



HAL
open science

Développement d'un réfrigérateur à dilution prérefroidi par un tube à gaz pulsé

Thomas Prouvé

► **To cite this version:**

Thomas Prouvé. Développement d'un réfrigérateur à dilution prérefroidi par un tube à gaz pulsé. Instrumentations et Détecteurs [physics.ins-det]. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2007. Français. NNT : 2007GRE10017 . tel-00201891

HAL Id: tel-00201891

<https://theses.hal.science/tel-00201891>

Submitted on 12 Jan 2008

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

UNIVERSITÉ JOSEPH FOURIER - GRENOBLE 1
SCIENCES ET GÉOGRAPHIE

THÈSE

en vue de l'obtention du grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ JOSEPH FOURIER

Spécialité : Physique

Présentée et soutenue publiquement par :

THOMAS PROUVÉ

le 26 janvier 2007

DÉVELOPPEMENT D'UN RÉFRIGÉRATEUR À DILUTION
PRÉREFROIDI PAR UN TUBE À GAZ PULSÉ

Composition du Jury :

M. B. CASTAING : Rapporteur

M. R. RAPP : Rapporteur

M. D. THOULOZE

M. H. GODFRIN : Directeur de thèse

M. A. RAVEX : Co-Directeur de Thèse

Centre de Recherches sur les Très Basses Températures
Unité Propre de Recherche 5001 - CNRS
Laboratoire associé à l'Université Joseph Fourier
25 avenue des Martyrs, B.P. 166 X, 38042 Grenoble Cedex 09 - France

Remerciements



Je tiens à remercier :

Messieurs Henri GODFRIN et André SULPICE, successivement directeur du CRTBT, de m'avoir accueilli au sein de leur laboratoire. Ces trois ans de thèse ont été pour moi une grande satisfaction, tant au plan scientifique qu'au plan humain, et je pense que la qualité du laboratoire n'y est pas étrangère.

L'Air Liquide, d'avoir cofinancé cette thèse et de m'avoir permis d'effectuer un travail de développement technologique dans un cadre de recherche publique. La liberté d'action du laboratoire a permis de réagir rapidement aux problèmes rencontrés et de réaliser ainsi un prototype de réfrigérateur convenant aux attentes commerciales, en un temps relativement court. Je remercie Monsieur Alain RAVEX, directeur de la DTA et co-directeur de cette thèse, d'avoir cru et investi dans ce partenariat.

Messieurs Raoul RAPP et Bernard CASTAING pour avoir participé au jury de soutenance de cette thèse en tant que rapporteur et Mr Daniel THOULOZE pour avoir accepté d'être président du jury.

Encore Henri GODFRIN ! Cette fois pour avoir dirigé cette thèse. Son action a été d'intervenir et à bon escient selon le principe que le thésard réalise SA thèse. Il m'a fait confiance en me laissant la liberté de réaliser mes idées et il a su dans le même temps me faire part de son expérience lorsqu'il s'agissait d'orienter les recherches ou d'établir un bilan. Je le remercie par ailleurs pour le temps qu'il a consacré à relire minutieusement mon texte et pour le soin qu'il a apporté à m'inculquer les préceptes d'une écriture scientifique rigoureuse. Son

calme, sa bonne humeur et sa bienveillance, sans compter son stock inépuisable de blagues et histoires insolites font que ces trois années passées en sa compagnie resteront un très bon souvenir.

Sebastien TRIQUENEAUX, pour avoir été mon interlocuteur direct à l'Air Liquide. Nous avons échangé un certain nombre de mails sur divers sujets, comme par exemple les réparations et les livraisons de réfrigérateurs, les visites Sassenage-polygone et polygone-Sassenage, ainsi que les sorties professionnelle-récréatives.

L'équipe des ultra-basses températures avec Valérie, Yoannes, Eddy. Valérie a apporté à l'équipe, tel Lindt, "une touche de finesse dans un monde de brutes". Son pragmatisme nous irradiait tandis que son sens de l'organisation m'a sauvé plus d'une fois ! Grâce à elle, barbecues et soirées sympathiques furent organisés.

Yoannes, dit Jo. Quel plaisir de venir te crier « mahl zeit ! Du sollst dich beeilen ! » Ta compagnie fut fort agréable car il était possible de discuter de tous avec intérêt.

Eddy d'avoir apporté dans l'équipe et surtout dans la salle de "manipe", de la bonne humeur, des connaissances diverses et variées, ainsi qu'un stock de cannettes de coca très bien venu !

Le personnel du laboratoire, avec :

Les secrétaires pour leur prévenance et la bienveillance dont elles ont fait preuve pour régler les questions administratives et les problèmes du quotidien.

Les chaudronniers, mécaniciens, électroniciens et informaticiens pour avoir pris le temps de m'enseigner leur savoir faire et pour m'avoir aidé régulièrement pendant ces trois ans. Il n'y a pas eu un jour où je me sois retrouvé sans aide possible. La plupart sont maintenant des amis que j'ai plaisir à rencontrer.

Les chercheurs pour leur entrain à faire partager leurs connaissances, à s'investir pour dépanner une manipe. Le troc, marchandage et autres prêts sont monnaie courante dans un laboratoire et une telle économie génère une cohésion amicale entre les membres du personnel.

Les amis thésards d'ici et là.

Les compères du soir avec Pascale (pas si brutale), François (ouze) et Vincent (des Cévennes). On aura bu quelques bières au hasard, mangé chez Batman et ouvert nos mirettes au club plus d'une fois. Des vrais jeunes, ma parole !

