T = \frac{4S_i S P}{83.2 \dot{Q}} \left(\frac{a}{2}(T^2 - T_0^2) + b(T - T_0) + c \ln\left(\frac{T}{T_0}\right) \right) \quad (2.2)$$

où S_i et S sont respectivement la section inox du capillaire et la surface intérieure du tube, P la pression, T la température ambiante, T_0 la température de la cellule, et \dot{Q} la puissance transportée le long du tube entre T et T_0 .

Pour des températures T_0 comprises entre 10 et 80 K et une température T égale à 300 K, l'intégrale de conductivité thermique de l'inox varie entre 30.6 et 27.1 Watts.cm⁻¹. La puissance \dot{Q} reste donc sensiblement constante et égale à 3mW.

En second lieu les volumes morts situés à l'intérieur du container:

- le volume mort V_e du à l'empilement des grains de charbons: ceux-ci ont une forme cylindrique et n'offrent pas un arrangement parfait.

- le vide situé à l'intérieur même des grains de charbons; celui-ci se décompose habituellement en trois contributions: le volume V_m du aux macropores, le volume V_n du aux mésopores, et celui V_i du aux micropores. Les micropores peuvent être définis arbitrairement comme des pores dont le diamètre est inférieur à 20 angstroems, le diamètre des mésopores varie entre 20 et 1000 angstroems et les macropores correspondent à des diamètres supérieurs à 1000 angstroems.

Le volume mort total est déterminé à l'ambiante (l'adsorption est alors négligeable) en détendant de l'hélium du volume calibré dans la cellule de mesure. Nous avons obtenu ainsi:

$$V_e + V_i + V_m + V_n + V_t = 27 \text{ cm}^3$$

où V_t est le volume mort du au tube de liaison et aux vannes.

On obtient pour la cellule seule 23 cm^3 , soit 87% de taux de vide total. La densité apparente des grains (carbone+pores) a été déterminée expérimentalement et vaut 0.63 g.cm^{-3} (charbon régénéré), V_e peut alors être évalué à 13.4 cm^3 soit un taux de vide intergranulaire de 50.5% dans la cellule. Les grains occupent un volume de 13.1 cm^3 dont 9.6 cm^3 ($23 - 13.4$), c'est à dire 73%, correspond à du volume mort du aux pores.

Lors de l'analyse de nos premières mesures, nous avons considéré que la quantité adsorbée correspondait au gaz séjournant dans l'ensemble des pores. Une tentative de traitement en utilisant la définition de Gibbs (Kidnay, 1967), dans laquelle la quantité adsorbée est égale à l'excès de gaz présent dans les pores par rapport à celui qui s'y trouverait dans les mêmes conditions de température et de pression, n'a pas donnée de résultats satisfaisants et conduit à un maximum dans les isothermes.

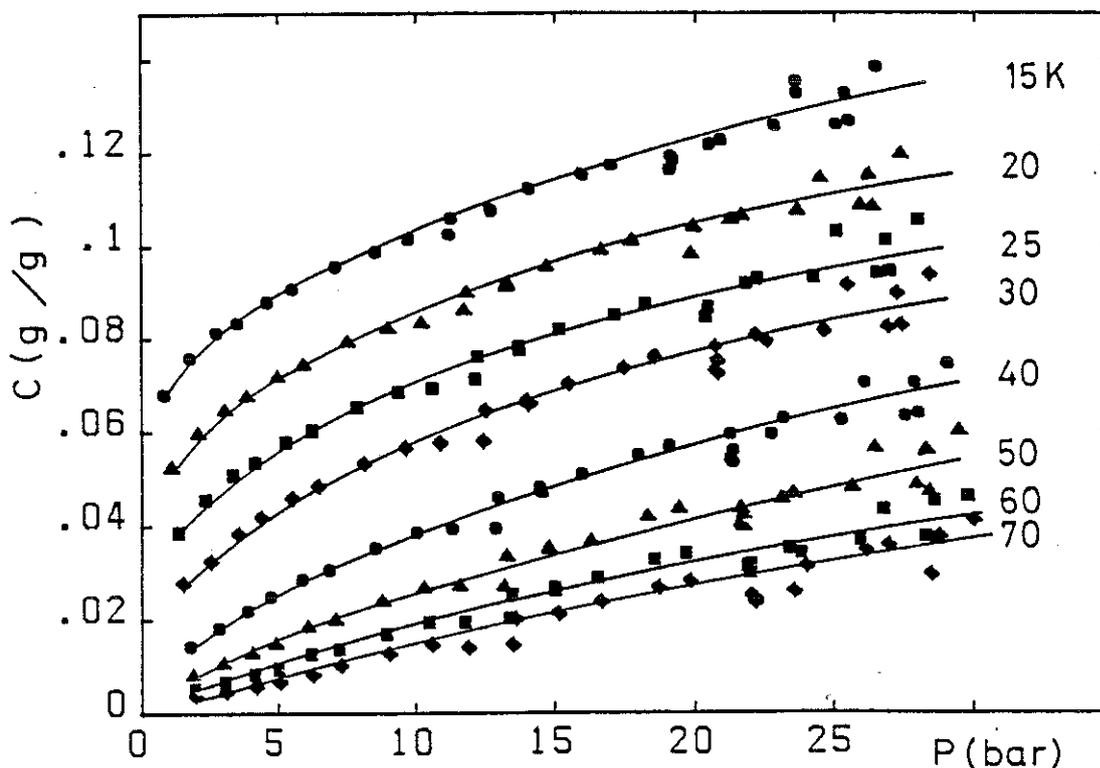


figure 2 : Isothermes d'adsorption de l'hélium sur du charbon actif
(les lignes en traits pleins sont des lignes guides)

Les isothermes sont déterminées en utilisant l'expression:

$$C = \frac{\left(\frac{P_r}{T_r} - \frac{P}{T_e} \right) \frac{V_r M}{R} - m_T - \rho V_e}{m_c} \quad (2.3)$$

où P_r et T_r sont la pression et la température à l'intérieur du volume calibré (vanne 1,2,3 fermée), P et T_e la pression et la température dans le volume calibré après expansion (vanne 1 ouverte), ρ la densité à P et T_0 , V_r le volume de la chambre calibrée et m_c la masse de charbon.

Les résultats expérimentaux sont présentés sur la figure 2.

1.3-Corrélation des isothermes

Les théories concernant l'adsorption abondent (Young, 1967) et dans le cadre de leur application un certain nombre de techniques permettant de corréler les quantités adsorbées avec la température et la pression ont été proposées (Cook, 1964). Cependant ces techniques donnent des résultats satisfaisant pour des cas spécifiques mais ont un champ d'application relativement restreint.

Nous avons utilisé la théorie développée par (Dubinin, 1960) en employant une technique d'analyse originale. La corrélation obtenue est satisfaisante.

1.3.1-Théorie de Dubinin

Cette théorie trouve son origine dans la théorie du potentiel de Polanyi (Young, 1967). Il s'agit d'une approche macroscopique du phénomène d'adsorption.

Polanyi considère que le film adsorbé se constitue dans un gradient de potentiel du au forces de Van der Waals. Il est d'usage de définir le potentiel d'adsorption x comme le travail accompli par les forces d'adsorption pour faire passer une mole d'adsorbat depuis la phase gazeuse jusqu'à la phase adsorbée. Il postule que le potentiel d'adsorption est indépendant de la température, de telle sorte que la courbe liant x au volume adsorbé, appelée courbe caractéristique, est la même à toute température pour un gaz donné.

Autrement dit à partir d'une seule isotherme et à condition qu'elle couvre la totalité des valeurs de x on peut prédire toutes les autres.

Cette théorie a suscité un enthousiasme important, en particulier de nombreuses recherches ont été effectuées pour déterminer des lois permettant de prédire les isothermes de tous les gaz sur un même adsorbant à partir d'une isotherme unique.

Dubinina et ses collaborateurs définissent un coefficient d'affinité qui permet à toutes les courbes de différents adsorbats obtenues sur un même adsorbant de fusionner en une seule. Ce coefficient est proportionnel au parachor β de l'adsorbat (Lang J.C., 1975). En regard des quantités adsorbées, le domaine de validité de la théorie de Dubinina est relativement étendu dans le cas des charbons (Ginoux, 1983) et a motivé notre choix.

La relation proposée par (Dubinina, 1960) est la suivante:

$$C = \frac{M\alpha}{v_s} e^{-\frac{\gamma}{\beta}x} \quad (2.4)$$

où C est la quantité adsorbée en grammes d'adsorbat par grammes d'adsorbant, M est la masse molaire de l'adsorbat, v_s le volume spécifique de la phase adsorbée, α et γ sont des paramètres de corrélation et x est le potentiel d'adsorption défini par:

$$x = RT \cdot \ln\left(\frac{P_s}{P}\right) \quad (2.5)$$

où P est la pression et P_s la pression de vapeur saturante à T.

La difficulté consiste à déterminer v_s et P_s .

En dessous de la température normale d'ébullition de l'adsorbat, le volume spécifique de la phase adsorbée est le même que celui du liquide et est pris dans les tables thermodynamiques.

Pour des températures comprises entre la température normale d'ébullition et la température critique le volume spécifique est interpolé à partir de celui du liquide, et pour des températures supérieures à la température critique le covolume de Van Der Waals, b, est pris pour v_s .

De même pour la pression de vapeur saturante, en dessous de la température critique celle-ci est prise dans les tables et au dessus une pression de vapeur saturante fictive doit être définie.

1.3.2-Méthode proposée

Pour l'hélium, ainsi d'ailleurs que pour l'hydrogène et l'azote, certains auteurs Chan (1984a), Dubinin (1960) proposent pour la pression de vapeur saturante fictive l'expression suivante:

$$P_S = P_{cr} \left(\frac{T}{T_{cr}} \right)^2 \quad (2.6)$$

où P_{cr} et T_{cr} sont respectivement la pression et la température critique du gaz.

Nous avons tenté de corréler nos isothermes en utilisant cette définition; si on porte $\ln C$ en fonction de x/β on doit obtenir une droite unique. Cette analyse est montrée sur la figure 3.

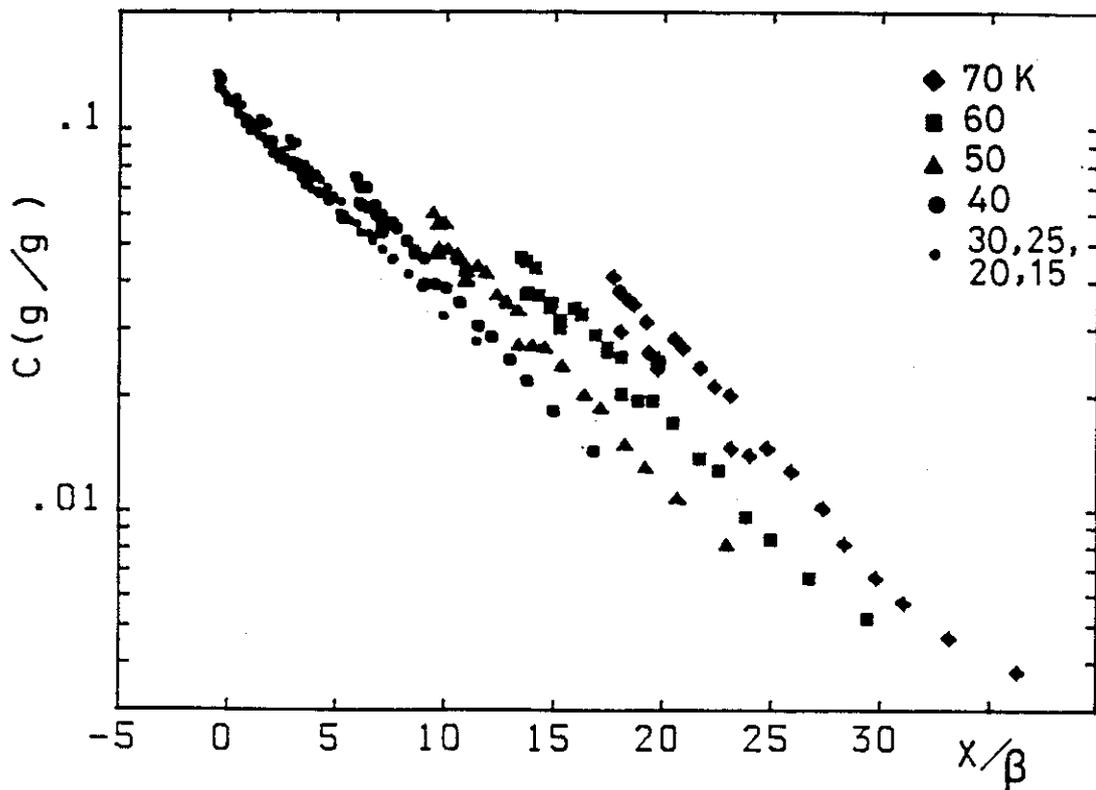


figure 3 : $\ln C$ en fonction de x , obtenue avec $P_S = P_{cr} (T/T_{cr})^2$

Comme d'autres auteurs (Cook, 1964) (Yang, 1982) nous estimons que cette méthode est peu satisfaisante: la dispersion est relativement importante, un décalage

systématique en température est visible et enfin celle ci conduit à des valeurs négatives du potentiel d'adsorption.

Nous avons développé une autre technique d'analyse des résultats. Les équations (2.4) et (2.5) sont développées comme suit:

$$\ln C = \ln\left(\frac{M\alpha}{b}\right) - \frac{\gamma RT}{\beta} \ln P_s + \frac{\gamma RT}{\beta} \ln P \quad (2.7)$$

Nous avons reporté sur la figure 4 la courbe $\ln C$ en fonction de $(RT/\beta)\ln P$.

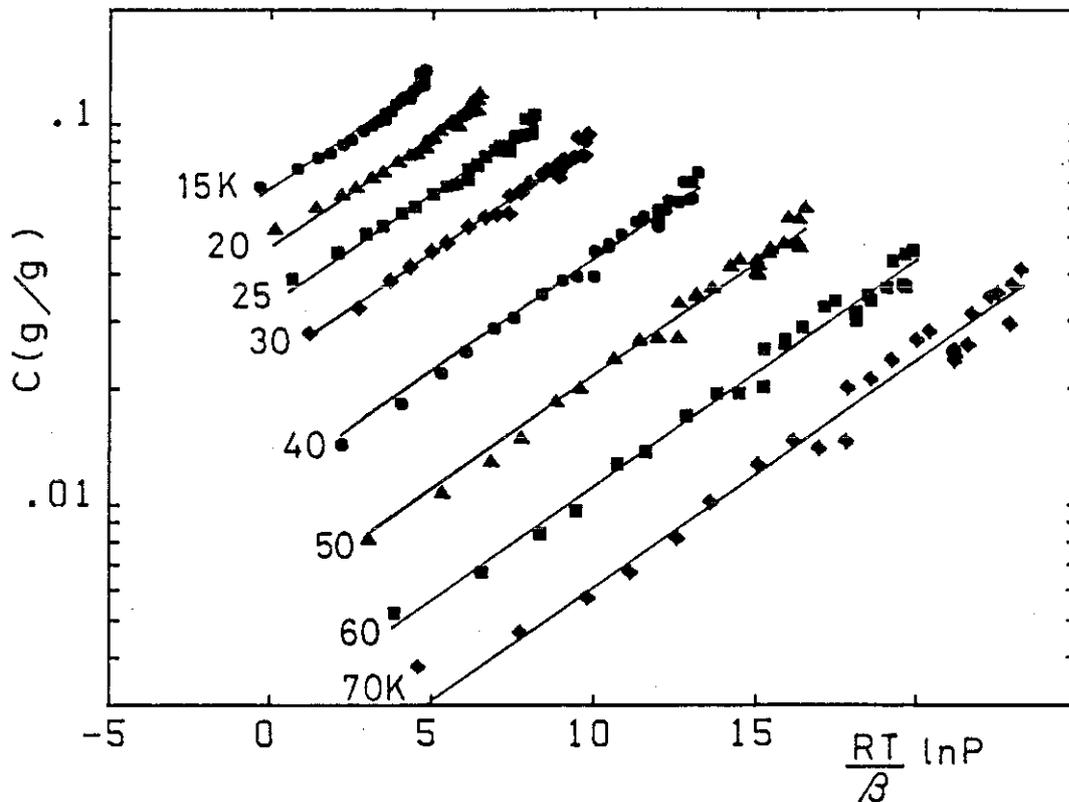


figure 4 : $\ln C$ en fonction de $RT/\beta \ln P$. La pente donne le paramètre de corrélation γ

Celle-ci conduit à une famille de droites parallèles en accord avec la théorie choisie. La pente de ces droites nous donne expérimentalement la valeur de γ :

$$\gamma = 0.14 (+/- 0.01).$$

A l'aide de ce γ moyen on recalcule l'ordonnée à l'origine $\ln C_0(T)$ pour chaque température:

$$\ln C_0(T) = \ln\left(\frac{M\alpha}{b}\right) - \frac{\gamma RT}{\beta} \ln P_s \quad (2.8)$$

Les valeurs obtenues tracées en fonction de la température (voir figure 5) révèlent une variation linéaire en T.

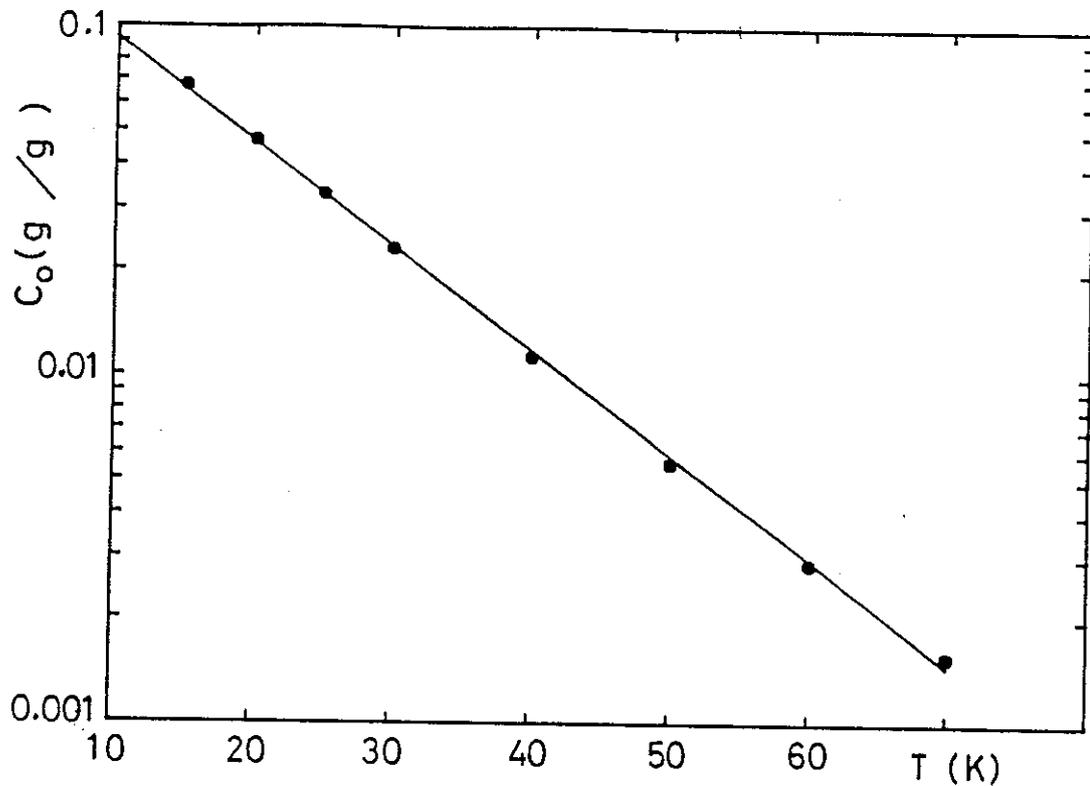


figure 5 : $\ln C_0(T)$ en fonction de T

Ceci nous conduit expérimentalement à prendre pour la pression de vapeur saturante fictive au dessus de la température critique une loi du type:

$$\ln P_s = A + \frac{B}{T} \quad (2.9)$$

A partir de la droite expérimentale on peut déterminer A; pour obtenir B et par suite α , on égalise à la température critique la pression de vapeur saturante donnée dans les tables thermodynamiques (NBS, 1960) et la pression de vapeur saturante fictive tirée de la formule (2.9).

Les valeurs des différents paramètres utilisés pour l'hélium ainsi que les résultats obtenus pour les paramètres de corrélation et la pression de vapeur saturante fictive sont reportés dans la table 1.

Il est important de noter que nous n'avons fait aucun choix à priori concernant la pression de vapeur saturante fictive. Le comportement du type Clapeyron découle des résultats expérimentaux, ce qui est physiquement satisfaisant.

Table 1.

M.	b.	β .	T_{cr} .	P_{cr} .	α .	γ .	A.	B.
g/mole	cm ³ /mole	J/mole	K	atm				
4.003	24	85.27	5.3	2.26	0.81	0.14	5.2	-22.7

Sur la figure 6 nous avons reporté la pression de vapeur saturante de ⁴He et la pression de vapeur saturante fictive. La courbe obtenue expérimentalement pour la pression fictive est raisonnable: elle donne une bonne extrapolation de la pression de vapeur saturante au dessus de T_{cr} .

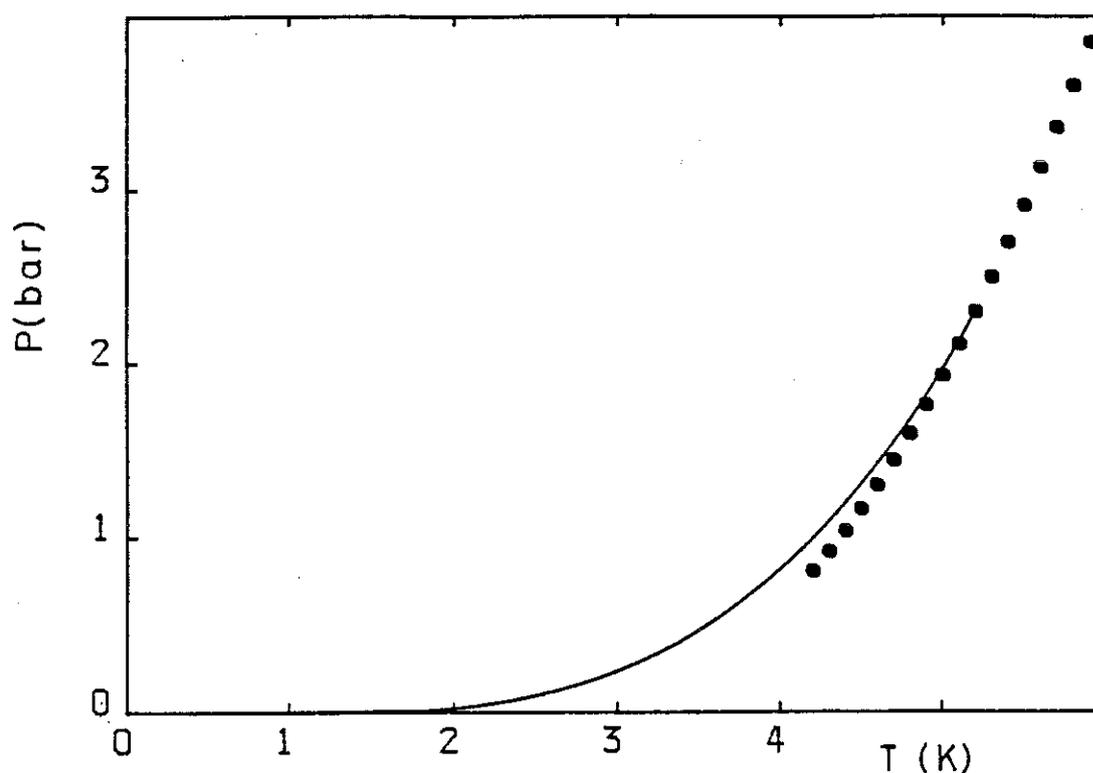


figure 6 : Pression de vapeur saturante de l'hélium:

— : valeur tabulées dans (NBS, 1960)

O : valeurs obtenues avec notre traitement

En utilisant les équations (2.4) et (2.5) et la loi expérimentale trouvée pour la pression de vapeur saturante fictive (2.9), nous avons porté sur la figure 7 $\ln C$ en fonction de x/β pour toutes les données expérimentales.