Julien et Cécile avec qui je suis allé prendre l'air en montagne, là où la course se fait belle, là où la voie est normale et les souvenirs forts. hé bernardo ! pur life is real !

La famille. Merci "juju et soph" pour le ravito et votre gestion intensive du pot ! qui fut fort bon m'a on rapporté. . .

Table des matières

1	Etat de L'art	3
1.1	Historique et principe d'un réfrigérateur à dilution	4
1.1.1	Réalisation technique d'un réfrigérateur à dilution conventionnel	5
1.2	Prérefroidissement de l'injection d' ^3He de 4,2 K à $T_{\text{évaporateur}}$	11
1.2.1	Injection à 4,2 K	11
1.2.2	Prérefroidissement par boîte à 1 K	11
1.2.3	Prérefroidissement par les vapeurs d' ^3He , "Echangeur JT"	13
1.3	Cryostats de réfrigérateurs à dilution	21
1.3.1	Cryostats classiques	21
1.3.2	Cryostats refroidis par machines frigorifiques	23
1.4	Revue bibliographique des réalisations étrangères	24
1.4.1	(1993) / 42 mK Réfrigérateur à dilution et machine Gifford-McMahon	24
1.4.2	(1994) / 35 mK-Réfrigérateur à dilution et machine Gifford-McMahon	27
1.4.3	(1997) / 15 mK-Réfrigérateur à dilution et machine Gifford-McMahon	29
1.4.4	(1999) / 43 mK-Réfrigérateur à dilution et machine hybride Gifford-tube à gaz pulsé	32
1.4.5	(2002) / 15 mK-Réfrigérateur à dilution et tube à gaz pulsé	34
1.4.6	(2004) / 4,3 mK-Réfrigérateur à dilution et tube à gaz pulsé	37
1.5	Conclusion du chapitre "Etat de l'art"	39
2	Tube à gaz pulsé	41
2.1	Fonctionnement de la machine	42
2.1.1	Une détente comme source de froid	42
2.1.2	Cycle de Stirling	42
2.1.3	Réalisation technique du cycle	44
2.2	Caractérisation du PT-405	48
2.2.1	Description générale de la machine	48
2.2.2	Montage expérimental	49
2.2.3	Courbes de puissance mesurées	50
2.3	Source froide à 8K	54
2.3.1	Motivation	54
2.3.2	Enthalpie de l'hélium et charge thermique à 4 K	55
2.3.3	Concept de puissance froide sur le régénérateur	56
2.3.4	Montage expérimental	56
2.3.5	Essais de puissance sur régénérateur	58
2.3.6	Couplage des deux échangeurs	60
2.3.7	Amélioration des performances	62
2.4	Conclusion du chapitre "Tube à gaz pulsé"	64

3	Réfrigérateur COMO	65
3.1	Description générale	66
3.2	Ecran thermique	67
3.2.1	Conception	67
3.2.2	Thermalisation	67
3.2.3	Mise en froid et température d'équilibre	68
3.3	Calorimètre	69
3.3.1	Conception	69
3.3.2	Thermalisation	69
3.3.3	Mise en froid et température d'équilibre	70
3.4	Conclusion du chapitre "réfrigérateur COMO"	72
4	Cryostat d'étude	75
4.1	Travaux sur l'écran thermique	77
4.1.1	Ecran cuivre et tresses en cuivre	77
4.1.2	Ecran aluminium et caloduc azote	90
4.2	Travaux sur le calorimètre	99
4.2.1	Tenue mécanique	99
4.2.2	Thermalisation	102
4.2.3	Mise en froid du calorimètre	107
4.3	Tables de dimensionnement du cryostat	115
4.3.1	Conduction des tubes de connexion au calorimètre entre 300 K et $T_{\text{bride écran}}$	115
4.3.2	Diamètre de l'écran thermique et charge thermique de rayonnement	116
4.3.3	Conduction des tubes de connexion au calorimètre entre $T_{\text{bride écran}}$ et 4 K	117
4.3.4	Rayonnement sur le calorimètre en fonction de son diamètre et de $T_{\text{écran}}$	118
4.3.5	Epaisseur de tôle d'un écran thermique en cuivre en fonction de sa température et de son diamètre	119
4.4	Conclusion du chapitre "Cryostat d'étude"	120
5	Réfrigérateur à dilution	121
5.1	Analyse des performances du réfrigérateur COMO	122
5.1.1	Description de la ligne d'injection ^3He	122
5.1.2	Performances du réfrigérateur	123
5.2	Prérefroidissement 300 K - 3,5 K	125
5.2.1	Méthode de calcul des échangeurs	125
5.2.2	Thermalisation 300 K - T PT1 : Echangeur sur PT1	131
5.2.3	Thermalisation T PT1 - 18 K : Echangeur sur EX1	132
5.2.4	Thermalisation 18 K - 4,8 K : Echangeur sur EX2	132
5.2.5	Thermalisation 4,8 K - 3,5 K : Echangeur sur PT2	133
5.2.6	Pertes de charge dans les échangeurs situés sur PT1 et EX1	133
5.3	Echangeur Joule-Thomson	134
5.3.1	Conception de l'échangeur JT	134
5.3.2	Pertes de charge dans l'échangeur JT	136
5.3.3	Conduction thermique dans l'échangeur JT	137
5.4	Système de pompage	138
5.4.1	Pompage primaire	138
5.4.2	Pompage secondaire	139
5.4.3	Mesure du débit de circulation	140
5.4.4	Caractérisation du système par circulation d' ^4He	140
5.5	Performances	145
5.5.1	Condensation et débit de circulation minimum	145
5.5.2	Pollution de la ligne d'injection	147

5.5.3 Régime de dilution	149
5.6 Conclusion du Chapitre "Réfrigérateur à dilution"	157
6 Conclusion et perspectives	159
A Caractérisation du PT-405 par Cryomech	165
B Propriétés des solides et fluides à basse température	167
C "Chaussette superisolante"	173
D "Photos du cryostat et du réfrigérateur"	175

Table des figures

1.1	Diagramme de phases du mélange $^3\text{He} / ^4\text{He}$ avec $X = \frac{N_3}{N_3+N_4}$ [16]	4
1.2	Schéma d'un réfrigérateur à dilution conventionnel	5
1.3	Pression osmotique de l' ^3He dans l' ^4He superfluide [16]	6
1.4	Caractéristiques de l'évaporateur en fonction de sa température et de celle de la boîte à mélange [16]	7
1.5	Diagramme permettant de calculer la conductance des lignes de pompage en fonction du régime d'écoulement. [22]	9
1.6	Schéma de principe d'un prérefroidissement par boîte à 1 K	12
1.7	Schéma de principe d'un prérefroidissement par les vapeurs d' ^3He	13
1.8	Schématisation de la réduction d'enthalpie de l'injection d' ^3He par échangeur Joule-Thomson	15
1.9	Diagramme P-H de l' ^3He d'après Roubeau	18
1.10	Diagramme P-H de l' ^3He d'après Huang et al [32]	19
1.11	Diagramme P-H de l' ^4He d'après Roubeau	20
1.12	Schéma de principe d'un cryostat pour réfrigérateur à dilution	21
1.13	Schéma et performances du réfrigérateur de Uhlig et Hehn en 1993 [25]	25
1.14	Performances du réfrigérateur de Uhlig et Hehn en 1993 et 1994 [25, 26]	28
1.15	Schéma et performances du réfrigérateur de Uhlig et Hehn en 1997 [27]	30
1.16	Schéma et performances du réfrigérateur de Koike et al en 1999 [28]	32
1.17	Schéma et performances du réfrigérateur de Uhlig en 2002 [29]	35
1.18	Schéma et performances du réfrigérateur de Uhlig en 2001 [30]	37
2.1	Historique des performances des TGP	41
2.2	Schématisation des détentes frigorifiques en cascade	42
2.3	Les quatres phases du cycle de Stirling.	43
2.4	Schéma d'un tube à gaz pulsé classique.	44
2.5	Schématisation des échanges thermiques aux bornes du tube à pulsation	45
2.6	Schématisation des différentes géométries de tubes à gaz pulsé	46
2.7	Schématisation du PT-405 de la marque Cryomech	48
2.8	Photo de l'implantation du TGP, de l'écran thermique réalisé, et des chauffages.	49
2.9	Courbes de puissance du 1er étage	52
2.10	Courbes de puissance du 2ème étage	53
2.11	Ecart d'enthalpie de ^4He entre 18 et 8 bars	55
2.12	Flux d'enthalpie dans le régénérateur	56
2.13	Bilan énergétique lors de l'ajout d'un échangeur dans le régénérateur	56
2.14	Echangeur de chaleur et montage expérimental de caractérisation.	57
2.15	Puissance de régulation P2 en fonction de la puissance appliquée sur les échangeurs EX1 et EX2	59
2.16	Courbes de puissance des échangeurs EX1 et EX2	60
2.17	Combinaison de puissance sur les échangeurs EX1 et EX2	61
3.1	COMO : Dessin technique du réfrigérateur et détail du calorimètre	66
3.2	COMO : Illustration de la thermalisation de l'écran thermique	68

3.3	COMO : Mise en froid de l'écran thermique	68
3.4	COMO : Illustration du calorimètre et de la thermalisation au TGP	70
3.5	COMO : Mise en froid du calorimètre	70
4.1	Dessin technique de la partie commune aux deux réfrigérateurs	77
4.2	Photos du montage de thermalisation par tresses en cuivre. "a" blocs de serrage, "b" bride en λ	78
4.3	Résistances thermiques de contact Cuivre-Cuivre et Inox-Inox en fonction de la température et pour différentes forces de serrage : F_0 : 2 à 7Kg, F_1 : supérieure à 10Kg, F_2 : plusieurs dizaines de Kg	79
4.4	Résistances thermiques de contact Cuivre-Cuivre et Inox-Inox en fonction de la température, pour différents médiums de contact.	80
4.5	Relation entre la pression sur la paroi d'une enceinte et l'effort de traction dans celle-ci.	81
4.6	Schématisation du flux de chaleur dans l'écran et dans la ceinture en cuivre. "a" cas d'étude avec flux uniformément réparti, "b" cas réel avec une concentrations du flux aux zones froides de la ceinture.	83
4.7	Montage des thermomètres lors des mises en froid "tresses directes" a : Bride en λ ; b : Blocs de serrage ; c : Ceinture opposée ; d : bride écran	85
4.8	Bilan thermique du montage de thermalisation par tresses directes avec l'écran non superisolé	85
4.9	Bilan thermique du montage de thermalisation par tresses directes avec l'écran superisolé	87
4.10	Mise en froid de l'écran avec thermalisation par tresses directes	88
4.11	Comparaison des températures de PT1 et du refroidissement de l'écran	88
4.12	Puissance froide du premier étage au court du refroidissement et courbe de puissance du PT1 sans charge sur PT2 de 30 K à 170 K	89
4.13	Tableau comparatif des caractéristiques d'écran en cuivre et en aluminium	91
4.14	Schéma du caloduc à azote. "A" écran aluminium, "B" ceinture cuivre, "C" évaporateur azote, "D" fuite thermique, "E" condenseur azote, "F" ligne azote liquide, "G" séparateur de phases, "H" ligne azote gazeux	94
4.15	Illustration du caloduc à azote	95
4.16	Mise en froid de l'écran thermique en aluminium	97
4.17	Puissance froide du Caloduc en fonction de T PT1 et du temps de refroidissement	98
4.18	Vue en coupe de la bride du calorimètre	100
4.19	Photo de la bride inox du calorimètre avec ses pieds de thermalisation en cuivre	100
4.20	Photo du calorimètre inox et de sa thermalisation cuivre	101
4.21	Schéma de la thermalisation du calorimètre. En "a" la bride centrale de thermalisation 4 K, en "b" la plaque 4 K et en "c" la thermalisation de l'enceinte du calorimètre	103
4.22	Détails de la thermalisation du calorimètre, avec de gauche à droite : la thermalisation centrale de la bride, les connections magnétoformées et brasées des tresses en cuivre et la thermalisation du disque 4 K	104
4.23	Détails du raccordement par soudure étain des liens thermiques sur la bride de thermalisation au tube à gaz pulsé	105
4.24	Le graphique de gauche présente la conductivité de l' ^4He à 400 mB en fonction de la température en $\text{mW.cm}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Le graphique de droite représente la résistance thermique entre la plaque 4 K et l'évaporateur en absence de convection	106
4.25	Pompage du calorimètre avec l'enceinte thermalisée par du ruban adhésif en cuivre	108
4.26	Pompage du calorimètre avec l'enceinte thermalisée avec des méplats en cuivre	109
4.27	Bilan thermique du calorimètre sous vide, thermalisé par la bride centrale	109