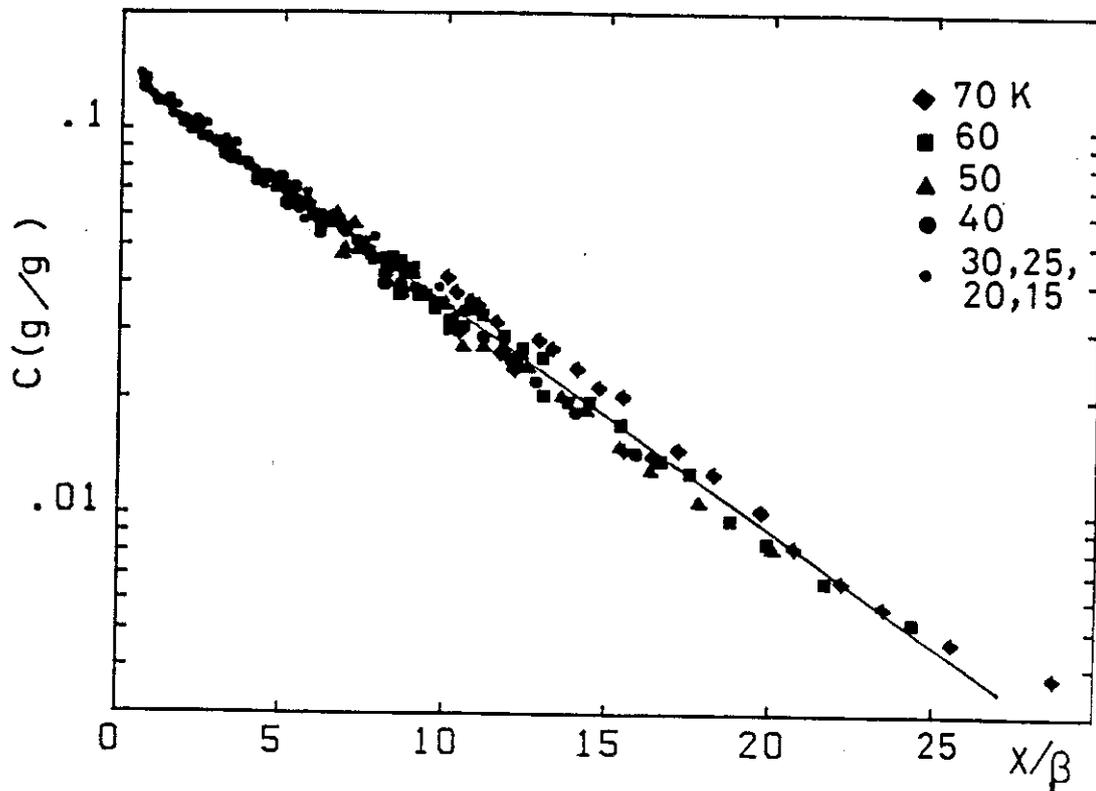


figure 7 : Corrélation générale obtenue avec la pression de vapeur saturante fictive proposée dans le texte

Par rapport à la corrélation obtenue en utilisant l'équation (2.6), celle-ci apparaît bien meilleure, en particulier la dispersion est nettement moins importante, et le potentiel d'adsorption est toujours positif. On remarquera également que cette corrélation couvre une gamme de températures relativement large puisque l'on note pratiquement un facteur 5 dans les températures

2-MESURES EFFECTUEES SUR DU CHARBON COMPACTE

2.1-Préparation

Nous verrons dans le Chapitre 3 que le volume mort est un élément critique dans la réalisation d'un compresseur à adsorption. Ceci nous a conduit à effectuer des mesures sur du charbon compacté.

Des mesures semblables ont été effectuées par (Yang, 1982) avec de l'azote sur du charbon actif. Bard (1986) donne une analyse des volumes morts et de l'effet du compactage.

Dans un premier temps le charbon en grains est broyé jusqu'à obtenir une fine poudre. Un container cylindrique en cuivre de volume 19.3 cm^3 a été réalisé ainsi qu'une matrice en laiton ajustée au diamètre extérieur de ce container afin d'augmenter sa résistance mécanique lors du remplissage et compactage sous presse.

La poudre est introduite dans le cylindre et compactée sous une pression de $1.6 \text{ Tonne-force.cm}^{-2}$. La colonne ainsi obtenue présente une élasticité remarquable. Pour en assurer le maintien et également pour augmenter la conduction thermique à l'intérieur de la cellule, des rondelles de cuivre perforées, de diamètre légèrement supérieur au diamètre intérieur, sont intercalées régulièrement sur la hauteur. Le container est enfin obturé par un poral de cuivre.

La densité de la colonne de charbon ainsi obtenue vaut (charbon régénéré) 0.67 g.cm^{-3} (12.15 g dans le container), soit une amélioration de 116% par rapport aux conditions de remplissage précédentes.

Des photographies prises au microscope électronique (figure 8) révèlent l'aspect d'un grain de charbon et du charbon compacté.

Le volume mort déterminé par détente d'hélium à température ambiante donne 13.21 cm^3 soit 72.5% de vide à l'intérieur de la colonne de charbon. Cette valeur est très proche de celle obtenue précédemment pour les grains de charbon non compacté.

Il semble ainsi à première vue que l'on ait obtenu en compactant le charbon un "maxi-grain", c'est à dire que l'on ait éliminé tout le volume mort du à l'empilement. L'analyse des isothermes confirmera ou infirmera cette hypothèse.

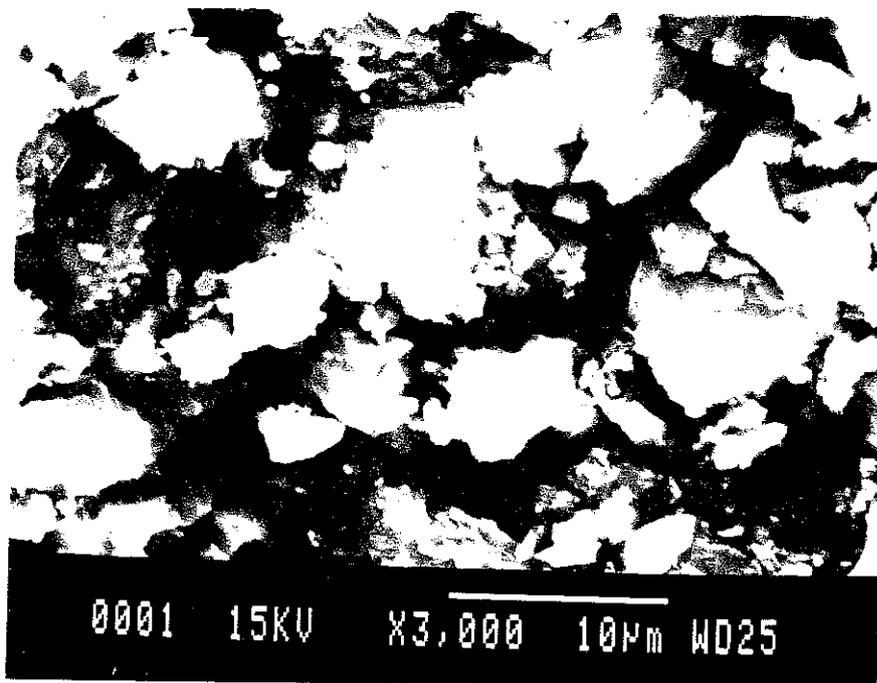
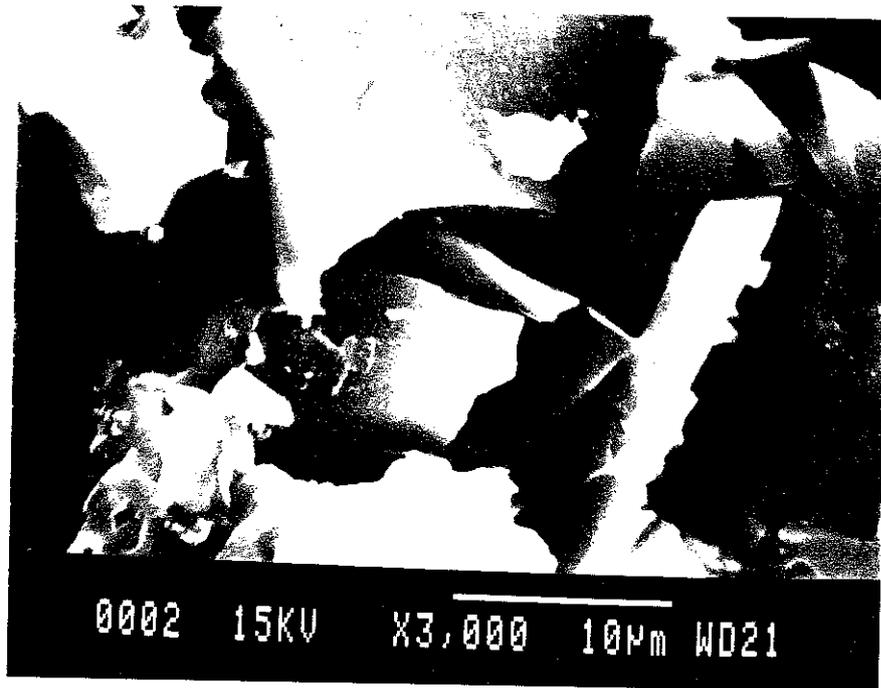


figure 8 : Aspect du charbon en grains (photo du haut)
et du charbon compacté (photo du bas)

2.2-Résultats et analyse

Les résultats obtenus avec le charbon compacté sont représentés sur la figure 9. Les gammes de température et de pression ont été étendues par rapport aux mesures précédentes.

Il s'agit des isothermes brutes, la seule correction apportée est celle due au tube de liaison (cf §.2.2). Nous utiliserons ce container comme compresseur froid, ces isothermes brutes sont donc importants puisqu'ils représente la capacité d'adsorption du futur compresseur.

Nous avons analysé ces résultats dans l'hypothèse d'un "maxi-grain", c'est à dire que tout l'hélium séjournant dans la cellule est supposé adsorbé. Cette corrélation s'est avérée peu satisfaisante. Les paramètres obtenus diffèrent de façon notable de ceux trouvés pour le charbon en grain.

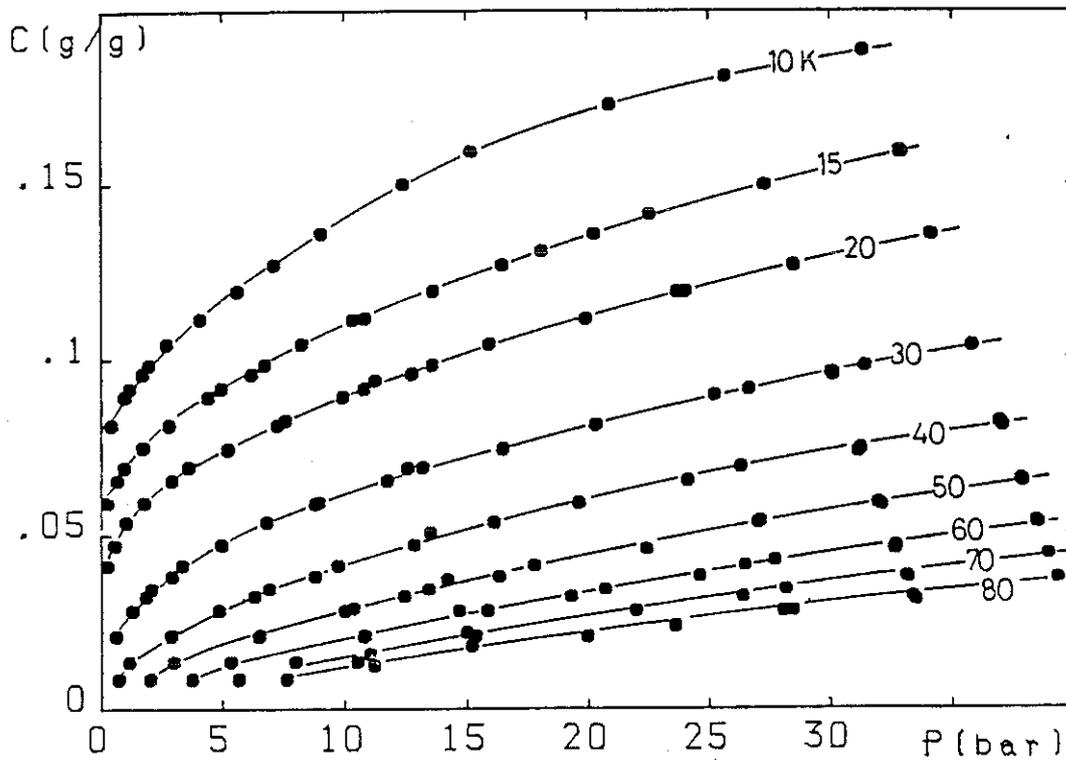


figure 9 : Isothermes brutes obtenus sur du charbon compacté

Nous avons tenté par ailleurs d'appliquer sur ces mesures la loi obtenue avec le charbon en grain en supposant l'existence d'un volume mort V_m dans la cellule.

Pour chaque point nous avons calculé la quantité:

$$V_m = \frac{(m_{exp} - m_c C)}{\rho} \quad (2.10)$$

où m_{exp} est la masse totale de gaz présente dans la cellule.

Cette analyse n'a pas donné une valeur fixe pour V_m comme on aurait pu s'y attendre, mais une collection de valeurs fortement dispersées.

Ces résultats nous ont donc conduit à modifier notre définition des quantités adsorbées.

Nous avons considéré lors de l'analyse des mesures précédentes que la quantité adsorbée correspondait au gaz présent dans les pores, micropores, mésopores et macropores confondus. On peut maintenant penser de façon raisonnable que les macropores ne participent pas à l'adsorption. Cependant n'ayant pas d'information concernant la répartition des pores dans notre charbon, nous avons déterminé cette distribution par approximations successives.

En utilisant les résultats expérimentaux sur le charbon compacté, nous avons tracés les courbes de $\ln C$ en fonction de $(RT/\beta)\ln P$ pour différents volumes morts. Nous avons recherché la "famille de meilleures droites", c'est à dire celle qui donnait le moins de dispersion sur la pente γ .

Le volume mort a ainsi été évalué à 5 cm^3 , soit 26% rapporté au volume de charbon. Si on conserve l'hypothèse d'un "maxi-grain", ce volume correspond donc au volume des macropores. Cette valeur paraît raisonnable car elle est proche de celle mesurée par (Yang, 1982). La corrélation obtenue est satisfaisante.

Alors réutilisant cette proportion de 26% de macropores dans nos premières mesures (charbon en grains) et en ajoutant cette contribution supplémentaire au volume ne participant pas à l'adsorption nous devrions obtenir les mêmes coefficients de corrélation, si l'hypothèse est vérifiée.

Ce volume, égal à 50.5% du volume de la cellule lors du premier traitement, passe maintenant à 63.5%. Les isothermes obtenus avec le charbon en grains sont à nouveau analysés avec ce volume mort. Les résultats sont reportés dans la table 2.

Table 2

	Vcellule cm ³	Vmort total % Vcellule	V ⁴ He non adsorbé % Vcellule	α	γ	A	B
Grains	26.5	87	63.5	0.71	0.11	5.87	-26.2
Compacté	18.25	72.5	26	0.75	0.11	5.78	-25.7

L'accord est remarquable puisque les écarts entre les coefficients de corrélation (α , γ , A et B) obtenus pour le charbon en grains et le compacté ne dépassent pas 2%.

Il semble que le compactage n'ait pas affecté la structure des mésopores et des micropores, siège privilégié de l'adsorption.

Nous avons reporté sur la figure 10 $\ln C$ en fonction de x/β pour l'ensemble des données expérimentales. La courbe obtenue est d'autant plus satisfaisante que nous avons maintenant un facteur 8 sur la température.

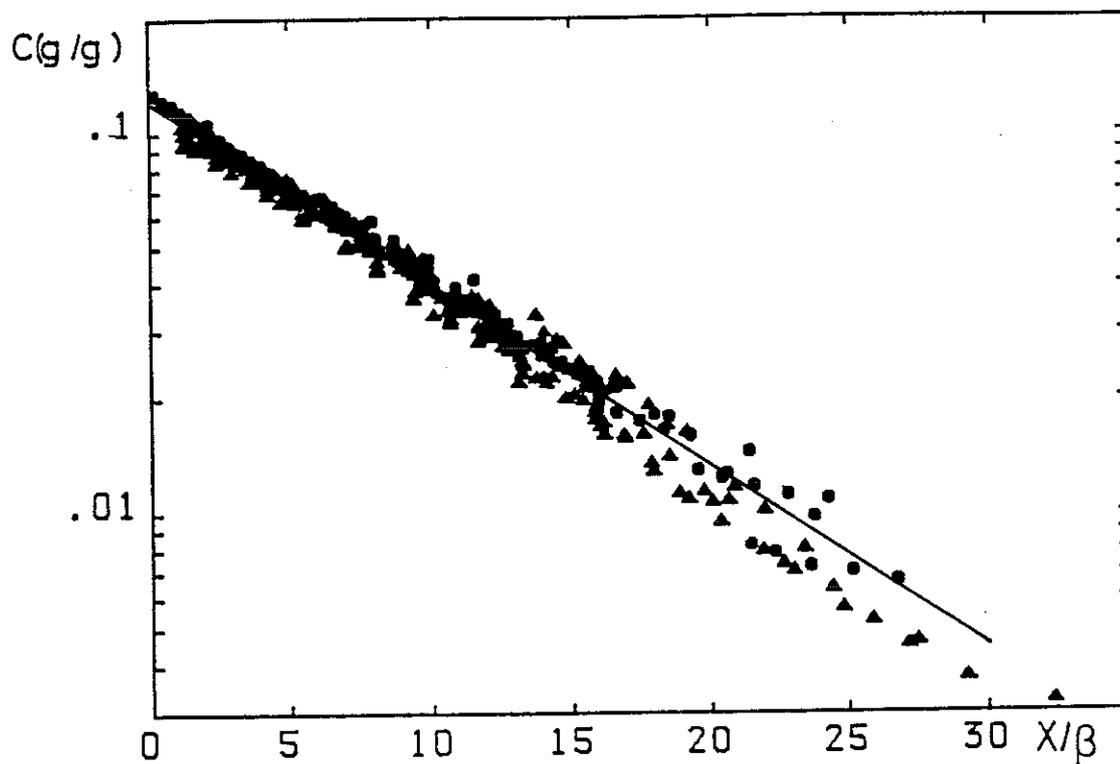


figure 10 : Corrélation générale regroupant les mesures effectuées sur les 2 types de charbon: Δ = grains, O = compacté

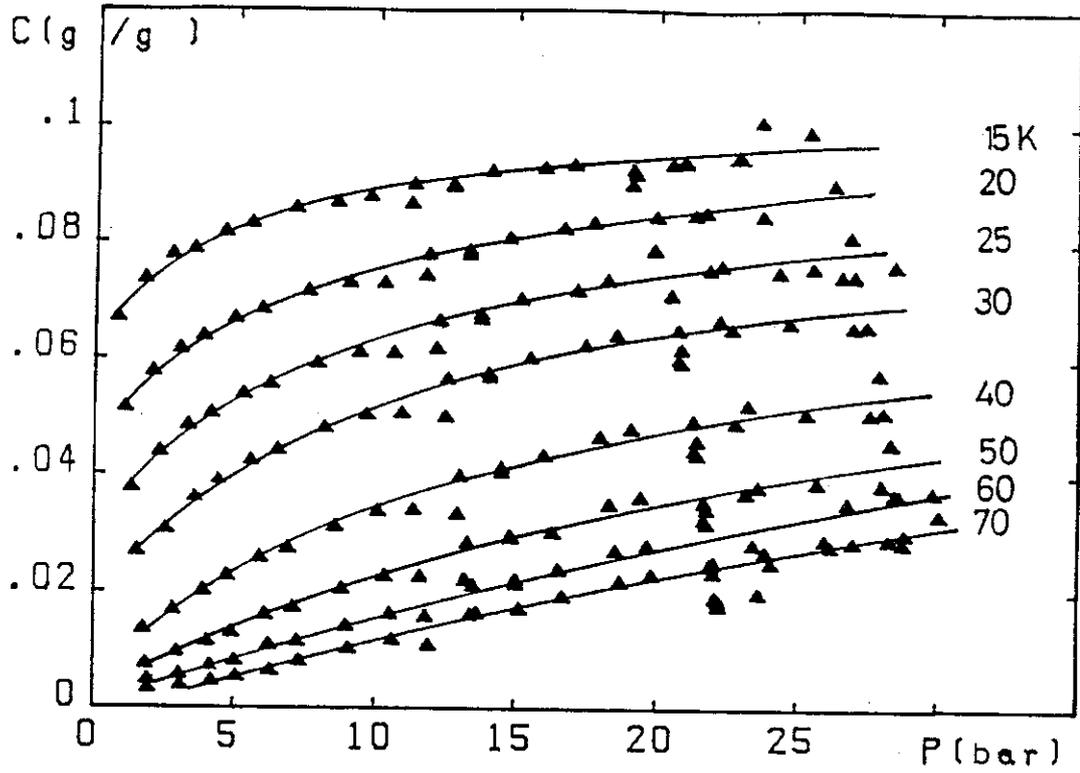


figure 11 : Isothermes d'adsorption définitifs pour le charbon en grains

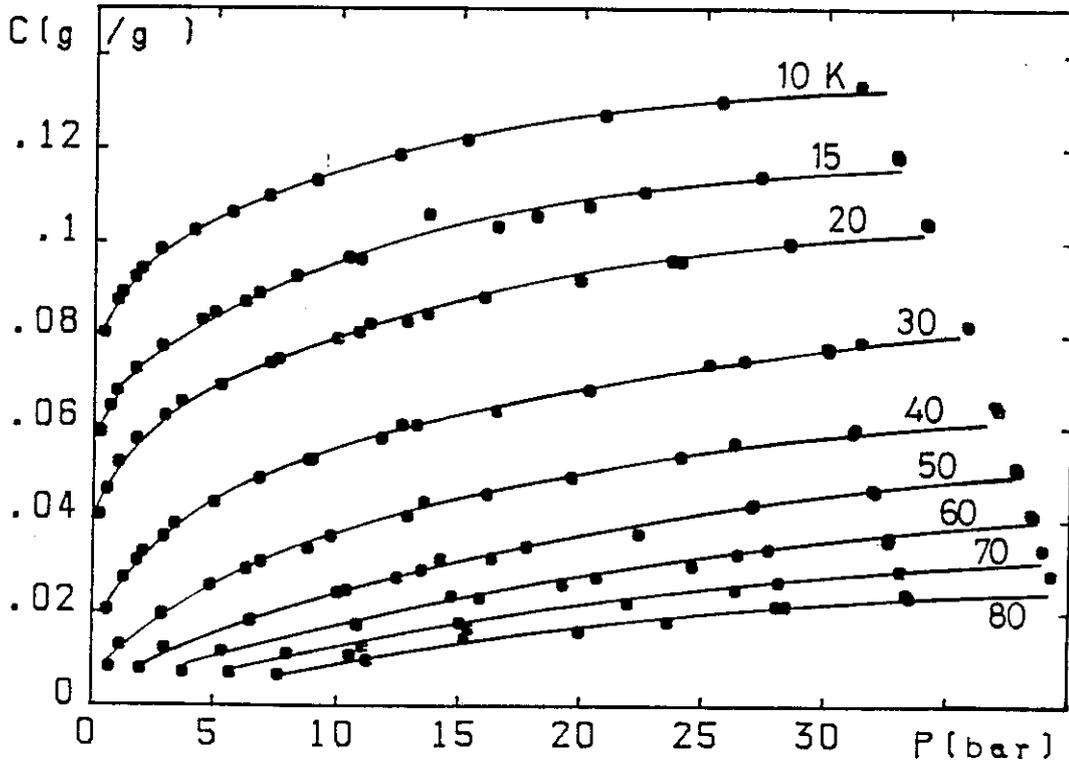


figure 12 : Isothermes d'adsorption définitifs pour le charbon compacté

Les figures 11 et 12 donnent les isothermes d'adsorption définitifs pour le charbon en grains et pour le charbon compacté.

3-CONCLUSION

Notre objectif était de vérifier la faisabilité d'un compresseur à adsorption et à cet égard les résultats obtenus sont satisfaisants.

Malgré une connaissance imprécise de la distribution de la taille de pores, nous avons pu corréler nos isothermes. L'analyse effectuée nous permet de prédire les quantités adsorbées sur des gammes de température et de pression étendues.

Il convient cependant de rester raisonnable et prudent. En effet pour le charbon en grains nous avons vu qu'une modification de 30% de la valeur du volume ne participant pas à l'adsorption, ne change pas la qualité de la corrélation. On conserve ainsi une certaine souplesse dans les définitions des différents volumes.

CHAPITRE 3
PUISSANCE SPECIFIQUE

INTRODUCTION

Afin de déterminer les conditions de fonctionnement optimales et les performances du cryoréfrigérateur Joule Thomson, nous avons établi le bilan thermodynamique du cycle et calculé sa puissance spécifique. Cette quantité exprime le nombre de watts qu'il faudra évacuer à l'étage froid de la machine de prérefroidissement par watt de puissance à 4.2K. Des calculs semblables ont été effectués plus sommairement par (Chan, 1981b, 1982, 1983).