4.28	Détails de la thermalisation de l'enceinte du calorimètre au tube à gaz pulsé . .	110
4.29	Pompage du calorimètre avec l'enceinte thermalisée avec des méplats en cuivre et connectée thermiquement au tube à gaz pulsé	111
4.30	Schéma thermique du calorimètre sous vide avec thermalisation de la bride centrale et de l'enceinte sur le tube à gaz pulsé.	111
4.31	Mise en froid du calorimètre avec refroidissement par la plaque 4 K seule	112
4.32	Mise en froid du calorimètre avec refroidissement par la plaque 4 K et par les tresses en cuivre de l'enceinte. Le thermomètre "tresses calo" est placé à la liaison entre les tresses de thermalisation de l'enceinte et le méplat en cuivre soudé aux barres en cuivre de l'enceinte.	113
4.33	Réduction des découplages thermiques lors du prérefroidissement du calorimètre grâce à la thermalisation du calorimètre	113
4.34	Comparaison des températures des étages du tube à gaz pulsé entre les mises en froid avec et sans tresses de thermalisation sur l'enceinte du calorimètre . . .	114
4.35	Rayonnement thermique sur l'écran (W) en fonction de son diamètre et de sa température	116
4.36	Température (K) du premier étage du tube à gaz pulsé en fonction du diamètre de l'écran thermique d'une longueur de un mètre lorsque le deuxième étage est chargé avec moins de 750 mW	116
4.37	Charge thermique de conduction (mW) sur la bride du calorimètre en fonction de la température de la bride de l'écran thermique	117
4.38	Charge thermique par rayonnement (mW) sur le calorimètre de longueur 75 cm, en fonction de son diamètre et de la température de l'écran thermique	118
4.39	Epaisseur (mm) de tôle d'un écran en cuivre de longueur 1 m en fonction de son diamètre et de sa température maximum admissible. Le ΔT entre le haut de l'écran et le premier étage du tube à gaz pulsé est pris égal à 5 K dans tous les cas.	119
5.1	Schématisation de la thermalisation du capillaire d'injection sur le réfrigérateur COMO	122
5.2	COMO : Photos de l'échangeur spiralé	123
5.3	Courbes de puissance du réfrigérateur COMO	124
5.4	valeurs de $\alpha = PV/RT$ et de C_p pour l' ^4He à une pression de 5 bars [8]	127
5.5	Charge thermique sur le premier étage et sa température en fonction du débit d' ^4He	128
5.6	Charge thermique sur l'échangeur EX1 à 18 K et sur l'échangeur EX2 à 4,8 K en fonction du débit d' ^4He	128
5.7	Schéma de principe du calcul par éléments finis de la température dans les échangeurs	130
5.8	Profils de température de l' ^4He dans l'échangeur situé sur PT1	131
5.9	Profils de température de l' ^4He dans l'échangeur situé sur EX1	132
5.10	Viscosité des vapeurs d' ^3He et schématisation d'un écoulement et d'un échange de chaleur dans une conduite cylindrique en écoulement laminaire	134
5.11	Photos de l'échangeur vapeur type "calibré"	135
5.12	Schéma coté de l'échangeur type "calibré"	136
5.13	Pertes de charge calculées pour l'échangeur JT en fonction du débit d' ^3He et de la pression de pompage correspondant à différentes températures d'évaporateur	137
5.14	Caractéristiques de la pompe à palettes Edwards E2M18	138
5.15	Caractéristiques des pompes turbomoléculaires Leybold TW300H et TW701 pour de l' ^4He	139
5.16	Etalonnage de la jauge de pression Pirani	140