Le principe d'un circuit Joule Thomson utilisant un compresseur à adsorption a été exposé au chapitre 1 § 2.4. On suppose que le compresseur est cyclé thermiquement entre une température froide T_1 et une température chaude T_3 , la figure 1 donne le schéma du cycle.

La température T_1 est obtenue grâce à une machine frigorifique annexe, par exemple un réfrigérateur à cycle de Gifford-Mc Mahon, la température T_3 pouvant être obtenu par contact avec une source à température plus élevée ou par effet joule.

1-CALCUL DE LA PUISSANCE SPECIFIQUE

La puissance spécifique, P_{spe} , est définie comme suit:

$$P_{spe} = \frac{\dot{Q}_C}{\dot{Q}_F} \quad (3.1)$$

où \dot{Q}_F représente la puissance frigorifique produite par la détente de Joule-Thomson et \dot{Q}_C la puissance à évacuer à T_1 , température au bout froid de la machine de prérefroidissement.

1.1-Expression de \dot{Q}_F

Nous avons vu dans le Chapitre 1 que \dot{Q}_F s'exprime en fonction du débit massique d'hélium \dot{m} et de l'écart enthalpique Δh au bout chaud de l'échangeur contre courant suivant:

$$Q_F = m\Delta h$$

(3.2)

Dans le calcul de la puissance spécifique il faudra contrôler la faisabilité des cycles envisagés, c'est à dire vérifier qu'il ne violent pas le second principe de la thermodynamique (Cf Chap1 § 2.2).

Afin d'exprimer le débit \dot{m} il faut préciser l'importance du volume mort. Le cycle 1-2-3-4 représenté figure 1 est un cycle idéal, il suppose que le container renfermant l'adsorbant n'offre aucun volume mort, c'est à dire aucun volume ne participant pas à l'adsorption.

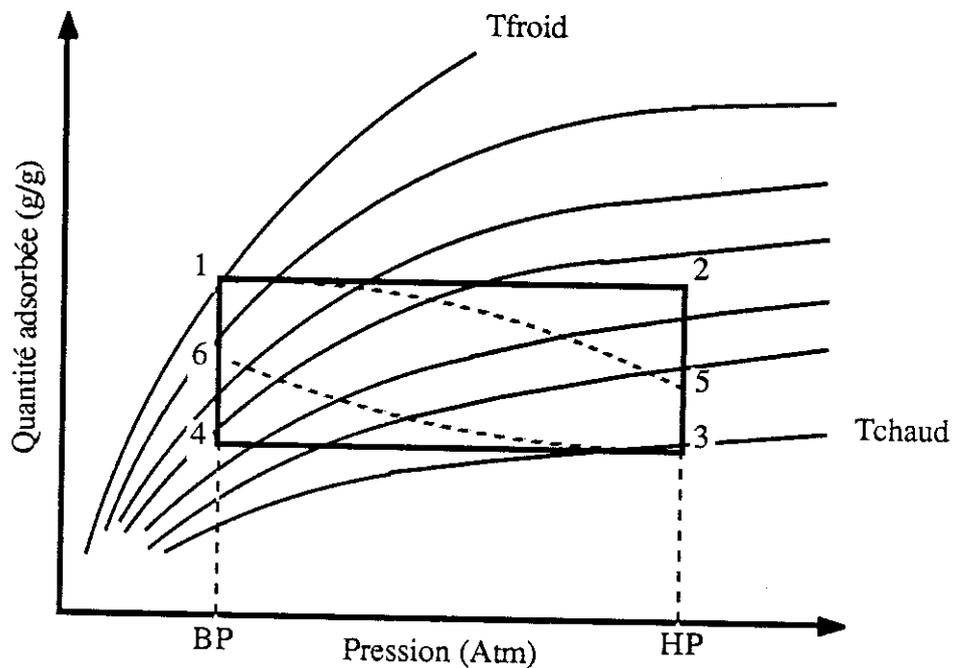


figure 1 : cycle de compression ——— : sans volume mort
 ----- : avec volume mort

En réalité un tel volume peut exister et est responsable d'une dégradation des performances puisqu'une partie du gaz séjournant dans celui-ci est alternativement comprimée puis détendue et ne participe pas au débit. Nous avons représenté sur la figure 1 un cycle (1-5-3-6) avec volume mort.

La phase 1-2 ne s'effectue plus à C constant, où C est la quantité d'hélium adsorbé en gramme par gramme de charbon, mais à C_{eff} constant, où C_{eff} prend en compte l'hélium contenu dans les volumes morts et est défini suivant:

$$C_{\text{eff}} = C + \frac{\rho \varepsilon V}{m_c} \quad (3.3)$$

où V est le volume du container, ρ la densité de l'Hélium gazeux aux pression et température considérées, ε le taux de vide et m_c la masse de charbon.

Connaissant la densité apparente du charbon, ρ_c , il vient:

$$C_{\text{eff}} = C + \frac{\rho \varepsilon}{(1 - \varepsilon) \rho_c} \quad (3.4)$$

Le débit massique du compresseur s'écrit alors:

$$\dot{m} = \frac{\Delta C_{\text{eff}} (5 - 3) m_c}{t} \quad (3.5)$$

où t est la durée du cycle. Soit pour \dot{Q}_F :

$$\dot{Q}_F = \frac{m_c \Delta C_{\text{eff}} (5 - 3) \Delta h}{t} \quad (3.6)$$

Le facteur t s'élimine dans le rapport \dot{Q}_C / \dot{Q}_F . Pour le calcul de \dot{Q}_C nous parlerons en énergie par cycle. Les durées de cycle possibles seront évoquées dans le paragraphe 3.

1.2-Expression de Q_C

L'énergie à évacuer à T_1 comporte plusieurs contributions qui peuvent se décomposer en trois termes principaux.

1.2.1-Chaleurs spécifiques

Le premier terme est relatif aux chaleurs spécifiques des différents constituants du système. Il faut en effet refroidir le container et son contenu: le charbon, l'hélium séjournant dans le volume mort ainsi que celui qui s'y trouve sous forme adsorbée. On suppose que la chaleur spécifique de la phase adsorbée est égale à celle de la phase

gazeuse, sensiblement constante et prise égale à 5.5 J.g^{-1} . Les numéros utilisés pour noter les différentes phases correspondent aux numéros figurants sur la figure 1.

Durant la phase 3-6 la masse totale d'hélium dans le compresseur ne varie pas, l'énergie à évacuer est:

$$m_c C_{\text{eff}}(3) c_p (T_3 - T_6) \quad (3.7)$$

où c_p est la chaleur spécifique massique de l'hélium.

Entre 6 et 1 le compresseur est en phase d'aspiration et par conséquent la quantité de gaz à refroidir augmente soit:

$$m_c c_p \int_{T_1}^{T_6} C_{\text{eff}} dT \quad (3.8)$$

Les chaleurs spécifiques massiques du charbon et du cuivre sont relativement bien décrites dans la gamme de température 10 K-100 K par les expressions suivantes:

$$\text{cuivre: } c_{\text{cu}} = 8.36 \times 10^{-7} T^3 \quad \text{charbon: } c_c = 14.63 \times 10^{-6} T^2 \quad (3.9)$$

où c_{cu} et c_c sont en J.g^{-1} .

L'énergie à fournir pour refroidir cet ensemble (cuivre + charbon) est:

$$m_c \int_{T_1}^{T_3} c_c dT + m_{\text{cu}} \int_{T_1}^{T_3} c_{\text{cu}} dT \quad (3.10)$$

où m_{cu} correspond à la masse de cuivre.

1.2.2-Chaleur d'adsorption

Le second terme est relatif à l'adsorption. Il s'agit en effet d'un processus exothermique, le dégagement de chaleur qui en résulte, appelée chaleur isostérique d'adsorption, s'obtient à partir des isothermes d'adsorption en utilisant l'expression:

$$L_i = -R \left(\frac{\partial \ln P}{\partial \left(\frac{1}{T} \right)} \right)_C \quad (3.11)$$

où L_i est la chaleur isostérique d'adsorption en $J.mole^{-1}$, R la constante des gaz parfaits, P et T la pression et la température.

Un rapide calcul montre que L_i s'écrit en fonction de C en utilisant la loi expérimentale obtenue dans le chapitre 2:

$$L_i = -BR - \frac{\beta}{\gamma} \ln \left(\frac{Cb}{M\alpha} \right) \quad (3.12)$$

où M est la masse molaire de l'hélium et B , β , γ , b et α sont les paramètres définis dans le chapitre 2.

Ce terme concerne les phases 3-6-1 et vaut:

$$\frac{m_c}{4} \int_{C_3}^{C_1} L_i dC \quad (3.13)$$

1.2.3-Prérefroidissement du gaz

La dernière contribution provient du prérefroidissement du gaz en sortie de compresseur. Lors de la phase de refoulement, le gaz est à une température supérieure à T_1 et il est nécessaire de le prérefroidir à la température T_1 avant de l'injecter dans l'échangeur à contre courant. Cette contribution s'écrit:

$$m_c \int_{C_{eff}^{(5)}}^{C_{eff}^{(3)}} (h_T - h_1) dC_{eff} \quad (3.14)$$

où h_T est l'enthalpie massique du gaz à T et sous la pression P_{HP} et h_1 l'enthalpie à T_1 sous la même pression.

Aux températures pratiques du cycle, l'hélium peut être considéré comme un gaz parfait, son enthalpie s'écrit: $dh = c_p dT$ soit en prenant la référence à 50K:

$$h_T = 276 + 5.5(T - 50) \text{ en J/g} \quad (3.15)$$

1.3-Expression de la puissance spécifique

La puissance spécifique, $P_{spé} = \dot{Q}_C / \dot{Q}_F$, s'écrit alors (3.16):

$$P_{spe} = \frac{\left(c_p C_{eff(3)}(T_3 - T_6) + c_p \int_{T_1}^{T_6} C_{eff} dT + \int_{T_1}^{T_3} \left(c_c + \frac{m_{cu}}{m_c} c_{cu} \right) dT + \frac{1}{4} \int_{C_3}^{C_1} L_i dC + \int_{C_{eff(5)}}^{C_{eff(3)}} (h_T - h_1) dC_{eff} \right)}{\Delta C_{eff(5-3)} \Delta h}$$

La quantité $C_{eff}(T) - C_{eff}(T_1)$ s'annule pour $T = T_5$. Cette quantité est donc calculée pour des températures T variant de T_2 à 100 K par pas de 0.5 K, et permet de déterminer T_5 . Les calculs de puissances spécifiques sont ensuite effectués pour des températures chaudes T_3 variant de T_5 à 100 K. Une méthode similaire permet de déterminer T_6 .

Afin de réduire le nombre de paramètres, on peut calculer le rapport m_{cu}/m_c . On suppose que l'on utilise un container cylindrique de hauteur l , d'épaisseur e et de diamètre ϕ . En utilisant les densités du cuivre et du charbon on peut ramener le rapport des masses à:

$$\frac{m_{cu}}{m_c} = \frac{2\rho_{cu}(2l + \phi)e}{\rho_c(1 - \epsilon)\phi l} \quad (3.17)$$

L'épaisseur optimale "e" est reliée à la pression maximale P_{HP} , au diamètre ϕ et à la charge à la rupture R_T par la relation (Conte, 1970):

$$e = \frac{P_{HP}\phi}{2R_T} \quad (3.18)$$

En admettant $2l \gg \phi$ le rapport s'écrit:

$$\frac{m_{cu}}{m_c} = \frac{2\rho_{cu}P_{HP}}{\rho_c R_T(1 - \varepsilon)} \quad (3.19)$$

Cette condition est un peu téméraire, mais nous verrons dans le paragraphe 2 que la contribution de ce terme (cuivre) à la puissance spécifique est faible.

Le report de (3.19) dans (3.16) montre que la puissance spécifique est indépendante de la masse de charbon.

L'objectif est de produire du froid à 4.2K, l'équilibre liquide-vapeur impose une valeur de basse pression égale à 1. atm. La puissance spécifique est ainsi fonction de ε , T_1 , T_3 , P_{HP} et E_c . E_c représente l'écart thermique au bout chaud de l'échangeur à contre courant entre le fluide basse pression et le fluide haute pression, et intervient dans le calcul de Δh .

Pour chaque jeu de paramètres choisis, nous devons vérifier que le second principe de la thermodynamique n'est pas violé.

Pour mener à bien ces calculs un programme Basic a été développé. Il utilise un fichier contenant 2176 valeurs correspondant à l'enthalpie et la densité de l'hélium 4 pour des pressions variants de 1 à 30 atmosphères et des températures variants de 4 à 25 Kelvins.

2-RESULTATS

Les résultats obtenus pour différentes valeurs de ces paramètres sont reportés sur les figures 2, 3, 4, 5.

Les calculs ont été effectués pour des taux de vide de 25 et 65 %, qui correspondent aux taux de vide obtenus respectivement avec le charbon compacté et le charbon en grain.

La puissance spécifique est représentée en fonction de T_3 , température maximum à laquelle on chauffe le compresseur. Nous nous sommes limitées dans les calculs à des températures de 100 K et des puissances spécifiques de 300 W/W. Les cycles qui violent le second principe de la thermodynamique n'apparaissent pas sur ces courbes.

Pour chaque cycle, y compris les cycles interdits, nous avons déterminé la puissance spécifique minimum et relevé la température T_3 correspondante (figures 6a, 6b et 7a, 7b). La région située à droite sous la courbe de violation du second principe est une région interdite (avec une seule détente JT, voir Chap.1 § 1.2).

On remarque que la puissance spécifique passe par un minimum et qu'il existe donc un choix optimum dans les conditions de fonctionnement.

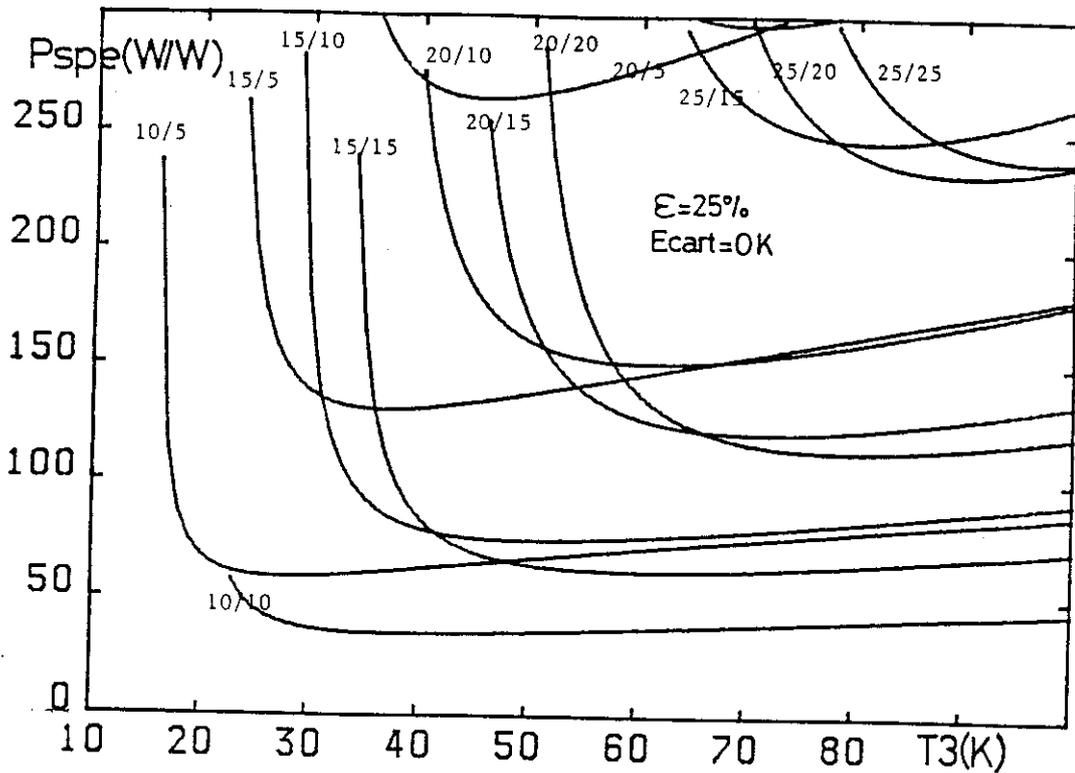


figure 2 : $P_{sp\epsilon}$ en fonction de la température maximum du compresseur, T_3 , pour $\epsilon=25\%$, $E_c=0$ K. (*/** : * représente la température T_1 , et ** la haute pression)

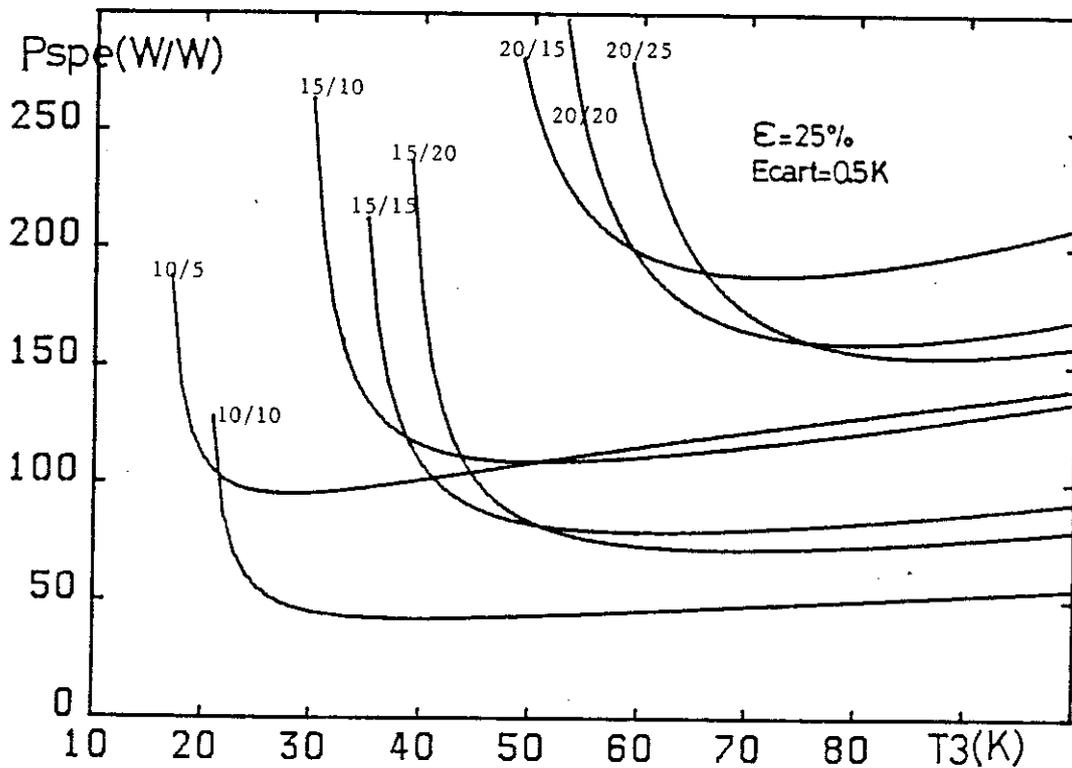


figure 3 : idem figure 2, mais $\epsilon=25\%$, $E_c=0.5$ K

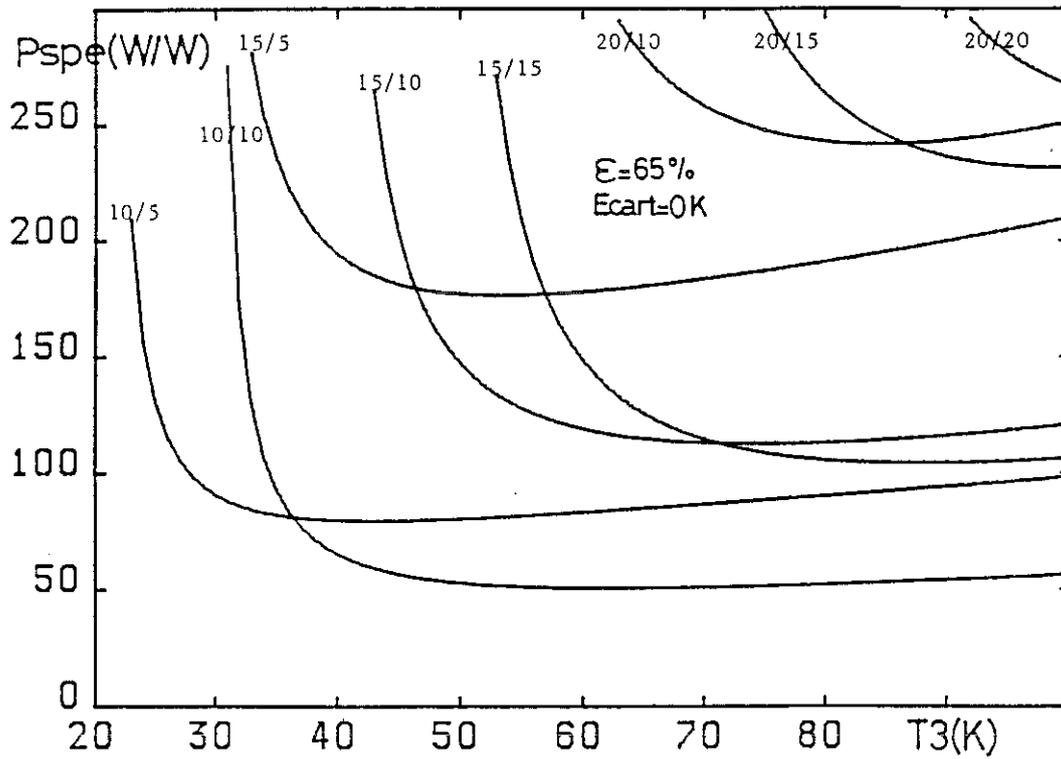


figure 4 : idem figure 2, mais $\epsilon = 65\%$, $E_c = 0 K$

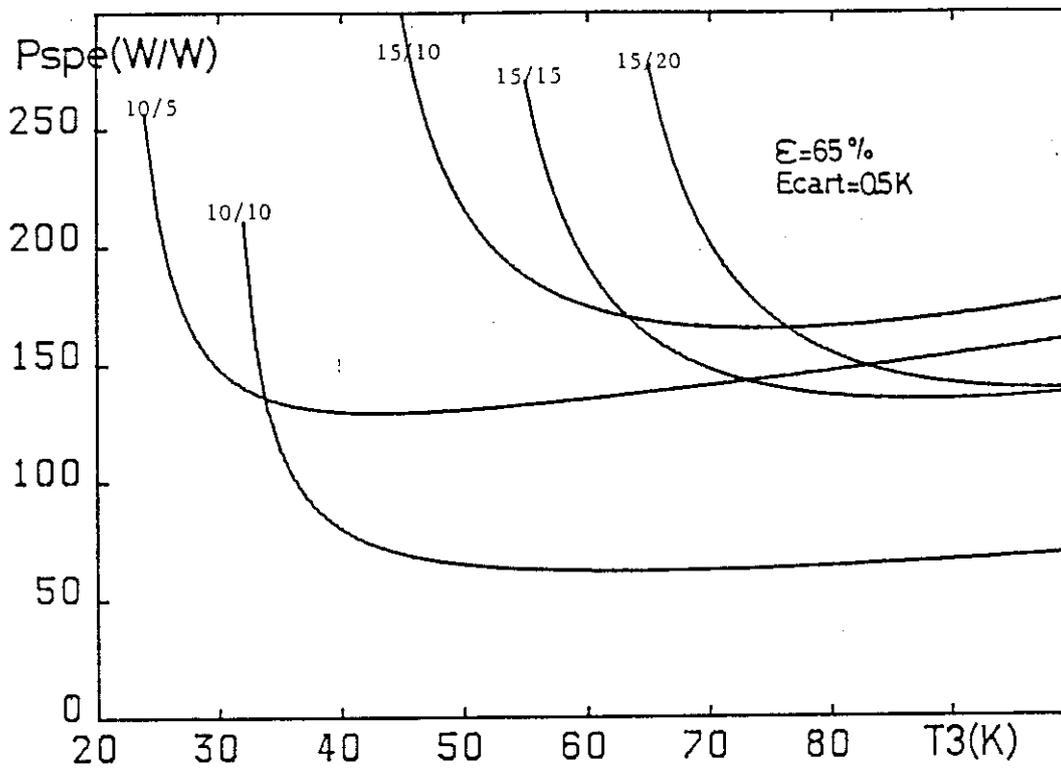


figure 5 : idem figure 2, mais $\epsilon = 65\%$, $E_c = 0.5 K$

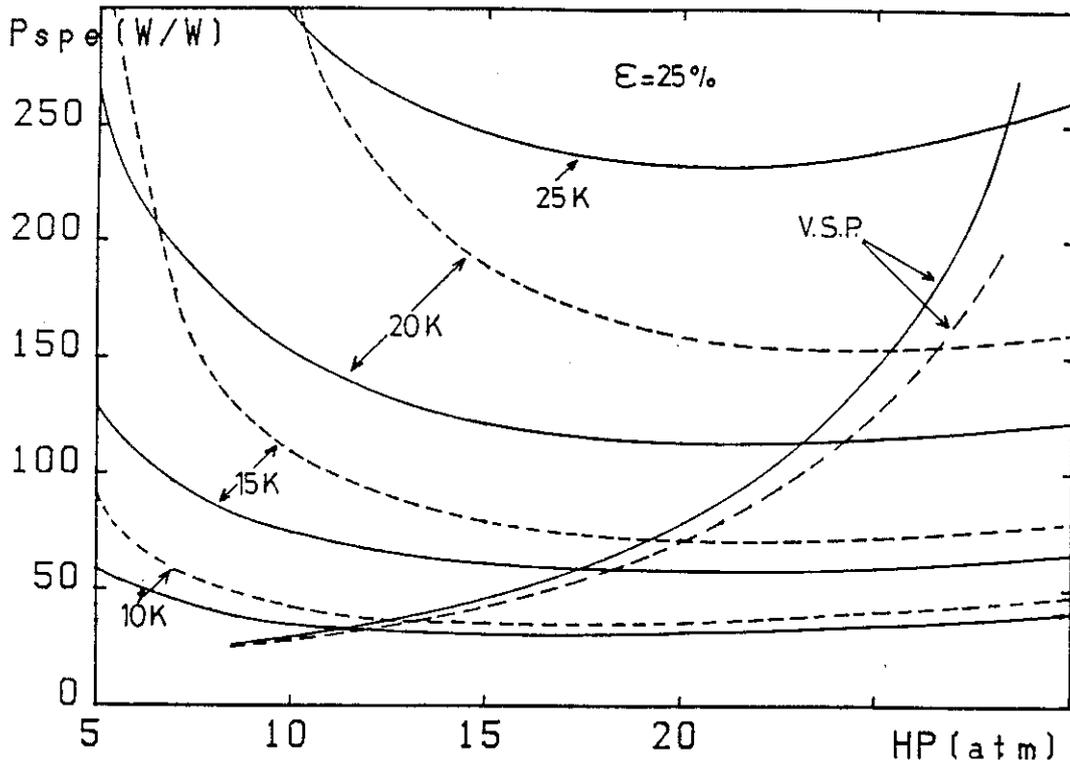


figure 6 a : P_{spe} en fonction de la haute pression pour différentes températures de prérefroidissement, avec $\epsilon=25\%$, courbes en traits pleins : $E_c=0 K$, courbes en pointillées : $E_c=0.5 K$. (V.S.P signifie violation du second principe)

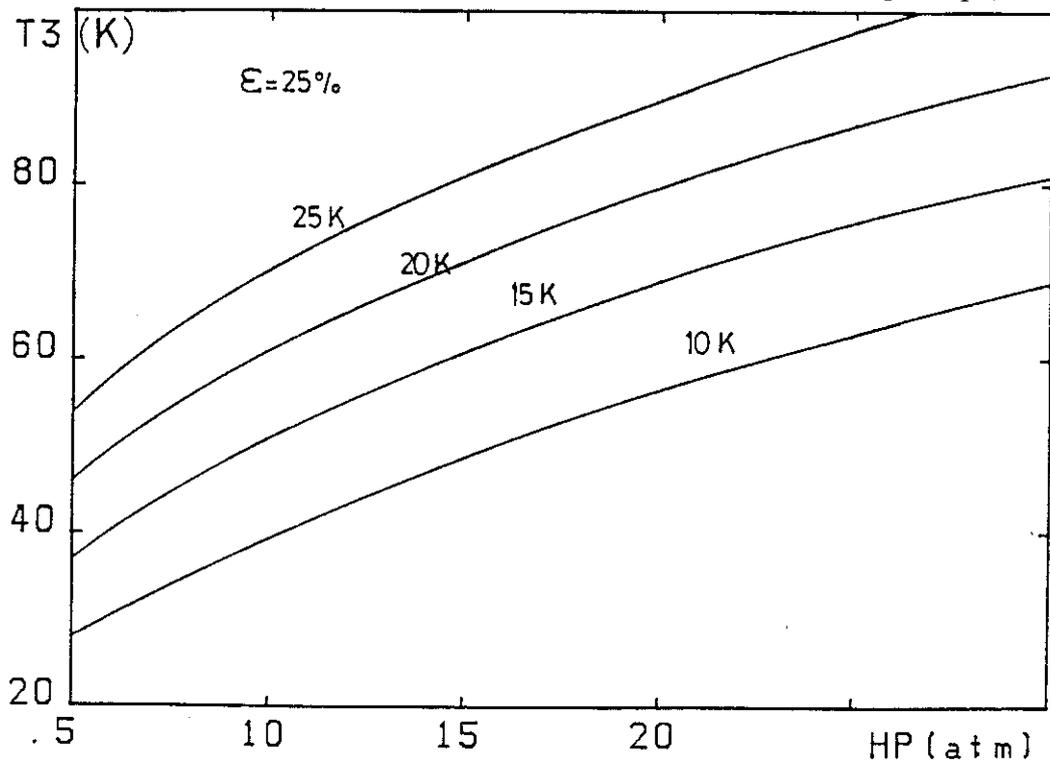


figure 6 b : Température chaude T_3 correspondant à la figure 6 a

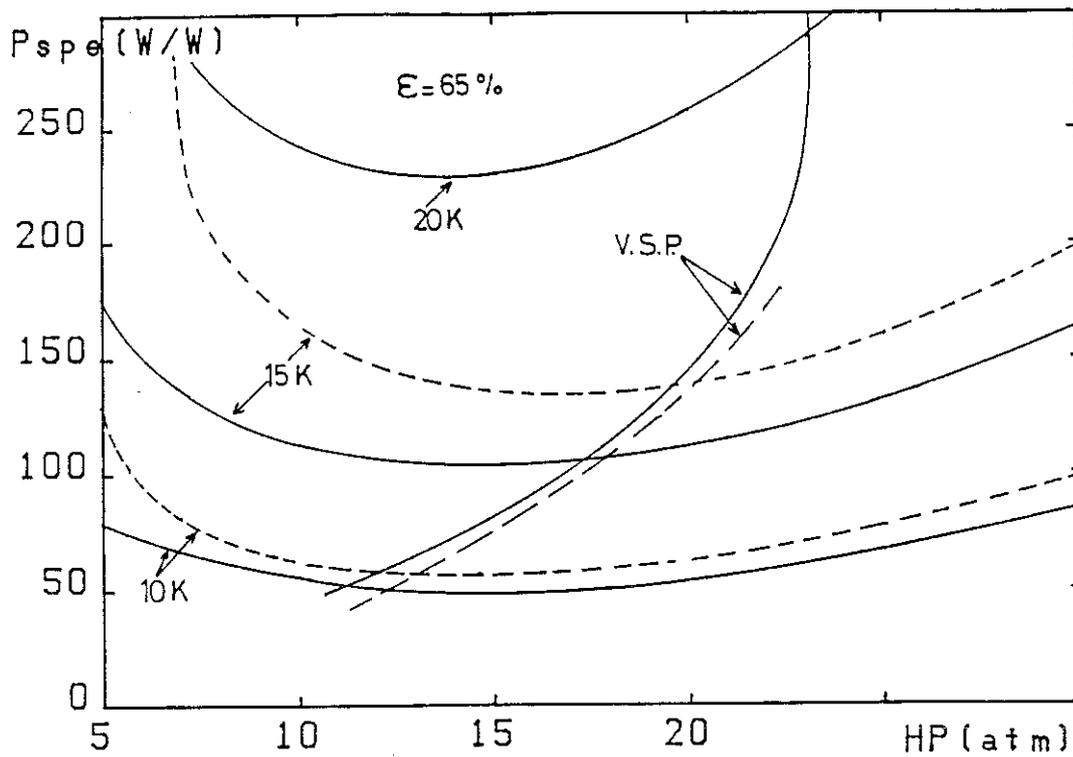


figure 7 a : Courbes équivalentes à celles de la figure 6 a, mais pour $\epsilon=65\%$

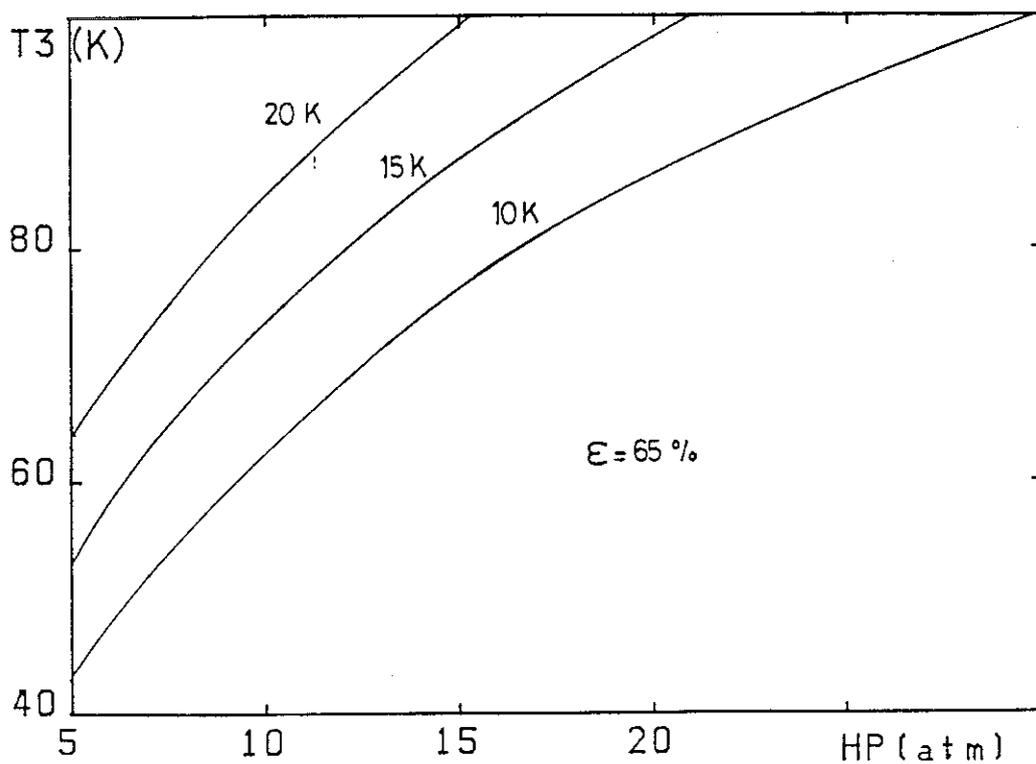


figure 7 b : Température chaude T_3 correspondant à la figure 7 a

Le cycle est d'autant plus performant que la température de prérefroidissement T_1 et le taux de vide ϵ sont faibles. Le gain obtenu sur la puissance spécifique en compactant le charbon est appréciable, à 15 K et 15 atmosphères on améliore les performances de plus de 40%.

L'optimum en pression se situe aux environs de 20 atmosphères. Ceci est prévisible à la forme des isenthalpes dans le diagramme T-S (cf Chap 1, § 2.1, figure 2). L'analyse de ceux-ci montre qu'une haute pression trop élevée donne un point de fonctionnement initial en dehors de la courbe d'inversion. Aussi les premières phases de la détente conduisent à un réchauffement du gaz.

Il faut noter que nous n'avons pas tenu compte jusqu'ici de la cinétique du processus. On remarquera qu'une haute pression de 15 atmosphères indique une puissance spécifique un peu plus élevée que pour 20 atmosphères, mais par contre une température T_3 plus faible. Cette température T_3 plus faible se traduira par un cycle plus court et donc plus performant. Le problème de la cinétique sera évoqué dans le paragraphe 3.

Les figures 6b et 7b donnent la température chaude T_3 correspondant au minimum de la puissance spécifique. Toutefois si on se reporte aux figures 2, 3, 4 et 5 on constate que ce minimum n'est pas très prononcé. Si on considère les conditions $\epsilon=25\%$, $E_c=0K$, $T_1=15K$ et $P_{HP}=15$ atm, la puissance spécifique est minimale (60 W/W) pour $T_3=60K$, alors qu'une température T_3 de 50K donne une puissance spécifique de 65 W/W. Si on tient compte de la cinétique on gagnera sans doute plus à travailler à 50K plutôt qu'à 60K.

Pour un jeu de paramètres donné ($\epsilon=25\%$, $P_{HP}=15$ atm, $T_1=15K$, $E_c=0K$) nous avons reporté sur la figure 8 les contributions des différents termes à l'énergie Q_C pour un gramme de charbon. Le terme tenant compte de la masse de cuivre est affecté du rapport m_{cu}/m_c optimisé (formule 3.19). La puissance spécifique est essentiellement gouvernée par le terme du à l'hélium (phase adsorbée + phase gazeuse), le terme du à la chaleur isostérique d'adsorption et le terme de prérefroidissement du gaz en sortie de compresseur.

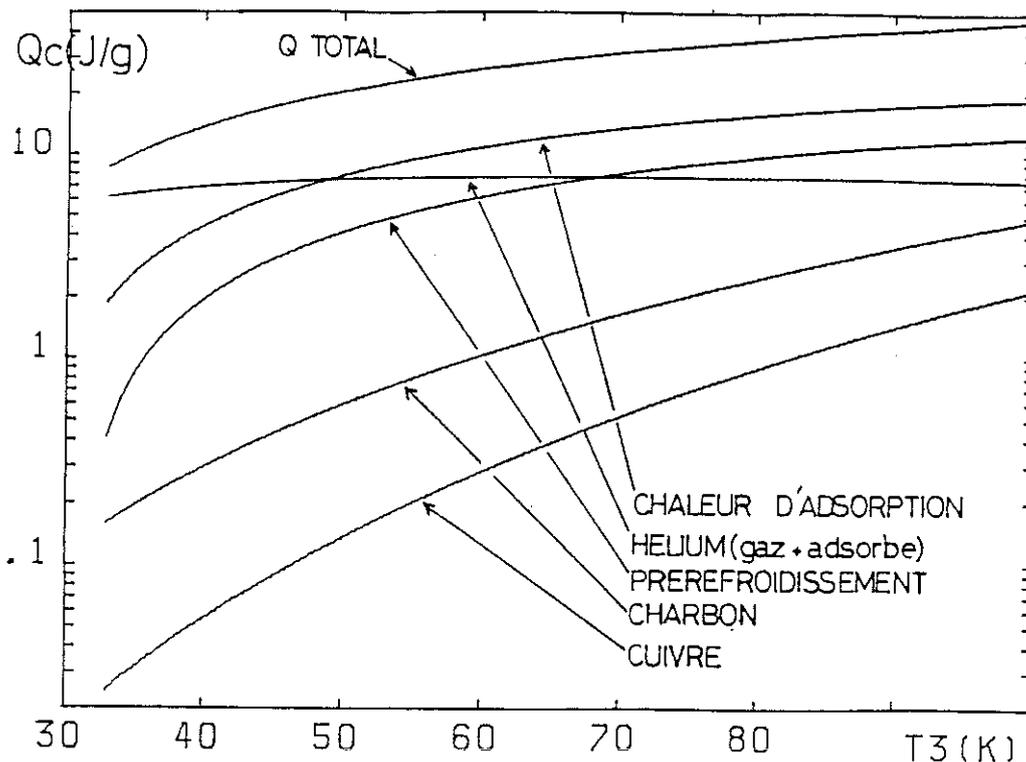


figure 8 : Contribution des différents termes à l'énergie Q_C

On peut avoir une idée de la puissance frigorifique maximum que l'on peut espérer obtenir à 4.2K, en utilisant les courbes de puissances du réfrigérateur GM. Les performances de celui ci ont été déterminé dans le chapitre 1. Sans charge sur le premier étage, la puissance P_2 sur le second en fonction de sa température peut être décrite par la loi:

$$P_2 = - 0.0177 T^2 + 1.14 T - 8.488 \quad (P_2 \text{ en Watts}) \quad (3.20)$$

Cette puissance représente la charge thermique \dot{Q}_C que le réfrigérateur GM est susceptible d'évacuer à la température T . Dans le meilleur des cas le compresseur à adsorption pourra être cyclé entre une température chaude T_3 et la température du bout froid de la machine GM. En substituant cette équation dans l'équation (3.16), on obtient la puissance frigorifique à 4.2 K (figure 9).

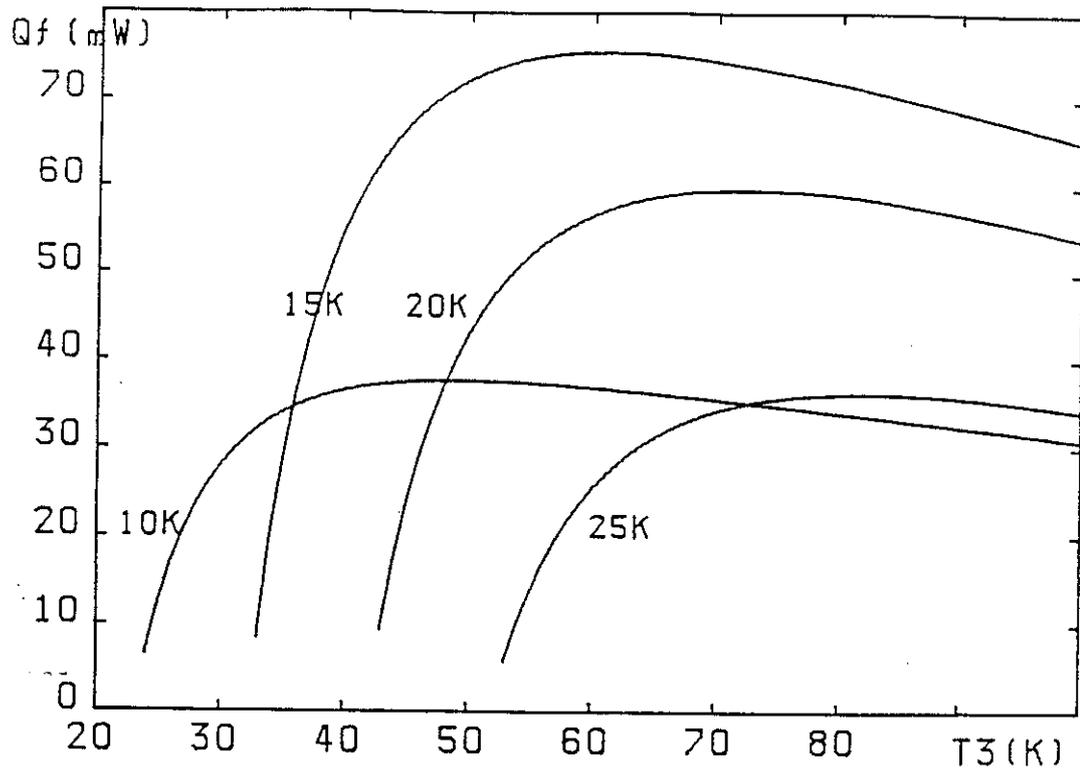


figure 2 : \dot{Q}_F accessible en fonction de T_3 , compte tenu des performances du réfrigérateur GM

Nous insistons sur le fait qu'il s'agit de la puissance frigorifique maximum accessible compte tenu des performances du réfrigérateur à cycle de Gifford-Mc Mahon. Nous verrons dans le paragraphe 3 si une telle puissance est effectivement accessible. En particulier si on utilise un seul compresseur à adsorption, peut on le cycler suffisamment vite ?

On constate qu'il vaut mieux travailler à 15 K plutôt qu'à 10 K où pourtant le coefficient de performance est meilleur. Ceci est dû au fait que le réfrigérateur GM n'a pratiquement pas de puissance à 10 K.

Le tableau ci-dessous résume les conditions optimales de fonctionnement.

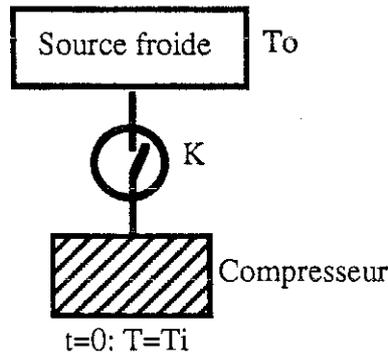
Haute pression	T prérefroidissement	T maxi compresseur	P spécifique	P froide
atm	K	K	W/W	mW
15	15	60	60	75

3-ETUDE DE LA CINETIQUE DU CYCLE

Nous avons déterminé les puissances à évacuer sur l'étage froid du réfrigérateur GM, nous connaissons également les performances de ce dernier. Ces deux informations nous ont permis de définir une borne supérieure pour la puissance frigorifique à 4.2 K. Dans les conditions optimales elle est de l'ordre de 75 mW. Encore faut il qu'elle soit réalisable; en particulier nous ne connaissons pas la durée du cycle. Un modèle simple permet d'en obtenir un ordre de grandeur.

On suppose que le compresseur est couplé thermiquement au réfrigérateur GM, à la température T_0 , par un interrupteur thermique de conductivité K (W/K) en position fermée. Initialement le compresseur est à la température T_i . La figure ci-après illustre ce dispositif.

Le compresseur est supposé en cuivre. L'objectif est de calculer le temps t au bout duquel le compresseur aura atteint la température T .



Le bilan thermique établi sur le système donne:

$$m_{cu}c_{cu}dT + m_c c_c dT + m_g c_p dT = -K(T - T_0)dt \quad (3.21)$$

où m_{cu} , m_c , c_{cu} , c_c , c_p sont les grandeurs définies précédemment et m_g est la masse de gaz.

Afin de simplifier le calcul nous supposons que la masse de gaz dans le compresseur est maximale (point 1): $m_g = m_c C_{eff}(1)$

En utilisant le rapport m_{cu}/m_c calculé au paragraphe 1 4, ainsi que les chaleurs spécifiques du cuivre et du charbon, on peut montrer que le rapport t/m_c s'écrit:

$$\frac{t}{m_c} = -\frac{1}{K} \int_{T_1}^T \left(\frac{1.67 \times 10^{-6} \rho_{cu} P_{HP} T^3}{\rho_c R_T (1 - \epsilon)(T - T_0)} + \frac{14.63 \times 10^{-6} T^2}{T - T_0} + \frac{c_p C_{eff}(1)}{T - T_0} \right) dT \quad (3.22)$$

En substituant ce rapport t/m_c dans l'équation (3.6) et en supposant que ce temps calculé correspond à la moitié du cycle, on obtient la puissance frigorifique \dot{Q}_F . Les calculs ont été effectués pour les conditions suivantes:

- haute pression de 15 atmosphères
- Température $T_0=15$ K
- Taux de vide de 25 %

Ces valeurs correspondent aux valeurs optimales calculées précédemment. En ce qui concerne K , nous avons utilisé la valeur expérimentale obtenue sur notre interrupteur thermique: $K=0.45$ W/K (cf Chap 4 § 1.4). La puissance frigorifique \dot{Q}_F a été calculée en fonction de T_3 (température max. du compresseur) dans la limite de 100 K et pour des températures finales T_1 de 15.1, 16 et 20 K (refroidir le compresseur à la température de la source froide 15 K nécessite théoriquement un temps infini).

Les résultats sont présentés sur la figure 10.

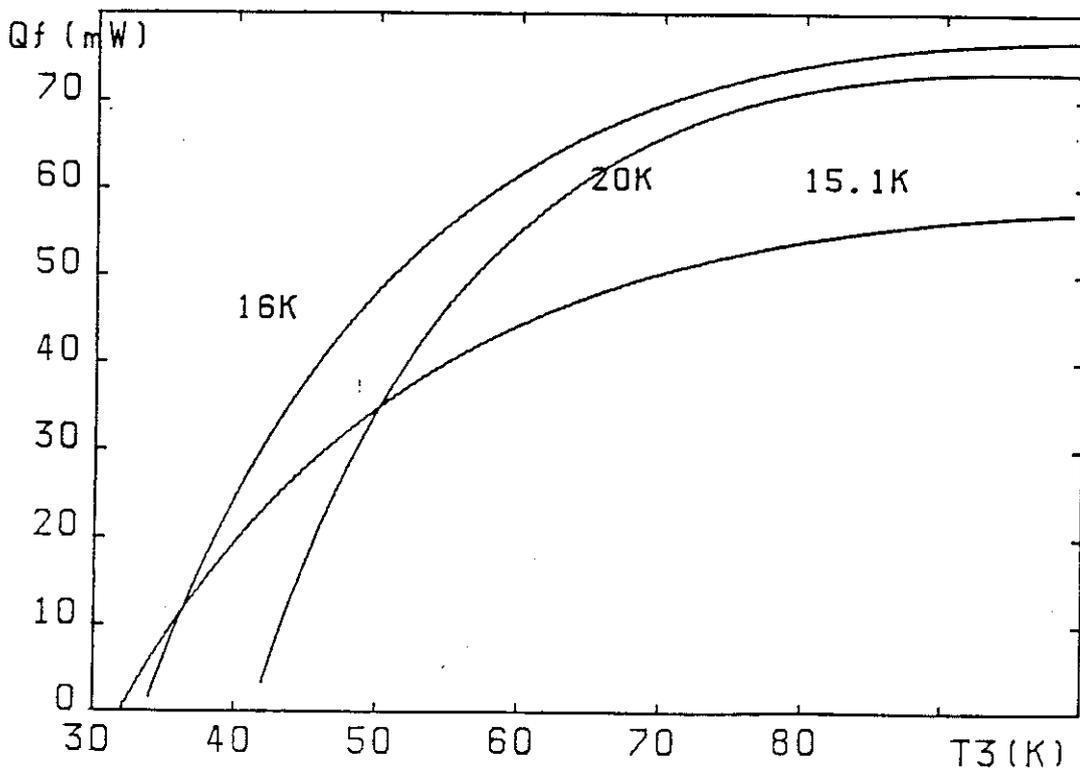


figure 10 : \dot{Q}_F en fonction de T_3 , compte tenu des durées de cycles possibles

Ces courbes sont intéressantes car elles donnent la puissance frigorifique à 4.2 K pour les températures extrêmes du cycles T_1 et T_3 . On constate qu'il existe un autre optimum de fonctionnement. Une température T_1 de 20 K diminue la durée du cycle, mais diminue également l'écart enthalpique et le ΔC_{eff} et par conséquent la puissance frigorifique à 4.2 K. Par contre une température proche de la température de la source froide augmente la durée du cycle et détériore les performances.