5.17	Comparaison du débit mesuré à partir de la pression sur les pompes primaires avec le débit théorique calculé en fonction de la puissance appliquée sur l'évaporateur et de la chaleur latente de l' ^4He à $T_{\text{évaporateur}}$	141
5.18	Température de l'évaporateur et pression de pompage en fonction du débit d' ^4He	142
5.19	Comparaison de la pression mesurée sur la pompe turbomoléculaire avec les données du constructeur	143
5.20	Pertes de charge entre le banc de pompage et l'évaporateur en fonction du débit d' ^4He	144
5.21	Calcul de la température de l'évaporateur en fonction du débit d' ^3He	144
5.22	Proportion de la phase liquide et de la phase gazeuse dans l'impédance Z1 en fonction de sa thermalisation.	148
5.23	Courbes de puissance du réfrigérateur avec deux échangeurs discrets	149
5.24	Courbes de puissance du réfrigérateur avec l'échangeur continu seulement	150
5.25	Température de la boîte à mélange en fonction du débit d' ^3He et débit d' ^3He en fonction de la puissance de chauffage sur l'évaporateur	151
5.26	Température de l'évaporateur en fonction du débit de circulation et comparaison avec le calcul établi à partir des pressions de pompage obtenues lors de la circulation en ^4He	152
5.27	Comparaison du débit total mesuré avec le débit total théorique calculé en fonction du débit d' ^3He	152
B.1	Conductibilité du cuivre entre 300 et 50 K forme suivante : $k = 4 + aT^{-3}$ avec $a=47,35.10^4 \text{ W.K}^2.\text{cm}^{-1}$	170
D.1	Vue d'ensemble du cryostat à dilution	175
D.2	Vue d'ensemble de la canne à dilution	176
D.3	Détails : "A" bride du calorimètre; "B" plaque 4 K; "C" échangeur JT; "D" mesure de température et de pression avant la détente JT; "E" Evaporateur et bride porte écran	177
D.4	Calorimètre et réfrigérateur à dilution. "A" Evaporateur; "B" Echangeur continu; "C" échangeur discrets; "D" boîte à mélange	178

INTRODUCTION

Les réfrigérateurs à dilution constituent, depuis maintenant une cinquantaine d'années, un moyen efficace d'obtenir des très basses températures. La mise en oeuvre de ces réfrigérateurs nécessite la consommation d'hélium liquide, ce qui en limite leur utilisation aux laboratoires disposant de liquéfacteurs ou d'une capacité de livraison en hélium réaliste.

Les machines frigorifiques cryogéniques Gifford Mac-Mahon puis les tubes à gaz pulsé ont, au cours de développements technologiques, commencé à atteindre des performances permettant d'imaginer leur utilisation en substitution des bains d'hélium comme moyen de prérefroidissement des réfrigérateurs à dilution ; elles permettraient ainsi de réaliser des appareils autonomes.

Le CRTBT et l'Air Liquide se sont intéressés à la possibilité d'un tel couplage et un prototype commercial refroidi par tube à gaz pulsé a été réalisé et vendu en 2001. Ce réfrigérateur autonome permet d'atteindre des températures inférieures à 10 mK et d'obtenir une puissance de $300 \mu W$ à 100 mK . Néanmoins, la conception de ce premier appareil est basée sur l'adaptation d'un modèle classique à bain d' ^4He . Les performances réduites de ce réfrigérateur concernant le prérefroidissement du cryostat et la condensation du mélange sont les revers de son autonomie.

Cette thèse a été effectuée dans le cadre de la collaboration entre le CNRS et l'Air Liquide pour la conception et la commercialisation de réfrigérateurs à dilution. Elle avait pour objectif la conception d'un réfrigérateur à dilution spécifiquement adapté à un refroidissement par tube à gaz pulsé, de manière à atteindre des performances comparables en tous points aux réfrigérateurs classiques de moyenne puissance. Nous présentons dans ce mémoire les travaux que nous avons réalisés.

Dans le premier chapitre nous décrivons le principe de fonctionnement d'un réfrigérateur à dilution en insistant sur les conditions nécessaires de prérefroidissement pour que celui-ci puisse fonctionner correctement. Nous présentons les principales caractéristiques des cryostats pour réfrigérateurs à dilution en donnant les différences de conception entre un cryostat classique à ^4He liquide et un cryostat refroidi par tube à gaz pulsé. Enfin nous proposons une revue bibliographique des réalisations effectuées jusqu'à maintenant.

Dans le second chapitre nous nous intéressons au tube à gaz pulsé. Nous décrivons dans un premier temps le principe de fonctionnement et la réalisation technique de ces machines et donnons ensuite les résultats des essais de caractérisation en puissance du tube à gaz pulsé utilisé pendant cette thèse. Nous introduisons ensuite le concept de puissance froide disponible sur le régénérateur du deuxième étage du tube à gaz pulsé et présentons les résultats expérimentaux de nos essais.

Dans le troisième chapitre nous présentons le cryostat du prototype CRTBT-AL. Nous en décrivons la conception et présentons les résultats d'une mise en froid. Cela nous conduit à une première analyse des éléments de conception à modifier pour effectuer un couplage spécifiquement adapté aux tubes à gaz pulsé.

Dans le quatrième chapitre nous présentons la conception et la réalisation du cryostat refroidi par tube à gaz pulsé développé pendant cette thèse. Nous abordons tout d'abord les travaux liés à l'écran thermique pour décrire ensuite la réalisation du calorimètre et le prérefroidissement du réfrigérateur à dilution. Nous concluons ce chapitre par la présentation de tables de dimensionnement permettant d'obtenir les cotes de l'écran thermique et celles du calorimètre en fonction des températures des étages du tube à gaz pulsé que l'on souhaite atteindre.