On notera que l'interrupteur est bien dimensionné pour notre système puisque la limitation en puissance qu'il impose correspond à peu de choses près à la puissance frigorifique maximum accessible.

4-CONCLUSION

Les calculs précédents confirment la faisabilité d'un cycle Joule Thomson utilisant un compresseur à adsorption. Les puissances requises sont raisonnables. Pour un taux de vide de 25%, une haute pression de 15 atmosphères et un écart au bout chaud de l'échangeur de 0 K, si on dispose d'une source froide à 15 K il faut évacuer 6 Watts pour 100 mW de puissance frigorifique. Pour une source froide à 10 K cette quantité se réduit à 3 Watts.

Les performances du cycle peuvent être améliorées en utilisant plusieurs compresseurs. Quatre compresseurs permettraient d'obtenir un débit sensiblement constant (un en phase de refoulement en permanence). Chan (1984b) utilise 16 compresseurs et un interrupteur thermique pour 4 compresseurs. Ainsi chaque phase est couverte par 4 compresseurs en permanence. De plus si ceux ci peuvent être couplés et découplés thermiquement, on peut utiliser la chaleur de l'un pour chauffer l'autre et réduire la puissance à fournir (Chan, 1982).

CHAPITRE 4
REALISATION ET RESULTATS

INTRODUCTION

Nous disposons maintenant de tous les éléments permettant de dimensionner le cryoréfrigérateur Joule-Thomson. En particulier nous connaissons les puissances à évacuer sur le bout froid du réfrigérateur GM par le biais de l'interrupteur thermique. Le dimensionnement de cet interrupteur, sa réalisation et les résultats expérimentaux obtenus font l'objet du paragraphe suivant.

Un autre élément important dans la conception de ce système est l'échangeur contre courant, le paragraphe 2 présente un calcul type d'échangeur. En guise de compresseur, nous avons utilisé le container réalisé pour les mesures d'adsorption sur le charbon compacté. Sa description a été donné dans le chapitre 2 § 3.1.

Chaque partie a été réalisée puis testée de façon indépendante, ce qui permet de séparer les problèmes. En cas de fonctionnement satisfaisant les éléments sont ensuite assemblés.

Nous terminerons en exposant les résultats obtenus.

1-INTERRUPTEUR THERMIQUE

1.1-Introduction

L'interrupteur thermique décrit ici opère dans une gamme de températures comprises entre 10 et 70 K, et a été conçu pour coupler et découpler alternativement un compresseur à adsorption à l'étage froid d'un cryoréfrigérateur à cycle de Gifford-Mc Mahon. Il doit être capable de transférer des puissances de l'ordre de 1 Watt par Kelvin d'écart entre parois.

Des interrupteurs thermiques basés sur divers processus physiques ont été développés dans le passé; citons à titre d'exemple les interrupteurs mécaniques et supraconducteurs (Engels, 1972) (Siegwarth, 1976). Cependant ces solutions s'avèrent soit d'un encombrement et d'une complexité prohibitifs, soit peu efficaces pour la gamme de température considérée.

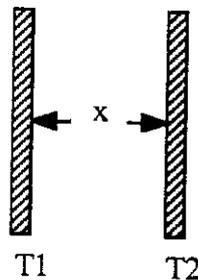
Notre choix s'est porté sur l'utilisation d'un interrupteur à gaz d'échange: les positions ouverte ou fermée sont obtenues par l'absence ou la présence de gaz ^4He à l'intérieur d'un espace séparant la partie chaude de la partie froide.

Un certain nombre d'auteurs ont développé des systèmes similaires et on peut citer (Gifford, 1970), (Bywaters, 1973), (Nast, 1982), (Hilberath, 1983), (Torre, 1984).

Afin de permettre des temps de basculements relativement courts, la gestion du gaz est assurée par une micropompe à adsorption.

1.2-Principe

La conduction thermique dans les gaz s'effectue par deux modes bien définis (Conte, 1970). La dimension physique utilisée pour caractériser ces régimes est le libre parcours moyen λ . Supposons un gaz séjournant entre deux parois, notons T_1 et T_2 les températures de ces parois ($T_1 > T_2$) et x la distance inter-paroi.



Si λ est très inférieur à x , nous sommes dans un régime de conduction classique: le transfert de chaleur est indépendant de la pression et est gouverné par l'équation de Fourier:

$$\dot{Q} = -kS \text{grad}T \quad (4.1)$$

où \dot{Q} est la quantité de chaleur transférée par seconde entre les deux parois, k la conductivité thermique du gaz, S l'aire des parois et T la température.

Si λ est très supérieur à x , nous sommes dans un régime de conduction moléculaire: le transfert de chaleur dépend alors de la quantité de gaz séjournant entre les deux parois et est donc proportionnel à la pression P :

$$\dot{Q} = \theta \delta S P (T_1 - T_2) \quad (4.2)$$

où θ est un facteur numérique égal à $0.028 \text{ W.cm}^{-2}.\text{mmHg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour l'hélium, P est en mm de Hg et δ est le coefficient d'accommodation défini par (Corrucini, 1957):

$$\delta = \frac{\delta_1 \delta_2}{\delta_2 + \delta_1 (1 - \delta_2) \frac{S_1}{S_2}} \quad (4.3)$$

Pour l'hélium on peut prendre pour δ_i :

$$\delta_i = 0.0306.(\ln T)^2 - 0.38.\ln T + 1.46 \quad (4.4)$$

Dans le cadre de la réalisation d'un interrupteur thermique, un bon échange entre parois sera obtenu en conduction classique: celui-ci est d'autant meilleur que la surface S est grande et l'espace x faible. Par contre pour limiter l'échange, les remarques précédentes montrent qu'il faut imposer un régime de conduction moléculaire avec une pression aussi faible que possible.

Il ressort de ces considérations que l'interrupteur doit présenter une surface d'échange importante, un espace entre parois réduit et que la variation de pression à l'intérieur de celui-ci doit couvrir plusieurs ordres de grandeurs, ce qui est effectivement possible avec les charbons actifs.

1.3-Dimensionnement et réalisation

1.3.1-Géométrie et caractéristiques techniques

La géométrie choisie est représentée sur la figure 1.

Il s'agit de deux cylindres de cuivre concentriques imbriqués l'un dans l'autre et séparés par un espace annulaire de 100 microns. La tenue mécanique de l'ensemble est assurée par une enveloppe en inox de 25.5x26 mm qui offre une bonne résistance (Verdier, 1986) et une faible conduction thermique. Les pièces sont assemblées par brasure.

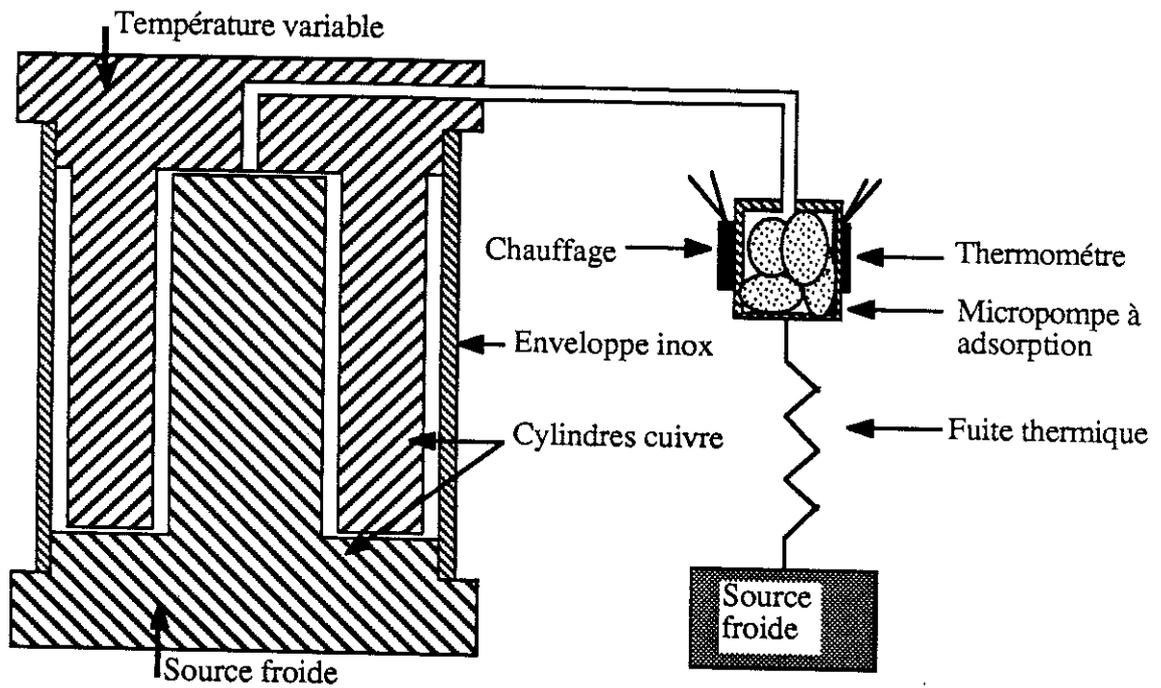
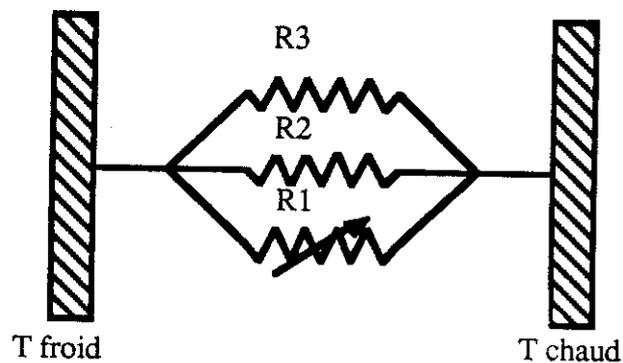


figure 1 : Schéma de l'interrupteur thermique

Par analogie avec la loi d'ohm on peut définir la résistance thermique égale au rapport de l'écart de température à la puissance échangée:

$$R_{th} = \frac{T_1 - T_2}{\dot{Q}} \quad (4.5)$$

La résistance thermique équivalente de l'interrupteur est représentée ci dessous.



Les différentes contributions sont les suivantes:

R_1 : position "fermé" "ouvert"

R_2 : couplage radiatif entre les cylindres

R_3 : enveloppe inox.

La résistance totale équivalente est:

$$R = \frac{R_1 R_2 R_3}{R_1 R_3 + R_1 R_2 + R_2 R_3} \quad (4.6)$$

En admettant les inégalités suivantes:

$$R_{1f} \ll R_3 < R_{1o} \ll R_2$$

où R_{1o} et R_{1f} correspondent respectivement aux positions ouvert et fermé, on montre que le rapport de conduction ouvert/fermé vaut:

$$\frac{R_{\text{ouvert}}}{R_{\text{fermé}}} = \frac{R_{1o} R_3}{(R_{1o} + R_3) R_{1f}} \quad (4.7)$$

Afin d'évaluer les performances de l'interrupteur, nous supposons que ses extrémités sont portées à 20 et 70 K et que la pression à l'intérieur peut varier de 0.001 à 1 mm de Hg. Nous avons reporté sur la figure 2 la puissance transférée en régime moléculaire en fonction de la pression entre deux surfaces comparables portée à des températures de 20 et 70 K.

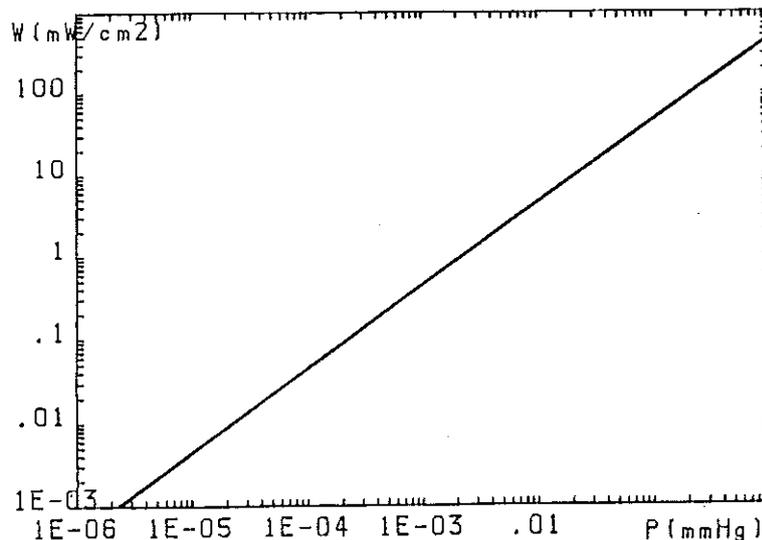


figure 2 : Puissance échangée en conduction moléculaire en fonction de la pression, entre deux surfaces égales à des températures de 20 et 70 K

Le libre parcours moyen de ^4He sous 0.001 mm de Hg vaut 0.7 cm à 20 K et environ 3 cm à 70 K (Testard, 1966). Nous nous trouvons donc dans un régime de conduction moléculaire, la puissance transférée est de l'ordre de 1 mW.cm^{-2} . Le libre parcours moyen est inversement proportionnel à la pression, pour 1 mm de Hg les valeurs précédentes sont donc divisées par un facteur 1000 et on passe en conduction classique ($\lambda \gg x$). La conductivité thermique de l'hélium est prise égale à $0.4 \text{ mW.cm}^{-1}\text{.K}^{-1}$, la puissance échangée vaut: $\dot{Q}/S = 2 \text{ W.cm}^{-2}$.

Les dimensions choisies pour l'interrupteur offrent 19 cm^2 pour chacune des surfaces en regard. Les résistances thermiques en position fermé et ouvert valent alors respectivement:

$$R_{1f} = 1.32 \text{ K/W}$$

$$R_{1o} = 2631 \text{ K/W}$$

La conduction au travers de l'enveloppe inox donne:

$$R_3 = 292 \text{ K/W}$$

La puissance échangée par rayonnement est:

$$\dot{Q}_R = F\sigma(T_1^4 - T_2^4)S \quad (4.8)$$

où σ est la constante de Stefan: $\sigma = 5.72 \cdot 10^{-8} \text{ W.m}^{-2}\text{.K}^{-4}$ et F le facteur mutuel d'absorption (Bouvenot, 1981). Dans le cas où l'une des surfaces enveloppe complètement l'autre, le facteur mutuel d'absorption est défini suivant:

$$\frac{1}{F} = \frac{1}{a_1} + \frac{S_1}{S_2} \left(\frac{1}{a_2} - 1 \right) \quad (S_1 \leq S_2) \quad (4.9)$$

où a_1 et a_2 sont les coefficients d'absorption. Les cylindres de cuivre n'ont subies aucun traitement particulier et nous prendrons $a_1 = a_2 = 0.1$. La résistance thermique équivalente donne:

$$R_2 = 366500 \text{ K/W}$$

Notons que nos hypothèses sont justifiées à posteriori. Le rapport de conduction fermé/ouvert vaut donc: $R_{\text{ouvert}}/R_{\text{fermé}} = 200$

On remarquera que ce rapport peut être considérablement augmenté en diminuant l'épaisseur de l'enveloppe inox; si celle-ci était ramenée à $25.5 \times 25.75 \text{ mm}$ on obtiendrait un rapport de 625.

1.3.2-Micropompe à adsorption

Cette micropompe est constituée d'un petit cylindre de cuivre contenant quelques grains de charbon actif relié à l'interrupteur par un capillaire et à l'étage froid (20 K) du cryoréfrigérateur par une fuite thermique. Un élément de chauffage et une résistance NbN disposés sur ce cylindre permettent de le réguler en température. Le volume mort de l'interrupteur est de l'ordre de 5 cm^3 . Les différents éléments ont été dimensionnés afin d'optimiser les performances de la micropompe:

- variation de pression couvrant 3 ordres de grandeurs (Roubeau, 1969)
- temps de basculement ouvert-fermé relativement courts
- puissance de régulation raisonnable, afin de ne pas charger inutilement le réfrigérateur GM.

1.4-Résultats

Une des extrémités de l'interrupteur est fixée par manchonnage à l'azote sur la bride cuivre du deuxième étage du réfrigérateur GM. Il s'agit d'un manchonnage cuivre-cuivre, celui n'est efficace que si la pièce femelle est suffisamment massive pour ne pas fluer. L'autre extrémité de l'interrupteur, en cuivre également, est dorée à l'or fin et percée de deux trous. Un dispositif comprenant un chauffage et un thermomètre est fixé dessus grâce à des vis laiton (coefficient de contraction plus important que pour le cuivre). Un second thermomètre est également disposé sur la bride du réfrigérateur GM. Ce montage nous permet de caractériser l'interrupteur.

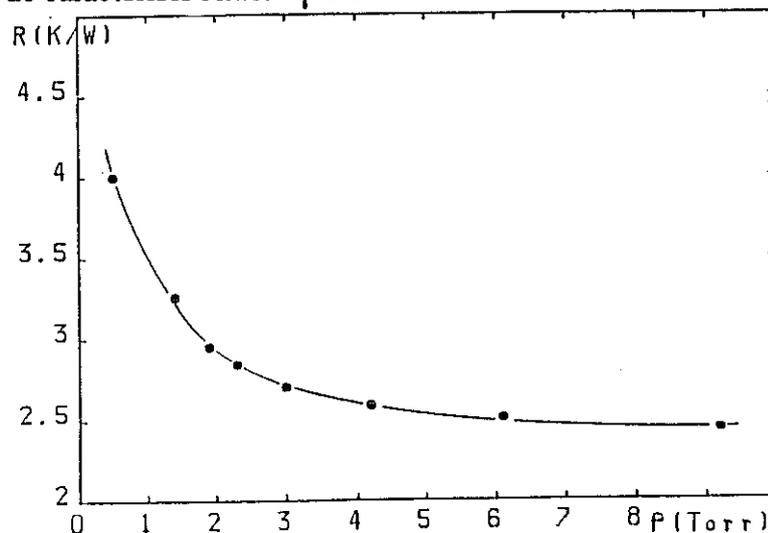


figure 3 : Résistance thermique en fonction de la pression (position fermée)

L'interrupteur et la micropompe ont été pompés puis mis en froid. A l'équilibre l'ensemble se trouvait à environ 10 K. Un capillaire relie la micropompe à un circuit à l'ambiante comprenant une vanne et un manomètre. Nous avons déterminé la pression optimale de fonctionnement: les charbons sont réglés à 50 K et on augmente par palier la pression à l'intérieur de l'interrupteur. Une puissance de 1 Watt est dissipée sur le bout chaud et pour chaque pression nous déterminons la résistance thermique. Les résultats obtenus sont donnés sur la figure 3. Le gain sur la résistance thermique n'est plus significatif au delà de 5 torrs et l'interrupteur a été scellé pour cette pression.

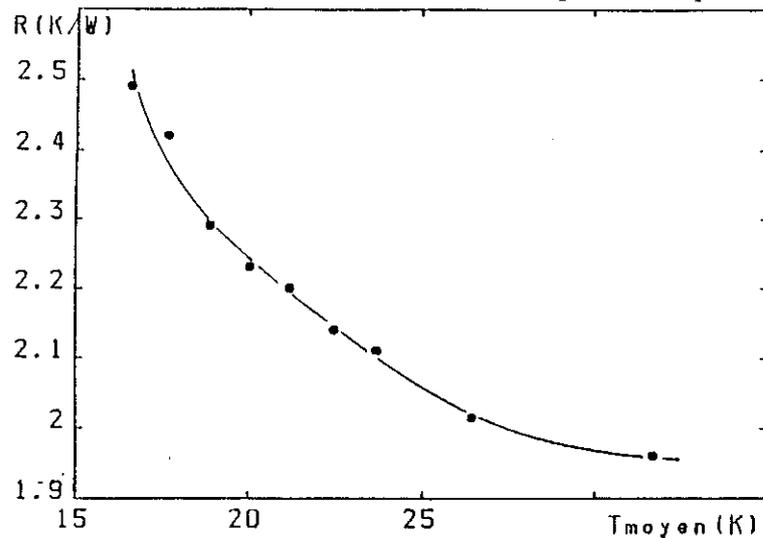


figure 4 : Résistance thermique en fonction de la température moyenne entre bout chaud et bout froid (position fermée)

La figure 4 donne la valeur de la résistance thermique en position fermée en fonction de la température moyenne entre le bout chaud et le bout froid de l'interrupteur. Cette courbe est obtenue en augmentant la puissance envoyée sur le bout chaud. On constate que plus la température moyenne est élevée plus la résistance thermique est faible. Cette variation traduit l'accroissement de la conductivité thermique de l'hélium avec la température.

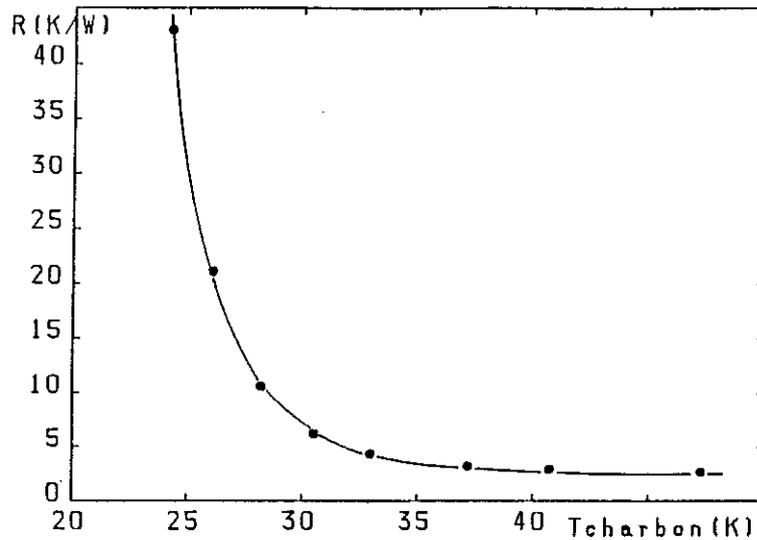


figure 5 : Résistance thermique en fonction de la température de régulation de la micropompe (position fermée, 1 Watt dissipé sur le bout chaud)

La dépendance entre la résistance thermique en position fermée et la température de régulation de la micropompe est représentée sur la figure 5. Cette information est importante car elle permet d'optimiser la consigne de température pour les charbons. Une température de 40 K modifie peu la valeur de la résistance et permet de diminuer le temps de basculement fermé-ouvert.

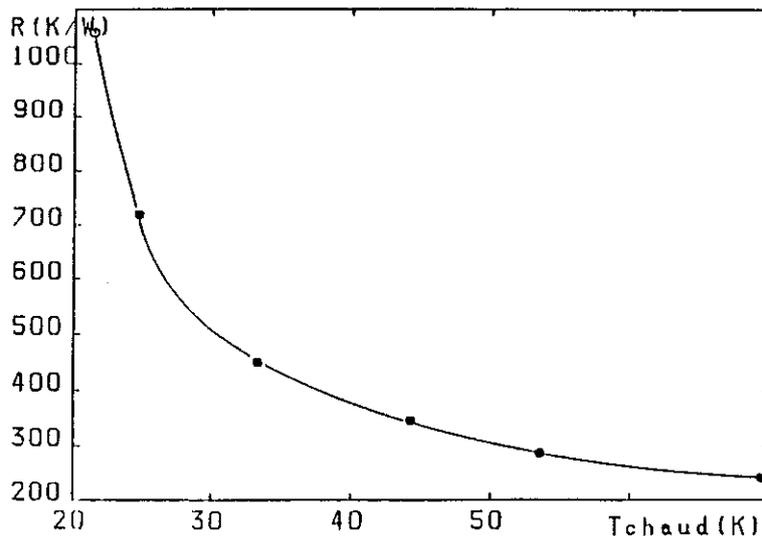


figure 6 : Résistance thermique en fonction de la température du bout chaud (position ouverte, $T_{\text{micropompe}} \approx T_{\text{bride GM}}$)

En position ouverte les puissances envoyées sur le bout chaud pour caractériser l'interrupteur varient de 10 mW à 250 mW. Ces puissances n'affectent pas le réfrigérateur GM et sa température reste sensiblement constante et égale à 10.5 K. La figure 6 représente la variation de la résistance thermique en position ouverte en fonction de la température au bout chaud.