Dans le cinquième chapitre nous abordons l'intégration du réfrigérateur à dilution dans notre cryostat d'étude. La conception et les performances du prototype CRTBT-AL sont présentées, puis nous décrivons nos réalisations avec le développement d'une ligne d'injection prérefroidie sur les étages du tube à gaz pulsé. Cette ligne utilise notamment des nouveaux échangeurs sur le tube à gaz pulsé que nous avons conçus et étudiés pendant cette thèse. La conception d'un échangeur Joule-Thomson compact est présentée. Nous décrivons ensuite le dimensionnement du système de pompage ^3He ainsi que les résultats d'une mesure de test réalisée par une circulation en ^4He .

Enfin, nous présentons et analysons les performances obtenues avec notre réfrigérateur à dilution quant à la condensation du mélange $^3\text{He}/^4\text{He}$ et aux températures et débits de circulation ^3He atteints.

ETAT DE L'ART

La physique des basses températures n'a eu de cesse de développer méthodes et techniques afin d'explorer l'état de la matière à des températures toujours plus basses. Avec le zéro absolu comme limite physique et métaphysique, les pionniers cryogénistes ont tour à tour franchi les barrières du froid en liquéfiant oxygène, azote, hydrogène et enfin ^4He et ^3He .

La réfrigération par bain de fluides cryogéniques pressurisés est une méthode largement répandue. Le bain d' ^3He pompé permet d'atteindre des températures de l'ordre de 300 mK. Il est techniquement difficile d'atteindre des températures plus basses car la pression de vapeur de l' ^3He devient alors très faible et des groupes de pompage performants, donc onéreux, doivent être utilisés pour gagner quelques dizaines de millikelvins seulement.

La désaimantation adiabatique est une alternative à l'utilisations des bains pompés et permet d'obtenir des températures de l'ordre du millikelvin. Son principe de fonctionnement ne permet pas d'obtenir une puissance frigorifique importante de manière continue.

Le réfrigérateur à dilution permet d'atteindre avec une relative facilité des températures inférieures à 50 mK et, avec un certain savoir faire, des températures inférieures à 5 mK. Il est l'appareil incontournable dans toute expérience de physique aux très basses températures.

Dans ce chapitre nous décrivons le principe de la réfrigération à dilution et présentons le principe de fonctionnement et la réalisation d'un réfrigérateur à cycle fermé conventionnel.

Par la suite nous nous intéresserons plus particulièrement au prérefroidissement de l'injection d' ^3He des réfrigérateurs et présenterons deux méthodes classiques permettant de refroidir l'injection de 4,2 K à la température de l'évaporateur de la dilution.

Enfin, une revue bibliographique des réalisations étrangères sera effectuée et permettra d'insister sur les spécificités d'un cryostat prérefroidi par tube à gaz pulsé.

1.1 Historique et principe d'un réfrigérateur à dilution

C'est en 1951 que H. London [15] évoque la possibilité de produire un effet de réfrigération en diluant de l' ^3He dans de l' ^4He superfluide.

Le mélange $^3\text{He}/^4\text{He}$ est parfaitement miscible à des températures supérieures à 860 mK environ. A plus basse température, en fonction des proportions en ^3He , le mélange se sépare en deux phases distinctes :

- Une phase lourde, dite "diluée", riche en ^4He avec une certaine quantité d' ^3He .
- Une phase légère, dite "concentrée", riche en ^3He avec une certaine quantité d' ^4He .

Les concentrations respectives des deux phases sont données par le diagramme de phases donné par le graphique de la figure 1.1. Nous constatons sur ce diagramme, qu'à très basse température les deux phases sont encore présente et que la concentration en ^3He se stabilise à 6,4 % dans la phase diluée

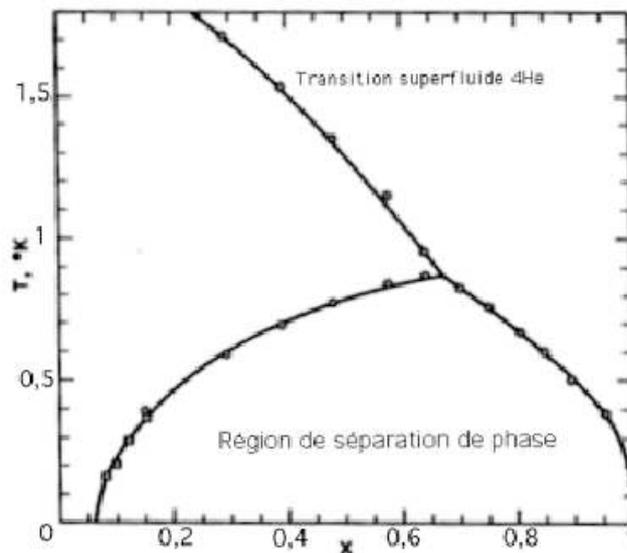


FIG. 1.1: Diagramme de phases du mélange $^3\text{He} / ^4\text{He}$ avec $X = \frac{N_3}{N_3 + N_4}$ [16]

L'enthalpie de la phase concentrée est plus faible que celle de la phase diluée. De ce fait, si dans un système isolé de l' ^3He est dilué dans de l' ^4He de manière réversible, la température du système diminue.

La puissance frigorifique d'un réfrigérateur est égale au produit du débit de dilution d' ^3He par la différence d'enthalpie entre les deux phases. L'expression numérique de cette puissance est donnée par l'équation 1.1.

$$\dot{Q} \text{ (}\mu\text{W)} = \dot{n} 3(94,5 T_d^2 - 12,5 T_c^2) \text{ avec } \dot{n} \text{ en } \mu\text{moles.s}^{-1} \text{ et } T \text{ en } K \quad (1.1)$$

Nous constatons qu'à l'équilibre thermique du réfrigérateur, lorsque aucune puissance n'est appliquée sur le système où est effectuée la dilution, le rapport $\frac{T_c}{T_d}$ est égal à 2,75.

Lorsque la puissance de chauffage appliquée sur la phase diluée est importante, il advient que $T_C = T_D$. La puissance froide du réfrigérateur est alors donnée par l'équation 1.7.

$$\dot{Q} \text{ (}\mu\text{W)} = 82 \cdot \dot{n} \cdot T^2 \text{ avec } \dot{n} \text{ en } \mu\text{moles.s}^{-1} \text{ et } T \text{ en } K \quad (1.2)$$

La réfrigération par dilution peut être vue comme une évaporation de l' ^3He dans dans l' ^4He . Le pompage de l' ^3He à travers l' ^4He permet de s'affranchir de la faible pression de vapeur de l' ^3He . Il devient donc possible d'atteindre des très basses températures sans recourir à des groupes de pompage très sophistiqués.

1.1.1 Réalisation technique d'un réfrigérateur à dilution conventionnel

L'obtention de très basses températures en continu nécessite d'une part le mélange continu d' ^3He et d'autre part l'isolation thermique du système où est effectué le mélange de manière à que la puissance frigorifique de mélange puisse en abaisser la température.

Nous présentons ici le principe puis les spécificités de la réalisation technique d'un réfrigérateur à dilution conventionnel.

L'architecture du réfrigérateur à dilution est présentée à travers le schéma de la figure 1.2.

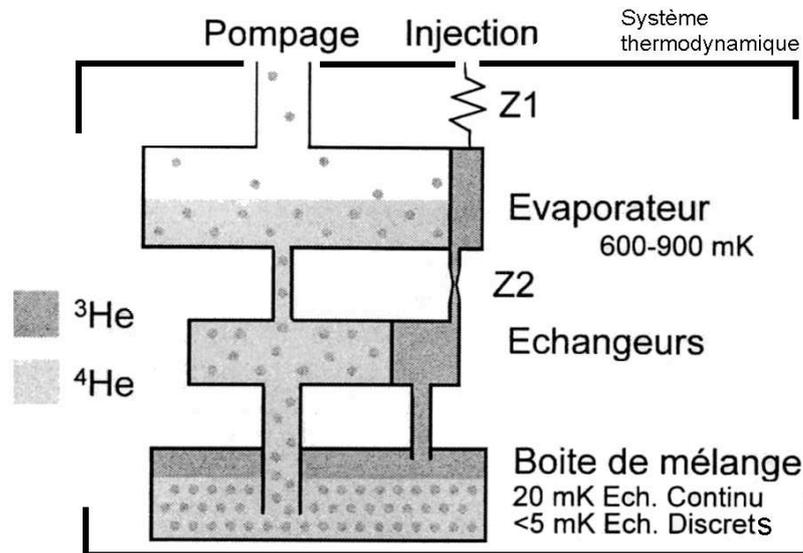


FIG. 1.2: Schéma d'un réfrigérateur à dilution conventionnel

Considérons la boîte à mélange remplie d'un mélange d' $^3\text{He}/^4\text{He}$. En dessous de 860 mK le mélange se sépare en deux phases avec des proportions d' ^3He données par le graphique de la figure 1.1. La phase concentrée, plus légère, se place au dessus de la phase diluée. A l'équilibre thermodynamique, les concentrations en ^3He des deux phases sont stables, il n'y a pas de dilution.

Pour forcer la dilution de l' ^3He , il est nécessaire de rompre l'équilibre établi en enlevant de l' ^3He à la phase diluée. Pour ce faire, celle-ci est connectée à un évaporateur où l' ^3He est extrait par distillation. Entre la boîte à mélange et l'évaporateur, il s'établit un gradient de concentration d' ^3He dans la phase diluée de manière à ce qu'à l'équilibre la pression osmotique soit constante. Comme le montre le diagramme de la figure 1.3, si la concentration en ^3He est d'environ 6,4% dans la boîte à mélange, elle est de l'ordre de 1% dans l'évaporateur à l'équilibre osmotique. Le pompage de l' ^3He au niveau de l'évaporateur crée un gradient de pression osmotique qui provoque un flux d' ^3He depuis la boîte à mélange à travers l' ^4He superfluide qui reste statique.

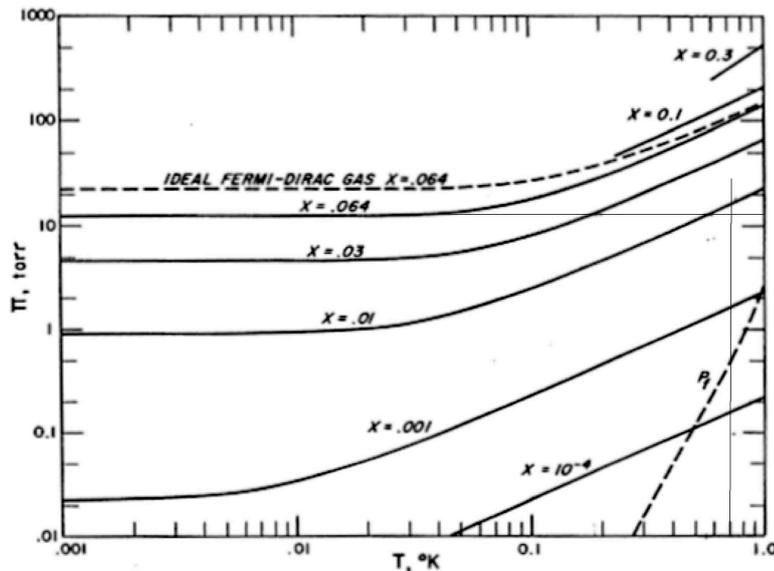


FIG. 1.3: Pression osmotique de l' ^3He dans l' ^4He superfluide [16]

L' ^3He évaporé est réinjecté dans le haut de la boîte à mélange après avoir été prérefroidi sur l'évaporateur et dans des échangeurs avec la phase diluée. Le prérefroidissement de l'injection d' ^3He par le dilué diminue les entrées de chaleur dans la boîte à mélange et permet de repousser l'équilibre de la boîte aux très basses températures.