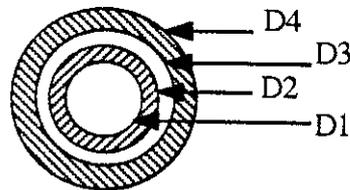
L'interrupteur présente un fonctionnement satisfaisant. Il est difficile de déterminer le rapport de coupure puisque celui-ci dépend de la température. On peut dire grossièrement que pour des écarts faibles entre le bout chaud et le bout froid il est de l'ordre de 500, et pour des écarts plus importants de l'ordre de 150.

Les essais portants sur les temps de réponse ont donnés environ 10 secondes pour le passage ouvert-fermé et 30 secondes pour fermé-ouvert. Ces temps peuvent être améliorés: Les grains de charbon à l'intérieur de la micropompe sont disposés tel quels et le transport de la chaleur est sans doute mauvais. Chan (1985) a effectué des mesures de conductivité thermique sur du charbon. La combinaison de charbon et de cuivre permet d'améliorer de plus d'un ordre de grandeur les valeurs de conductivité et donc de diminuer les temps de réponse du système.

2-ECHANGEUR CONTRE COURANT ET DETENTE JOULE THOMSON

2.1-Calcul de l'échangeur contre courant

L'échangeur contre courant permet de récupérer l'enthalpie des vapeurs froides en aval de la détente pour refroidir le gaz haute pression en amont de la détente. Il est constitué de deux tubes concentriques en cuivre-nickel. Le fluide haute pression circule dans le tube intérieur tandis que le fluide basse pression circule en sens inverse dans l'espace annulaire séparant les deux tubes. Le transfert de chaleur se fait à travers la paroi constituant le tube intérieur.



Cet échangeur est extrêmement important car il va conditionner les performances de la détente Joule Thomson. Le calcul sera effectué avec les hypothèses suivantes:

- Bout chaud de l'échangeur coté haute pression: 15 K
- " " " " " basse pression: 14.5 K

- Bout froid de l'échangeur coté basse pression : 4.2 K
- Haute pression: 15 bars, basse pression : 1 bar
- Puissance frigorifique de 100 mW soit un débit masse $\dot{m}=10^{-2}\text{g}\cdot\text{s}^{-1}$.
- Capillaire intérieur de 1x1.5 mm, capillaire extérieur de 2x3 mm.

Le bilan enthalpique établi sur l'échangeur permet de déterminer la température en sortie d'échangeur pour le gaz haute pression, soit 5.7 K. Le transfert de chaleur est déterminé par l'échange entre le fluide haute pression et la paroi interne du tube intérieur, l'échange par conduction au travers de la paroi et enfin l'échange entre la paroi externe du tube intérieur et le gaz haute pression.

coefficient d'échange coté haute pression

Le nombre de Reynolds s'exprime en fonction du débit masse suivant:

$$\text{Re} = \frac{4\dot{m}}{\eta\pi D} \quad (4.10)$$

où η est la viscosité et D le diamètre hydraulique.

Les valeurs des grandeurs physiques intervenant dans les formules de corrélation sont tirées des tables du National Bureau of Standards (NBS, 1960). Nous avons regroupé dans l'appendice en fin de manuscrit, un certain nombre de valeurs, présentées sous forme de courbes, utiles pour le dimensionnement des échangeurs.

On obtient pour le nombre de Reynolds et le Prandtl respectivement 3000 et 0.8. Nous sommes en régime turbulent, de plus le rapport de la longueur de capillaire à son diamètre est supérieur à 60, on peut donc utilisé pour le Nusselt la formule de Colburn (Weil, 1965):

$$\text{Nu} = 0.023\text{Re}^{0.8}\text{Pr}^{0.4} \quad (4.11)$$

soit $\text{Nu} = 12.7$, ce qui donne pour le coefficient d'échange en prenant comme valeur moyenne de la conductivité thermique $k = 0.3 \text{ mW}\cdot\text{cm}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$:

$$h_{\text{HP}} = \frac{k\text{Nu}}{D_1} = 38 \text{ mW}\cdot\text{cm}^{-2}\cdot\text{K}^{-1} \quad (4.12)$$

Coefficient d'échange coté basse pression

Le diamètre hydraulique est défini suivant:

$D_H = 4 \times \text{section passage du fluide} / (\text{périmètre affecté par le transfert})$

soit dans ce cas $D_H = (D_3^2 - D_2^2) / D_2$ Dans le cas d'espaces annulaires le Nusselt en régime laminaire est corrélé au nombre de Reynolds, au Prandtl et au Grashof par la relation (Weil, 1965):

$$Nu = \left(\frac{D_3}{D_2} \right)^{0.8} \left(\frac{RePrD_H}{L} \right)^{0.45} Gr^{0.05} \quad (4.13)$$

où L représente la longueur de tube. On trouve un nombre de Reynolds de 5300 et un Prandtl de 0.8, il s'agit d'un régime turbulent, et la formule de corrélation utilisée est celle de Colburn déjà donnée précédemment. Le coefficient d'échange basse pression vaut:

$$h_{BP} = \frac{kNu}{D_H} = 27 \text{ mW.cm}^{-2} \cdot \text{K}^{-1} \quad (4.14)$$

Résistance thermique due à la paroi du capillaire

Dans le cas d'un cylindre creux de longueur L, la résistance thermique est donné par:

$$R_{th} = \frac{\ln\left(\frac{D_2}{D_1}\right)}{2\pi L k_{cuni}} \quad (4.15)$$

où k_{cuni} est la conductivité thermique du cuivre nickel. Pour la gamme de température considérée celle ci vaut $36 \text{ mW.cm}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.

Le coefficient global de transmission thermique U rapporté à la surface externe du tube intérieur s'écrit:

$$\frac{1}{U} = \frac{1}{h_{HP} D_1} + \frac{D_2 \ln\left(\frac{D_2}{D_1}\right)}{2k_{cuni}} + \frac{1}{h_{BP}} \quad (4.16)$$

La surface d'échange nécessaire est définie par:

$$S = \frac{\dot{Q}}{U\Delta T_m} \quad (4.17)$$

où \dot{Q} représente la puissance à échanger, soit $\dot{Q} = \dot{m}\Delta h = 0.59 \text{ W}$, et ΔT_m est l'écart logarithmique moyen défini par:

$$\Delta T_m = \frac{\Delta T_{\text{sortie}} - \Delta T_{\text{entrée}}}{\ln\left(\frac{\Delta T_{\text{sortie}}}{\Delta T_{\text{entrée}}}\right)} = 0.91 \text{ K} \quad (4.18)$$

Nous obtenons ainsi une surface d'échange de 50 cm^2 soit une longueur de capillaire de 106 cm.

L'échangeur est donc parfaitement défini. Il faut cependant vérifier que la perte de charge coté basse pression reste raisonnable. Celle ci est donnée par:

$$\Delta P = \frac{\dot{m}^2 L}{2\rho S^2 D_H} \psi \quad (4.19)$$

où ρ est la densité du gaz, S la section de passage et ψ le nombre de Darcy. Celui ci pour des nombres de Reynolds compris entre 3000 et 10000 est donné par $\psi=0.316\text{Re}^{-0.25}$. Ce calcul donne une perte de charge de 1.7 mbar. Cette valeur n'affecte pas notablement la basse pression.

2.2-Détente de Joule Thomson

Le plus simple pour réaliser une détente de Joule Thomson est d'utiliser un capillaire permettant d'obtenir une perte de charge importante. Celle ci a été calculée pour des températures de fonctionnement comprises entre 5 et 8 K, une haute pression de 15 atmosphères pour une basse pression de 1 atmosphère et un débit massique de $10^{-2}\text{g}\cdot\text{s}^{-1}$. Nous avons pris des valeurs moyennes des grandeurs physiques intervenant dans le calcul. Celui ci est effectué sur la base d'un capillaire de $0.1\times 0.5 \text{ mm}$.

Les formules de corrélation données dans le paragraphe précédent permettent de calculer la longueur de capillaire nécessaire, soit 80 cm.

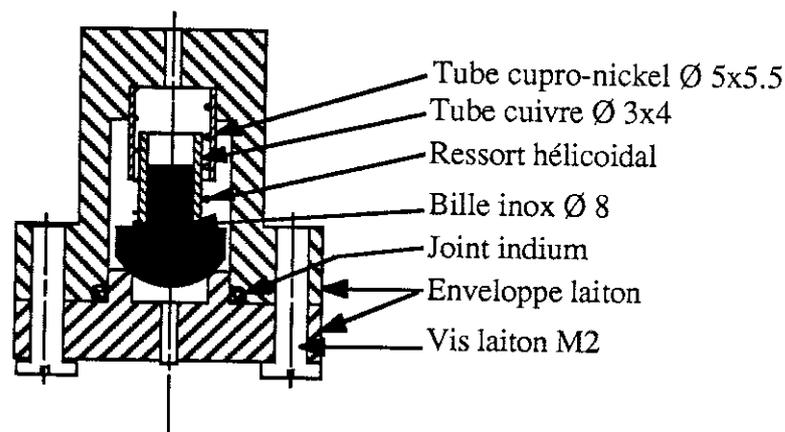
2.3-Essai de clapets à froid

Nous rappelons que le compresseur à adsorption fonctionne avec deux clapets, admission et refoulement. Le problème de l'étanchéité liée à un fonctionnement à froid de ces clapets est un problème difficile. En effet la plupart des matériaux élastiques et malléables, utilisés pour les étanchéités à chaud (joint torique en caoutchouc...), deviennent rigide et cassant à froid et sont donc prohibés. D'autre part la période de fonctionnement de nos clapets (quelques minutes) requiert une très bonne étanchéité (sur les compresseurs classiques, les fuites éventuelles sur les clapets sont moins dramatiques car elles sont compensées par des fréquences de fonctionnement élevées). Puisqu'il n'est pas possible de jouer sur l'élasticité des matériaux, les efforts doivent porter sur l'état des surfaces de contact.

Nous avons testé (étanchéité, reproductibilité et perte de charge au refoulement) plusieurs géométries:

- petit cône de nylon maintenu plaqué sur un trou circulaire dans une pièce inox par une lame en bronze bérillium: ne donne pas de résultats satisfaisants à froid.
- idem avec un cône inox.
- bille inox ϕ 4 mm, sur une portée à arête vive: idem.

Seule la géométrie représentée sur la figure ci après a donné des résultats excellents aux tests.



Il s'agit d'une bille inox ϕ 8 mm, sur laquelle est ajustée un ressort hélicoidal permettant de la plaquer sur une portée en laiton. La bille et la portée sont rodées à la pâte diamantée de 6 à 12 microns. Le qualité de l'étanchéité est liée à la forme arrondie de la portée. Ce clapet a été testé à l'ambiante, à l'azote liquide et à l'hélium liquide, sous un ΔP

de 10 bars hélium. Nous avons obtenu respectivement comme débit massique de fuite, $1.1 \cdot 10^{-4} \text{ g.s}^{-1}$, $2.2 \cdot 10^{-4} \text{ g.s}^{-1}$ et $1.8 \cdot 10^{-3} \text{ g s}^{-1}$.

Si on utilise la formule de perte de charge (4.19) et le nombre de Darcy pour des Reynolds compris entre 3000 et 10000, on obtient en prenant le débit à l'ambiante comme référence, $2.6 \cdot 10^{-4} \text{ g.s}^{-1}$ à l'azote liquide et $1.6 \cdot 10^{-3} \text{ g.s}^{-1}$ à l'hélium liquide. Le calcul permet donc de prévoir avec une bonne précision les débits à froid.

Un rodage ultérieur à la pâte diamantée 1 à 3 microns nous a permis de parvenir à $1.8 \cdot 10^{-6} \text{ g.s}^{-1}$, et de façon reproductible. Ce clapet testé au spectromètre à hélium révèle un taux de fuite de $10^{-5} \text{ atm.cm}^{-3}.\text{s}^{-1}$.

Dans le circuit réel, les clapets fonctionnent dans une gamme de températures comprises entre 10 et 70 K. La détente de Joule Thomson a été dimensionnée pour un débit de 10^{-2} g.s^{-1} , les débits de fuite représentent donc de l'ordre du % du débit nominal.

Ce type de clapet est extrêmement sensible à la pollution, la moindre saleté déposée sur la portée réduit son efficacité à zéro. Lors des essais avec le compresseur à adsorption, ce cas de figure s'est effectivement produit (trace d'huile dans le circuit liées à une erreur de manipulation) et nous n'avons pas pu faire fonctionner le circuit. Des impératifs de temps nous ont conduit à cesser les essais des clapets à froid et à monter des clapets à chaud pour caractériser les performances du circuit.

3-DESCRIPTION DU MONTAGE

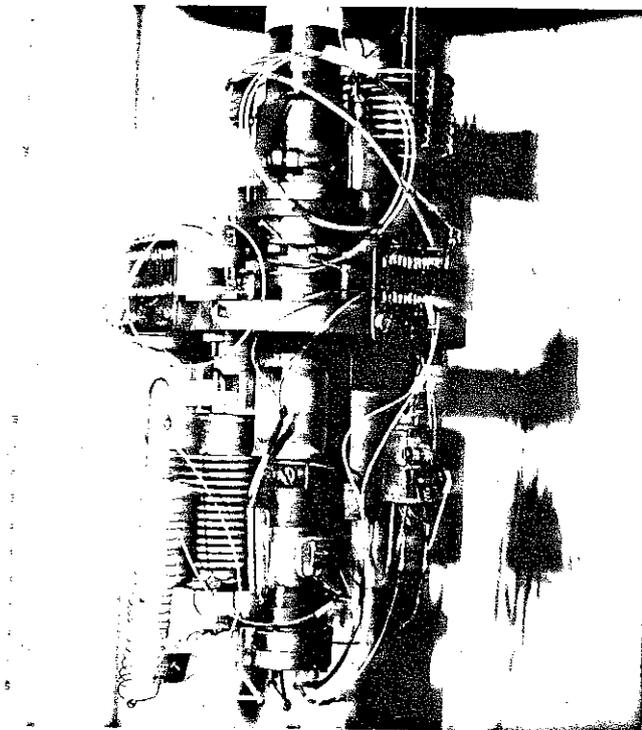
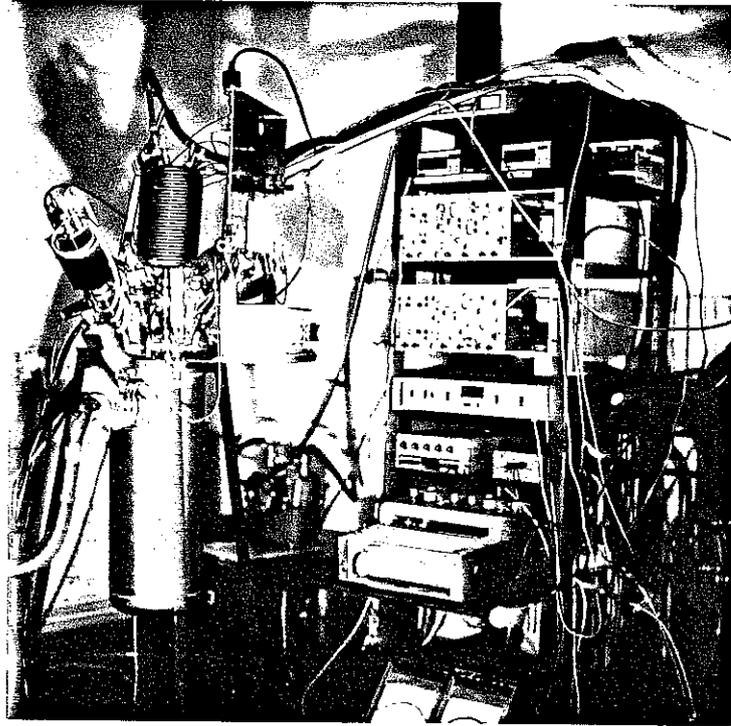


figure 7 : Photographies du montage: vue d'ensemble et détail de la partie froide.

Les deux photographies données en figure 7 représentent la machine dans son ensemble ainsi que le détail de la partie froide.

Sur cette dernière, on distingue sur la partie centrale l'interrupteur thermique suivi du compresseur à adsorption; sont également visibles à gauche, la détente Joule Thomson et l'échangeur contre courant, et à droite la micropompe à adsorption. Les thermomètres utilisés, que l'on aperçoit sur le compresseur, le bout froid après la détente ainsi que sur la micropompe à adsorption, sont des thermomètres Nitrure de Niobium. Tous les fils de mesures sont en constantan (mauvais conducteur thermique) de 7/100 mm. Les fils provenant de l'ambiante sont thermalisés par des relais sur la bride du réfrigérateur GM (plaques cuivre visibles sur la photo), pour limiter les apports de puissance parasite sur les thermomètres et le circuit.

L'échangeur-évaporateur situé après le capillaire de détente, est constitué d'une petite plaque de cuivre sur laquelle est brasée une longueur de quelques centimètres de capillaire 0.4x0.6 mm en cuivre. Sur cette plaque sont également disposés un thermomètre (résistance nitrure de niobium) et un chauffage (jauge de contrainte de 320 Ohms), pour les essais de puissance. La bride en cuivre qui fermait le bout froid du réfrigérateur GM, a été remplacé par une bride en cuivre plus massive ($m=1$ kg), dont la capacité calorifique plus importante permettra de moyennner la puissance dissipée sur le bout froid. Cette bride supporte également un écran en cuivre.

Une résistance de 60 ohms pour le chauffage et une résistance carbone 390 ohms Allen Bradley pour la mesure de la température, sont fixés sur le compresseur. Un générateur de chauffage (VIAL, 1987) permet de cycler thermiquement le compresseur à adsorption entre deux seuils de température. La consigne est donnée par la valeur de la résistance carbone. Les puissances accessibles varient de 0 à 13 Watts. Le passage en position ouverte ou fermée de l'interrupteur thermique est commandé manuellement.

Le circuit a été conçu pour pouvoir fonctionner soit avec le compresseur à adsorption en cycle fermé, soit avec une bouteille d'hélium sous pression à l'ambiante en cycle ouvert. L'utilisation de la bouteille d'hélium permet d'obtenir un débit continu pour caractériser les performances de la détente Joule Thomson et vérifier son bon dimensionnement.

Les problèmes d'étanchéité liées à un fonctionnement de clapets à froid ont été abordé dans le paragraphe précédent, ceux ci ont donc été reportés à l'ambiante. Ils sont constitués d'une bille inox reposant sur un joint torique, ce qui présente l'avantage d'être simple à réaliser pour une efficacité remarquable. La figure 9 donne le schéma du dispositif.

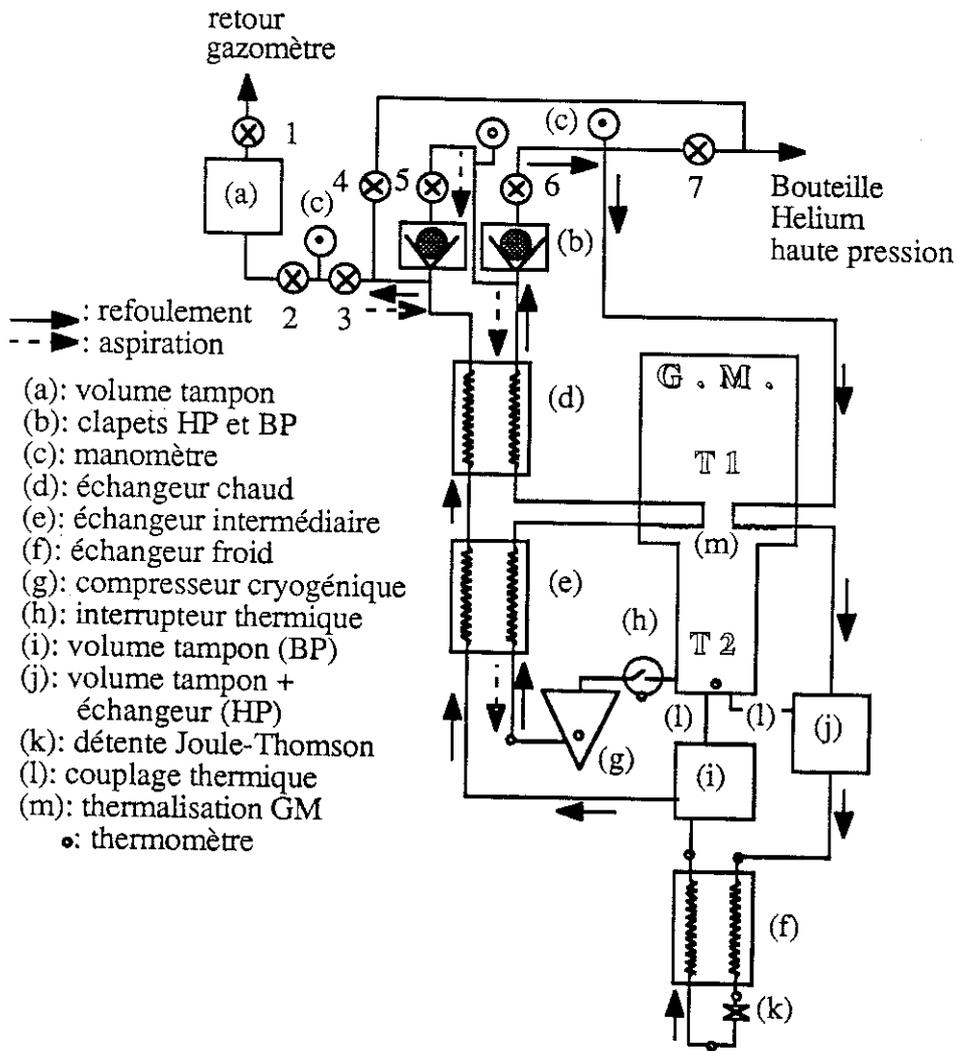


figure 2 : Schéma du montage

Les oscillations de débit dues au fonctionnement discontinu, sont atténuées par un volume tampon coté haute pression. Ce volume a été dimensionné pour limiter la chute de la haute pression à 4 bars entre deux phases de refoulement. Pour des durées de cycles de 1 minute, un débit de 10^{-2}g.s^{-1} et une température de 15 K, ce volume vaut 25cm^3 . Il fait également office d'échangeur: deux porals de cuivre disposés à l'intérieur permettent de prérefroidir le gaz en sortie de compresseur (60 K) à la température de la bride (15 K).

4-RESULTATS

4.1-Puissance frigorifique

Nous avons caractérisé les performances de la boucle Joule Thomson. Pour ces mesures le compresseur à adsorption n'a pas été utilisé. La haute pression est délivrée par une bouteille sous pression à l'ambiante. L'hélium utilisé, du type 4N, circule au travers d'un serpentin de cuivre refroidit à l'azote avant d'être injecté dans le circuit. Cette précaution permet de piéger les impuretés qui subsistent dans le gaz (eau, huile). Le gaz basse pression est refoulé sur le circuit de récupération général du laboratoire. Ce circuit est sous une pression de 1 bar.

Les courbes de puissances ont été mesurées pour trois valeurs de haute pression: 5, 10.7 et 18 bars. Les débits correspondants valent respectivement $2.7 \cdot 10^{-3} \text{ g.s}^{-1}$, $7.13 \cdot 10^{-3} \text{ g.s}^{-1}$ et $9.4 \cdot 10^{-3} \text{ g.s}^{-1}$. Les débits expérimentaux correspondent à peu de choses près aux débits calculés.

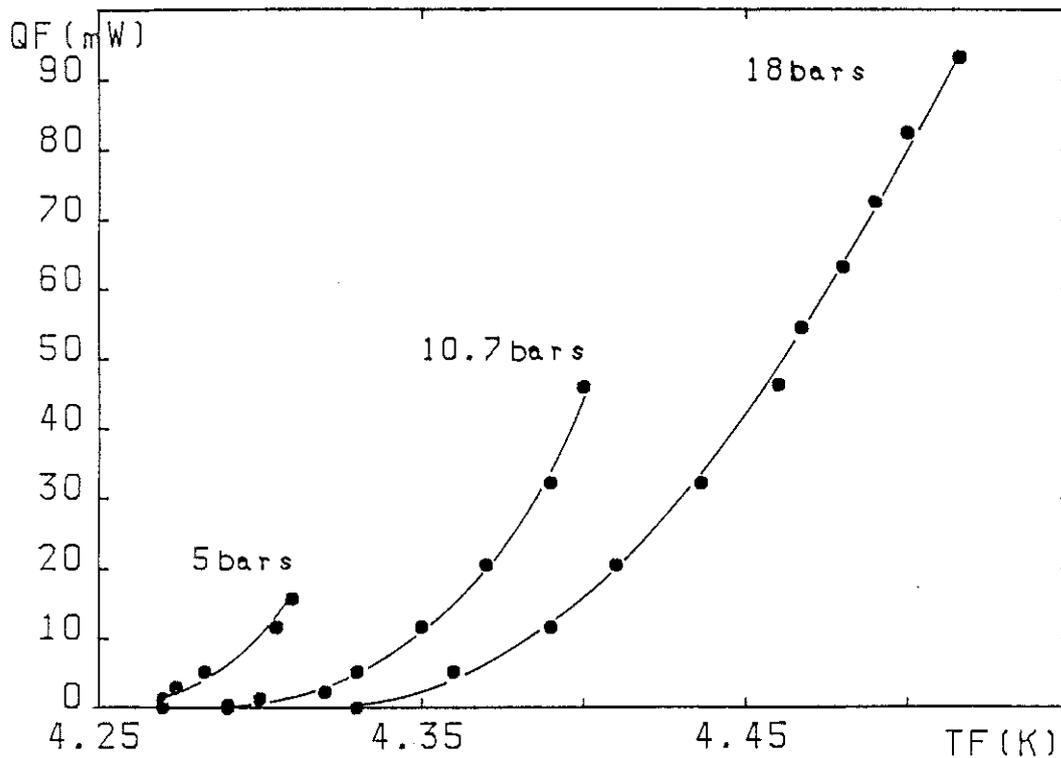


figure 10 : Courbes de puissance pour des hautes pressions de 5, 10.7 et 18 bars

Les résultats sont reportés sur la figure 10.

Les températures minimales atteintes sont toujours supérieures à 4.2 K, ceci est du au fait que la pression à la sortie du capillaire de détente est supérieure à 1 bar, à cause de la perte de charge entre les parties froides et l'ambiante.

La connaissance des pressions de fonctionnement, des températures d'entrée et sortie au bout chaud de l'échangeur contre courant, et des débits nous permet de déterminer la puissance frigorifique théorique (voir Chapitre 1 § 2.2).

Cette analyse est reportée sur la figure 11.

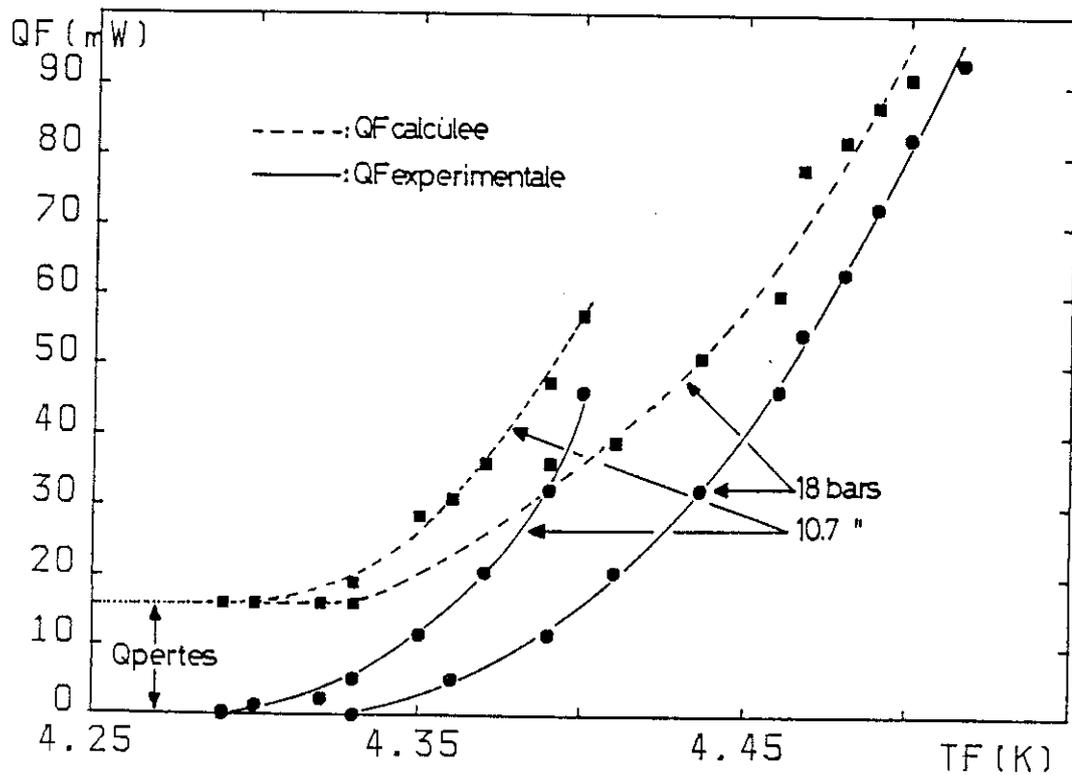


figure 11 : Analyse des courbes de puissance, pour 10.7 et 18 bars

La différence entre la puissance frigorifique mesurée expérimentalement et cette puissance calculée donne 16 mW de pertes sur la boucle Joule Thomson. Nous verrons plus tard l'intérêt de cette information.

4.2-Essai du compresseur à adsorption

Lors de la mise en froid de l'ensemble, le circuit Joule Thomson est pompé en vide primaire en permanence. Lorsque le réfrigérateur GM a atteint sa température d'équilibre (10 K), La température au niveau du capillaire de détente J.T est de l'ordre de 80 K. Ceci s'explique par le fait que les différents éléments se refroidissent uniquement par conduction, qui est très mauvaise le long des capillaires cuivre-nickel. Le circuit JT est alors rempli sous 1 bar d'hélium.

Essai sur la gamme 80 K- 16 K

On fonctionne en circuit fermé. L'interrupteur thermique est initialement en position fermée et le compresseur est à une température de 12 K.

On effectue alors une succession de cycles de compression. On remarquera que la température initiale de l'extrémité froide, 80 K, est supérieure à la température d'inversion de l'hélium, par conséquent le refroidissement dans les premières phases est du essentiellement à la circulation du gaz froid et à l'imperfection de l'échangeur contre courant. Chaque cycle comporte quatre phases:

- compression
- refoulement
- refroidissement
- aspiration

La durée moyenne d'un cycle est de l'ordre de 4 minutes. La basse pression oscille entre 1 et 2.5 bars au cours des cycles

Au terme de huit cycles consécutifs on atteint une température de 16 K au bout froid du circuit Joule Thomson. La température se stabilise à cette valeur et les cycles successifs ne permettent pas de descendre plus bas.

Le compresseur est chauffé à des températures de l'ordre de 60 K et les valeurs de hautes pressions varient entre 15 et 6 bars. Ces valeurs ne sont pas très élevées, ceci est du au fait que le compresseur doit être cyclé suffisamment vite pour que la haute pression dans le circuit ne chute pas trop, le corollaire étant qu'on ne peut pas attendre les états d'équilibre et adsorber autant d'hélium qu'on voudrait. Ainsi au bout de quelques cycles on ne peut plus maintenir une haute pression et un débit suffisant. Par conséquent la puissance frigorifique diminue et compense juste les pertes.

Il faut noter que pour des températures supérieures à 10 K, l'effet frigorifique n'est important que si la haute pression est élevée (20 à 30 bars, voir diagramme T-S chapitre 1 § 2.1).

Essai sur la gamme 11 K- 4 K.

Puisqu'il n'était pas possible d'atteindre les températures inférieures à 16 K avec le compresseur à adsorption, faute de débit, nous avons utilisé la pression délivrée par la bouteille à l'ambiante pour obtenir un débit continu. La basse pression est refoulée sur le circuit de récupération. Lorsque la température de l'extrémité froide atteint environ 10 K, l'apport de gaz extérieur est coupé et la valeur de la haute pression chute jusqu'à ce que l'ensemble du circuit soit sous 1 bar.

Pendant ce laps de temps, la température de l'extrémité froide s'est refroidit à 5 K puis, faute de débit et à cause des pertes, se réchauffe à nouveau; le compresseur s'est rechargé en hélium et a eu le temps de parvenir à son état d'équilibre.

Lorsque la température froide atteint une valeur de 11 K, le compresseur est chauffé, la pression monte forçant un débit de gaz au travers du capillaire de détente. Dans un premier temps la température de l'extrémité froide croit brusquement puis diminue rapidement pour se stabiliser à la température de l'hélium liquide. Les cycles suivant permettent de maintenir cette température durant 15 minutes environ. La figure 12 donne la reproduction de la courbe obtenue sur l'enregistreur.

La courbe en pointillée correspond à la température de la micropompe à adsorption (interrupteur thermique), elle montre les cycles successifs. L'échelle de température figurant sur le dessin est donnée pour la température de l'extrémité froide, pour la courbe en pointillé les températures extrêmes sont 15 et 50 K. Il faut noter également que le décalage entre les deux plumes de l'enregistreur correspond sur la figure à 1 mn d'avance pour la courbe en pointillé.

Au cours du premier cycle, en phase de refoulement la pression sur le circuit a atteint une quinzaine de bars. Pendant les phases de refroidissement et aspiration, cette valeur diminue rapidement et oblige à cycler très vite le compresseur. Dans ce cas celui ci ne peut se recharger complètement et le cycle suivant ne permet pas d'atteindre une haute pression aussi élevée. Ainsi après quelques cycles la valeur de la haute pression n'oscille plus qu'entre 1 et 2 ou 3 bars. Il devient finalement impossible de maintenir les températures de l'hélium liquide et le bout froid se réchauffe.

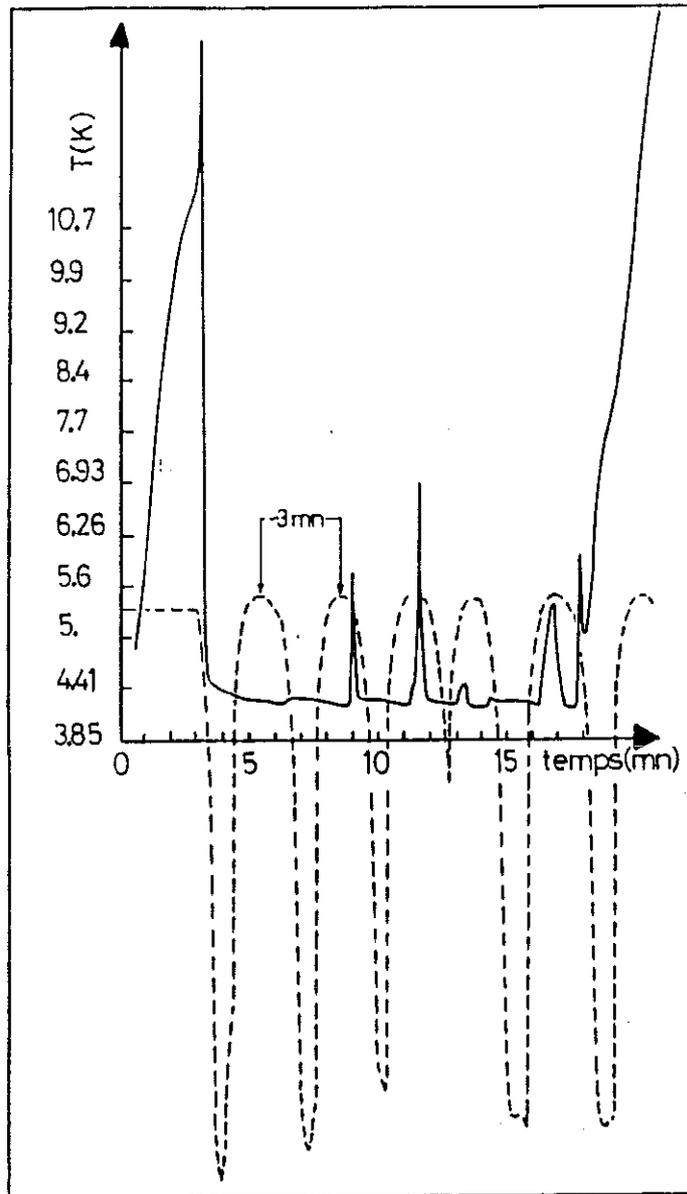


figure 12 : Evolution de la température de l'extrémité froide (ligne en trait continu), lors de plusieurs cycles de compression. (la ligne en pointillé correspond à la température de la micropompe et donne une indication sur la durée des cycles)

Ce résultat a été reproduit quatre fois et à chaque fois sur une période limitée à une quinzaine de minutes.

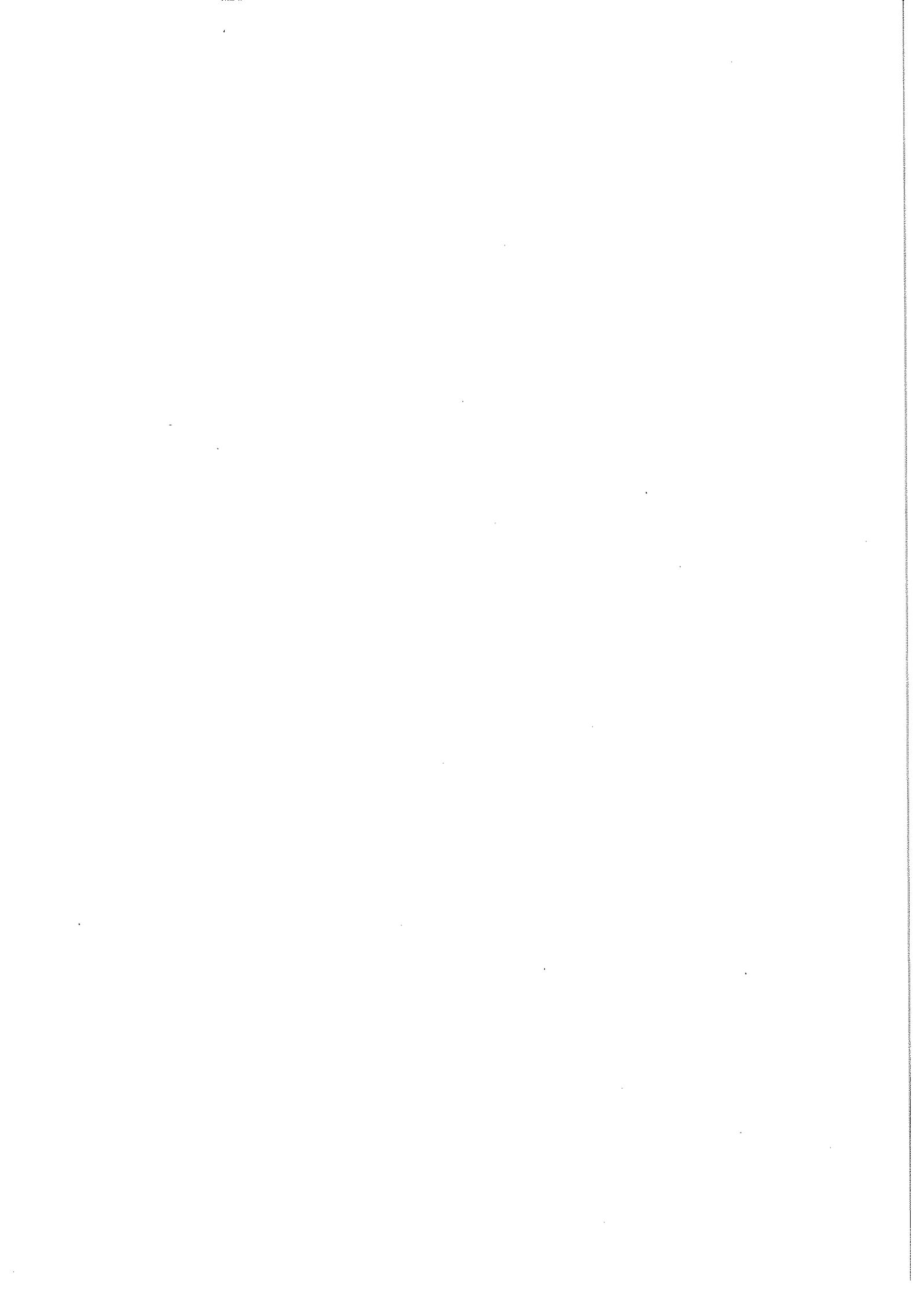
Les performances sont essentiellement limitées par un problème de débit. deux solutions sont possibles:

- augmenter le débit du compresseur
- diminuer le débit de l'impédance Joule Thomson

On peut également envisager l'emploi de plusieurs compresseurs.

Pour augmenter le débit il faut diminuer la durée du cycle, c'est à dire augmenter les performances de l'interrupteur thermique. Nous avons déjà signalé un progrès possible au § 1.4 en améliorant la conduction entre grains de charbon au sein de la micropompe.

Les courbes de puissance frigorifique montrent qu'il est possible d'augmenter l'impédance, tout en conservant suffisamment de puissance pour compenser les pertes.



CONCLUSION

CONCLUSION

Cette étude nous a permis de vérifier la faisabilité d'un circuit Joule Thomson fonctionnant avec un compresseur à adsorption.

La mesure des isothermes d'adsorption de l'hélium sur le charbon actif montre qu'il est possible d'inscrire un cycle de compression efficace à condition de limiter le taux de vide dans le compresseur.

Les puissances requises sont raisonnables, si on dispose d'une source froide à 15 K, celle ci doit évacuer 60 Watts pour 1 Watt de puissance froide à 4.2 K dans les conditions optimales de fonctionnement.

Un premier prototype a été réalisé fonctionnant avec un réfrigérateur à cycle de Gifford-Mc Mahon. Les résultats obtenus sont encourageant et permettent de cerner les problèmes, les efforts doivent porter sur deux points principaux:

- diminuer la durée des cycles
- développer des clapets fonctionnant à froid pour le compresseur à adsorption

Il serait intéressant également de développer un prototype utilisant plusieurs compresseurs à adsorption permettant de maintenir une haute pression et un débit suffisant.

Nous espérons que des développements ultérieurs permettront de confirmer l'intérêt et les performances de ces cycles.

APPENDICE

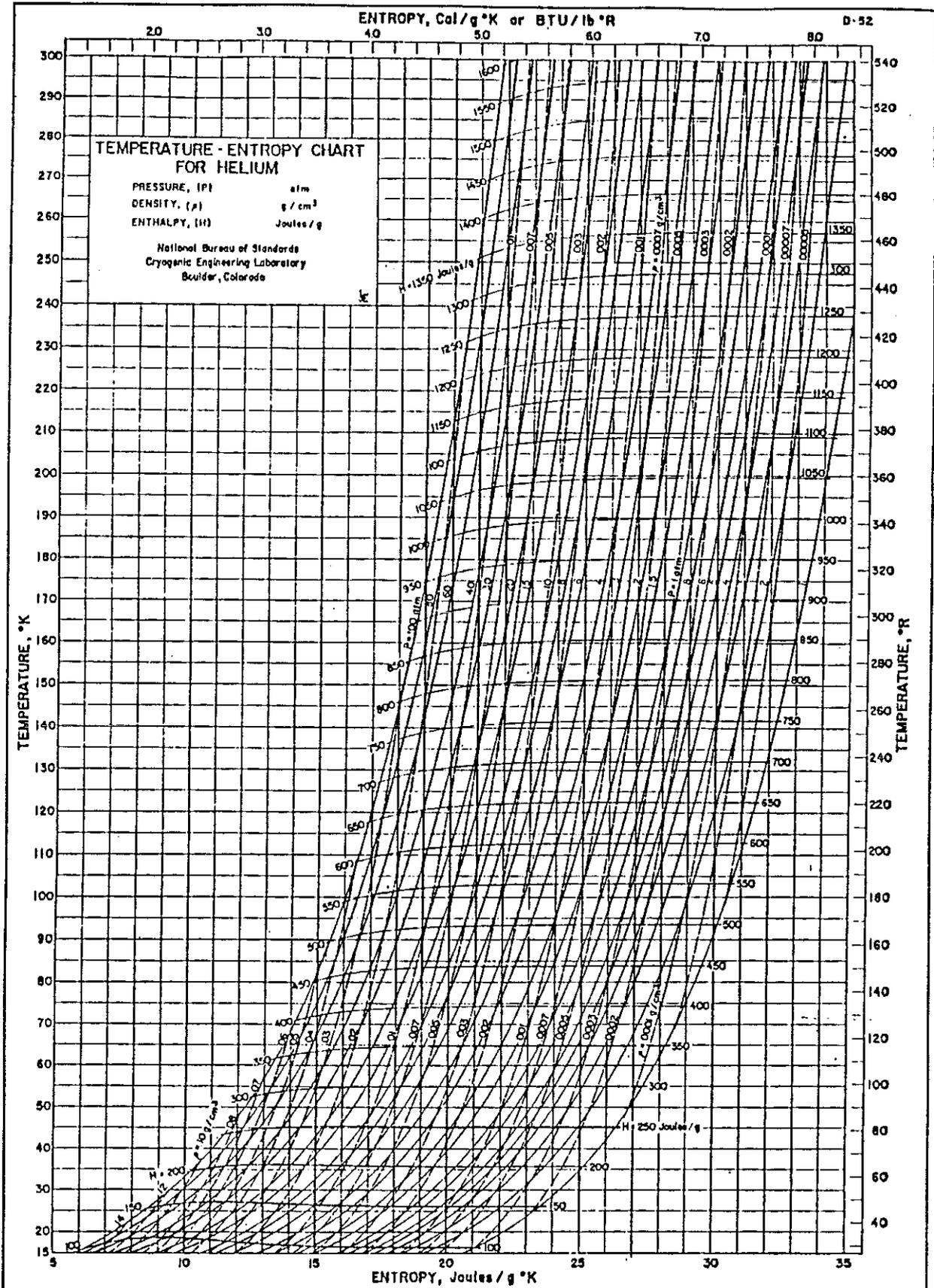


figure 1 : Diagramme température-entropie de l'hélium
 (gamme : 15 K-300 K)

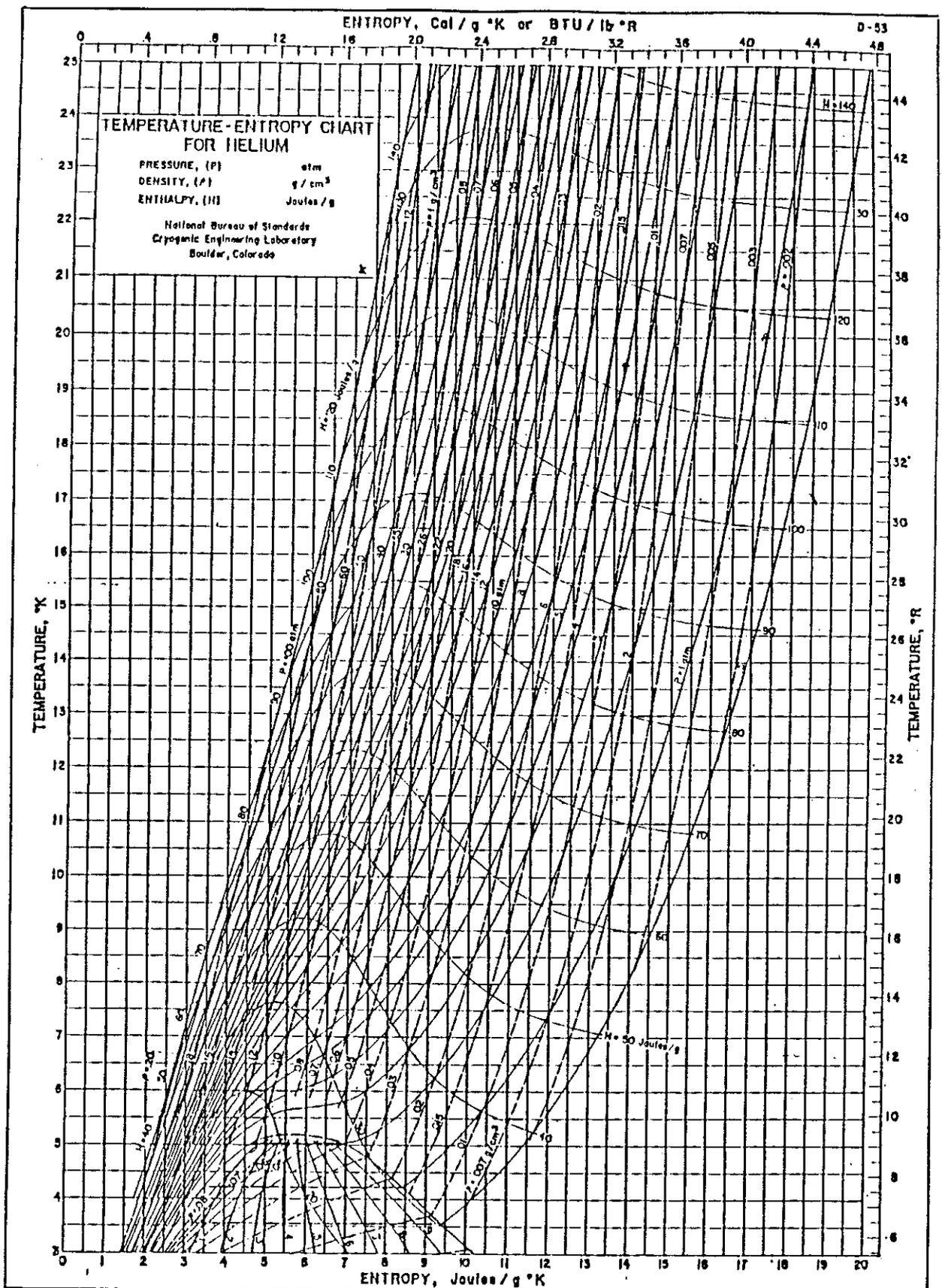


figure 2 : Diagramme température-entropie de l'hélium
(gamme : 3 K-25 K)

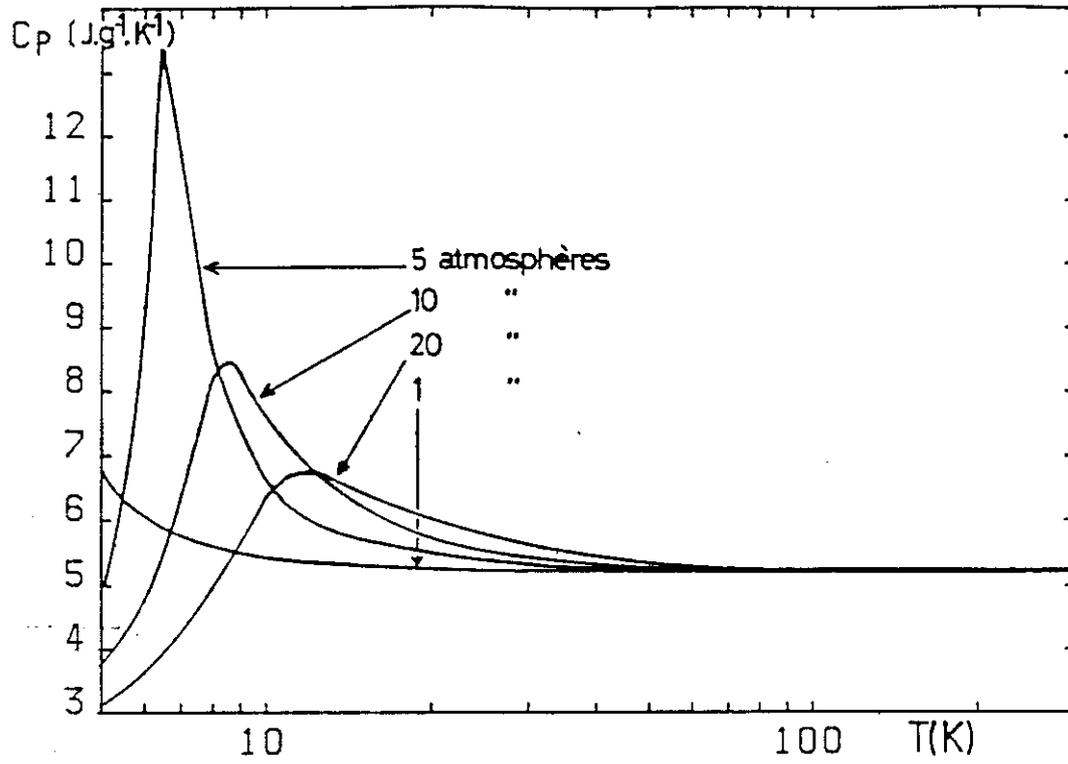


figure 3 : Chaleur spécifique de l'hélium entre 5 et 300 K,
pour 1, 5, 10 et 20 atmosphères

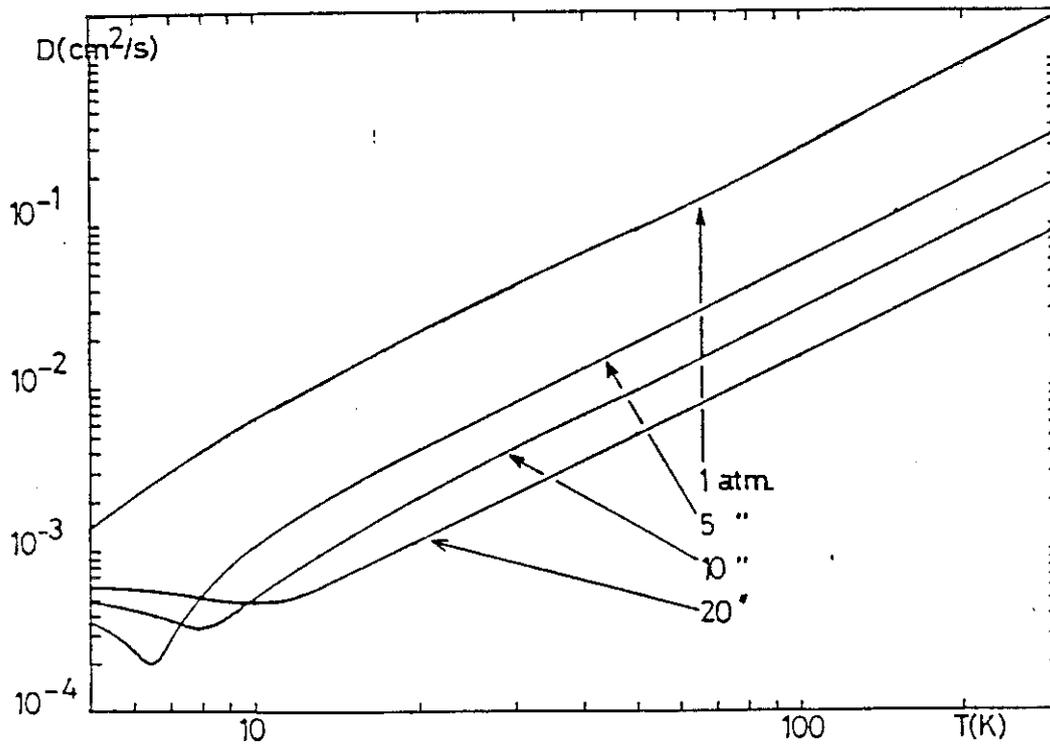


figure 4 : Diffusivité de l'hélium entre 5 et 300 K
pour 1, 5, 10 et 20 atmosphères

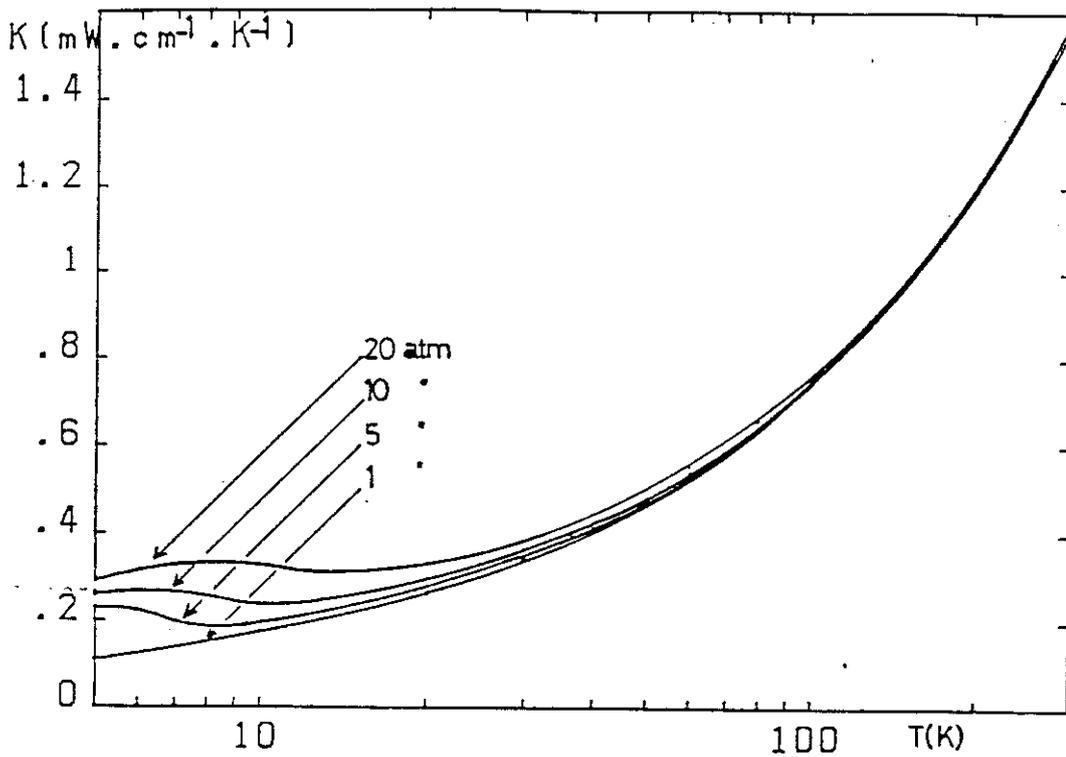


figure 5 : Conductivité thermique de l'hélium entre 5 et 300 K pour 1, 5, 10 et 20 atmosphères

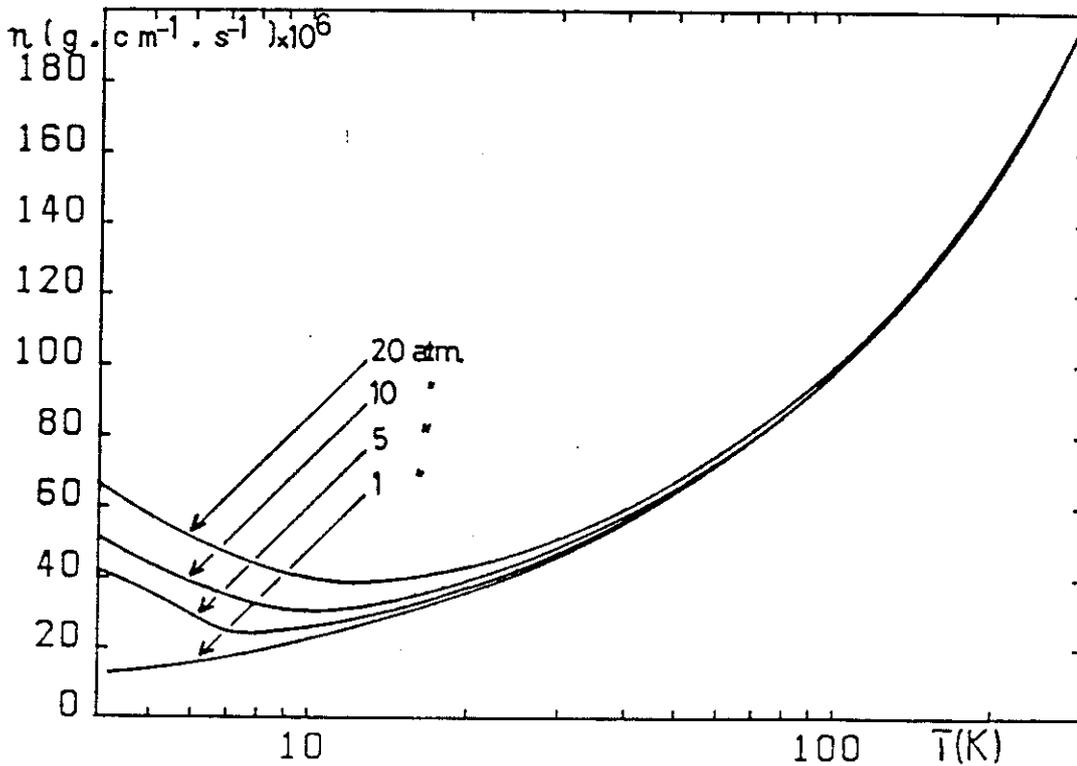


figure 6 : Viscosité de l'hélium entre 4 et 300 K pour 1, 5, 10 et 20 atmosphères

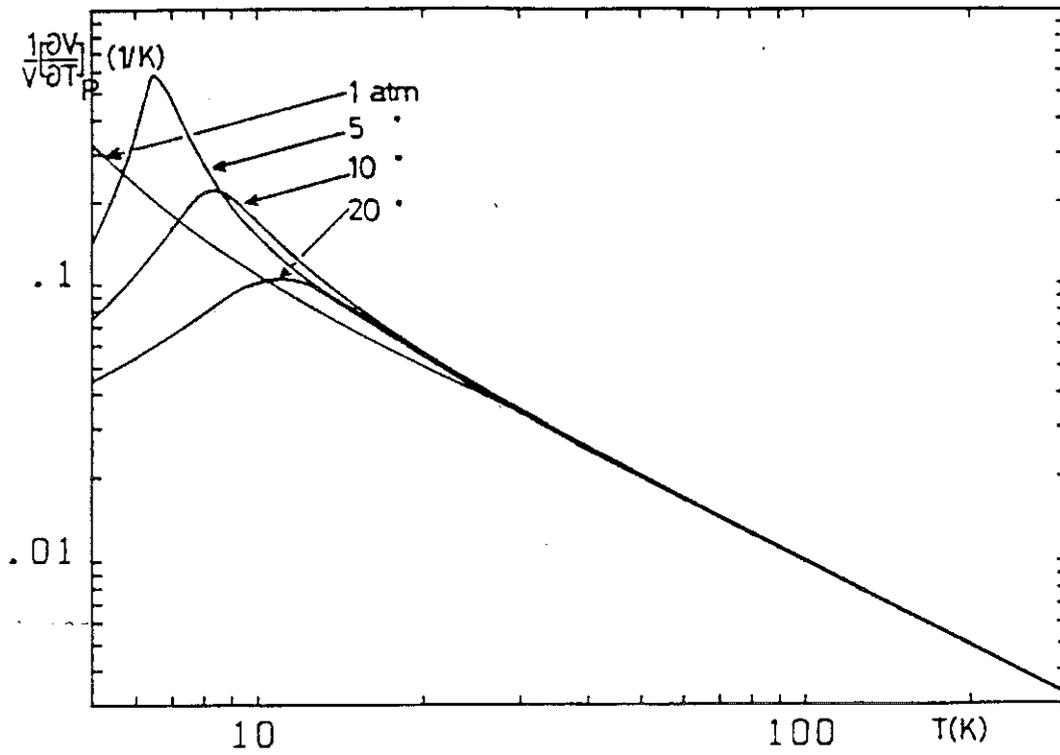


figure 7 : Coefficient de dilatation volumique de l'hélium entre 5 et 300 K pour 1, 5, 10 et 20 atmosphères

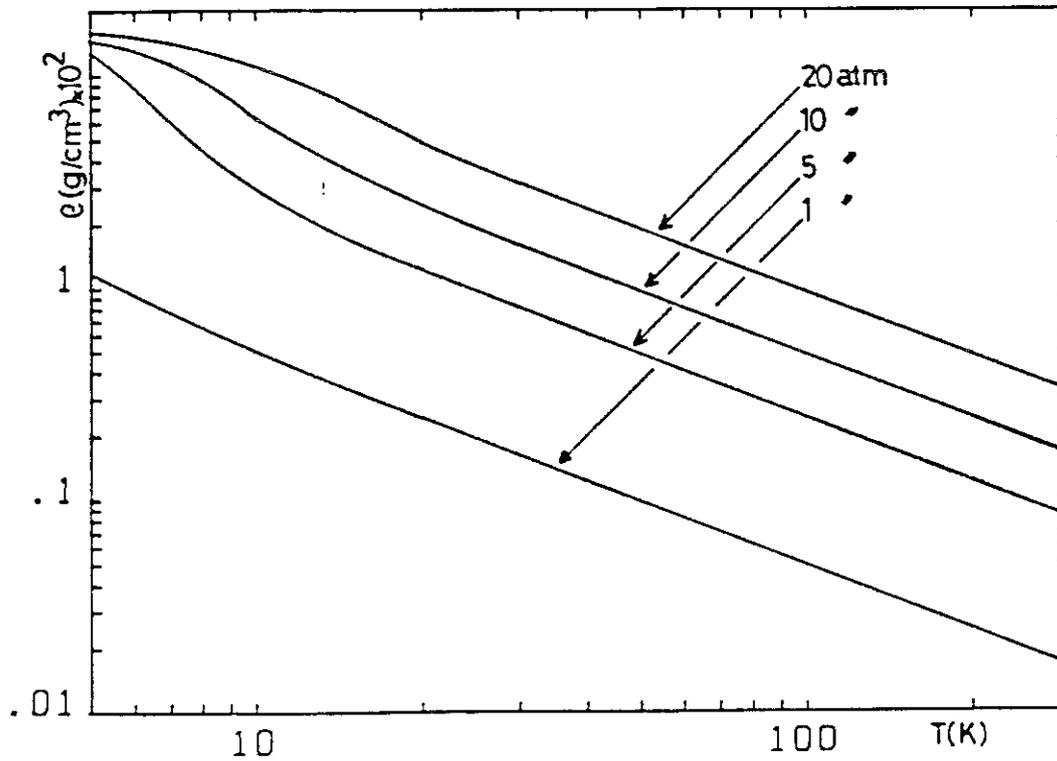


figure 8 : Densité de l'hélium entre 5 et 300 K pour 1, 5, 10 et 20 atmosphères

REFERENCES

REFERENCES

- ACKERMANN R.A. and GIFFORD W.E., Advances in Cryogenic Engineering, 16, p.221 (1971)
- BARD S., Cryogenics, 26, 450 (1986)
- BERTON A, CHAUSSY J et GIANESE P., Brevet n° 75-36076
- BOUVENOT A., Transferts de Chaleur, MASSON (1981)
- BLUM E.J., Advances in Cryogenic Engineering, 31, p.551 (1985)
- BYWATERS R.P. and GRIFFIN R.A., Cryogenics, 13, p.344 (1973)
- CABANEL R., CHAUSSY J., GENESTE J. and MAZUER J., To be published
- CHAN C.K., Cryogenics, 21, p.391 (1981a)
- CHAN C.K., TWARD E. and ELLEMAN D.D., Advances in Cryogenic Engineering, 27, p.735 (1981b)
- CHAN C.K., Nasa Conference Publication 2287, p.323 (1982)
- CHAN C.K., TWARD E. and ELLEMAN D.D., Advances in Cryogenics Engineering, 29, p.533 (1983)
- CHAN C.K., TWARD E. and BOUDAIE K.I., Cryogenics, 24, p.451 (1984a)
- CHAN C.K., Proceedings of the 10th International Cryogenic Engineering Conference, p.66 (1984b)
- CHAN C.K., Proceedings of the 3rd Cryocooler Conference, NBS Special Publication 698, p.42 (1985)
- CHAUSSY J., DUBAND L., LACAZE A. et RAVEX A., Brevet déposé à l'ANVAR
- CHAUSSY J., ESCALON G., GIANESE P. and ROUX J.P., Cryogenics, , p.501 (1978)
- CLAUDET G., DESMARIS M., LAGNIER R., ZHANG L. et BERTHEREAU M., 2^{èmes} Journées de Cryogénie Aussois, Les éditions de physique (1986)
- CONTE R.R., Eléments de Cryogénie, Masson & Cie (1970)
- COOK W.H. and BASMADJIAN D., Can J of Chem Eng 42, p.146 (1964)
- CORRUCINI R.J., Advances in Cryogenic Engineering, 3, p.353 (1957)
- DUBININ M.M., Chem Rev, 60, p.235 (1960)
- ENGELS J.M.L., GORTER F.W. and MIEDEMA A.R., Cryogenics, 12, p.141 (1972)
- GIFFORD W.E and Mc MAHON H.O., Progress in Refrigeration Science and Technology, 1, p.100 (1960)
- GIFFORD W.E. and HOFFMAN T.E., Advances in Cryogenic Engineering, 6, p.82 (1961)
- GIFFORD W.E., Advances in Cryogenic Engineering, 11, p.152 (1966)

- GIFFORD W.E., KADAIKKAL N. and ACHARYA A., *Advances in Cryogenic Engineering*, 15, p.422 (1970)
- GINOUX J.L., Thèse USMG et INPG, (1983)
- HILBERATH W. And VOWINKEL B., *Cryogenics*, , p.467 (1983)
- JONES J.A. and GOLBEN P.M., *Cryogenics*, 25, p.212 (1985)
- JONES J.A., Papier présenté à CEC, Chicago (1987)
- KIDNAY A.J. and HIZA M.J., *Advances in Cryogenic Engineering*, 12, p.730 (1967)
- KIDNAY A.J. and HIZA M.J., *Cryogenics*, 21, p.271 (1970)
- LANG J.C., Thèse USMG, (1975)
- NAST T., BELL G. and BARNES C., *Advances in Cryogenic Engineering*, 27, p.1117 (1982)
- NBS Monograph 10, (1960)
- PROLABO, Réf No22631
- ROLLAND , communication privée (1987)
- ROUBEAU P., NIGOHOSSIAN G Der et AVENEL O., Colloque international vide et froid, Grenoble, SFITV (1969)
- SHERMAN A., *Astronautics and Aeronautics*, 16, p.39 (1978)
- SHERMAN A., *Advances in Cryogenic Engineering*, 27, p.1007 (1981)
- SIEGWARTH J.D., *Cryogenics*, 16, p.73 (1976)
- STROBRIBGE T.R. and CHELTON D.B., *Advances in Cryogenic Engineering*, 12, p.576 (1967)
- STUART R.W., HOGAN W.H. and ROGERS A.D., *Advances in Cryogenic Engineering*, 12, p.564 (1967)
- TESTARD O., Thèse, rapport CEA R 3073, p.107 (1966)
- THIRUMALESHWAR M. and SUBRAMANYAM S.V., *Cryogenics*, 26, p.177 (1986a)
- THIRUMALESHWAR M. and SUBRAMANYAM S.V., *Cryogenics*, 26, p.547 (1986b)
- TORRE J.P. and CHANIN G., *Rev. Sci. Instrum.*, 55, p.213 (1984)
- TWARD E., MARCUS C., CHAN C.K., GATEWOOD J., STEYERT W.A. and ELLEMAN D.D., *Proceedings of the 9th International Cryogenic Engineering Conference*, p.34 (1982)
- VAN ITTERBEEK A. and VAN DINGENEN W., *Physica*, 5, p.529 (1938)
- VAN ITTERBEEK A., VAN DINGENEN W. and BORGHS J., *Physica*, 6, p.951 (1939)
- VERDIER J. et LOCATELLI M., *Notes de Cryogénie*, CEA-CENG (1986)
- VIAL L., stage d'assistant ingénieur, CRTBT (1987)

- VORREITER J., Contemporary Physics, 21, p.201 (1980)
- WALKER G., Cryocoolers, Plenum Press, New York (1983)
- WEIL L., Éléments des échanges thermiques, Gauthier-Villars (1965)
- YANG L.C., VO T.D. and BURRIS H.H., Cryogenics, 22, p.625 (1982)
- YOUNG D.M. et CROWELL A.D., Adsorption physique des Gaz, Presses Universitaires de France (1967)
- ZIMMERMAN F.J. and LONGSWORTH R.C., Advances in Cryogenic Engineering, 16, p.342 (1970)

RESUME DE LA THESE

Nous avons étudié un cryoréfrigérateur à cycle de Joule -Thomson, permettant d'atteindre les températures de l'hélium liquide.

Le prérefroidissement de la partie Joule-Thomson est assuré par une machine frigorifique à cycle de Gifford-Mc Mahon, dont les performances et les caractéristiques ont été analysées.

La particularité de la boucle Joule-Thomson est d'utiliser un compresseur thermique cryogénique à adsorption. Ce compresseur n'a pas de pièces mécaniques en mouvement et n'utilise comme seule source d'énergie que de l'énergie thermique.

Les isothermes d'adsorption de l'hélium sur le charbon actif à haute pression (0-40 bars) et basse température (10-80 K) ont été mesurées.

Les résultats obtenus ainsi que les calculs de puissance spécifique confirment la faisabilité du circuit.

Un prototype a été réalisé.

Mots clés : adsorption, cryogénie, Gifford-Mc Mahon, Joule-Thomson

We have studied a Joule-Thomson cryocooler which is capable of reaching liquid helium temperature.

The precooling of the Joule-Thomson loop is made by a Gifford-Mc Mahon cycle refrigerator, the performance and characteristics of which have been analyzed.

The distinctive feature of the Joule-Thomson loop is the use of an adsorption cryogenic thermal compressor. This compressor has no moving parts and uses only thermal energy as energy source.

Adsorption isotherms of helium on activated charcoal under high pressure (0-40 bars) and low temperature (10-80 K) have been measured.

Results and calculation of the specific power confirm the feasibility of the circuit.

A prototype has been built.

Keywords : adsorption, cryogenic, Gifford-Mc Mahon, Joule-Thomson