Le principe des réfrigérateurs à dilution "conventionnels" est donc de circuler de l' ^3He à travers de l' ^4He superfluide. Ce procédé de dilution est le plus répandu et permet d'atteindre des températures proches du millikelvin [18, 20, 22].

1.1.1.1 Boîte à mélange

La boîte à mélange est réalisée en cuivre afin d'assurer une bonne thermalisation des échantillons. Les échanges de chaleur entre l'hélium et la boîte à mélange se font seulement par les phonons, et la résistance thermique, appelée résistance de Kapitza, est importante à basse température. Afin de limiter le découplage thermique de la boîte à mélange, des frittés d'argent présentant des surfaces d'échange de plusieurs dizaines de m^2 sont systématiquement utilisés.

1.1.1.2 Evaporateur

Le rôle de l'évaporateur est de séparer l' ^3He de l' ^4He par distillation. Le réfrigérateur est d'autant plus performant que l' ^3He est extrait avec une grande pureté. La circulation d' ^4He est pénalisante en deux points : d'une part cela augmente le débit total inutilement et dégrade les performances des échanges de chaleur entre injection et pompage de l' ^3He ; d'autre part, lorsque l'injection contient beaucoup d' ^4He , il y a démixtion lorsque la température tombe sous 860 mK et cela peut entraîner une charge thermique non négligeable sur les échangeurs entre l'évaporateur et la boîte à mélange.

A travers les trois graphiques de la figure 1.4 nous avons regroupé les caractéristiques du mélange dans l'évaporateur. Cela nous permet de déduire que l'évaporateur doit travailler à des températures inférieures à 1 K.

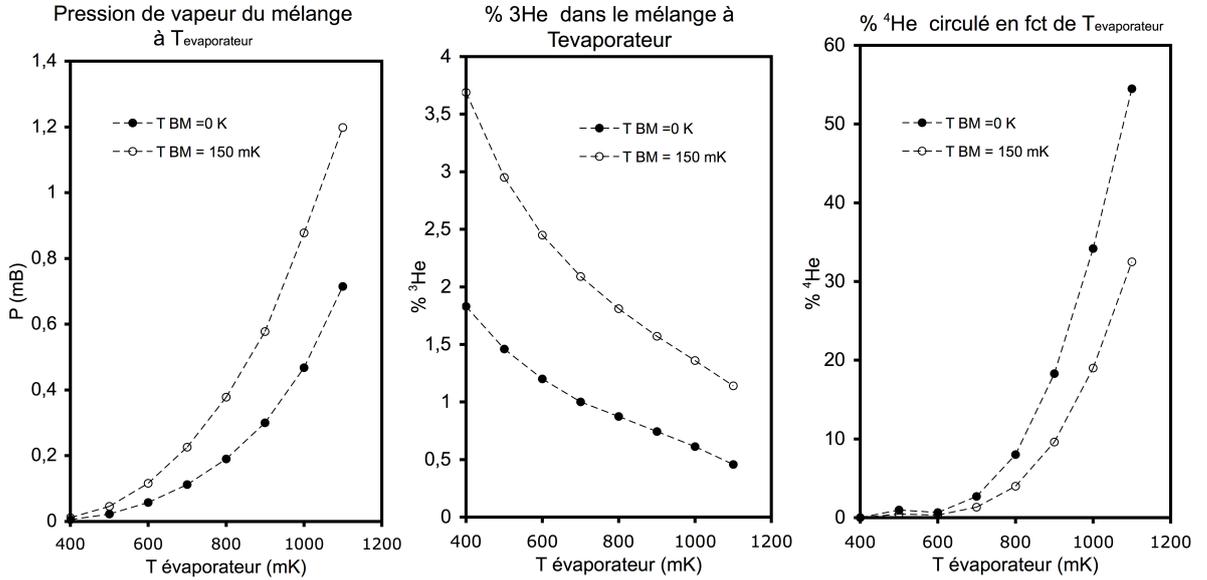


FIG. 1.4: Caractéristiques de l'évaporateur en fonction de sa température et de celle de la boîte à mélange [16]

L'évaporateur est en cuivre et sa surface de contact avec le mélange peut être augmentée ou non par la réalisation d'ailettes dans sa partie basse s'il est envisagé de thermaliser un écran ou des échantillons sur celui-ci. Son aspect est d'ordinaire assez plat de manière à offrir une surface libre importante au pompage de l' ^3He . Par ailleurs, aux températures de travail l' ^4He est superfluide. Sans précautions particulières un film de Rollin apparaît sur le tube de pompage ^3He et court-circuite l'évaporateur avec les parties plus chaudes du cryostat ; cela entraîne un débit d' ^4He qui dépend du périmètre du tube de pompage selon l'équation 1.3 [17].

$$\dot{n}_{4f} (\mu.mole.s^{-1}) = 22,6 * \phi \text{ avec } \phi (\text{diametre du diaphragme}) \text{ en cm} \quad (1.3)$$

Pour palier à cela, deux moyens techniques sont utilisés. Le premier est de disposer un diaphragme en entrée du tube de pompage [17, 20] afin de diminuer le débit circulé. Le second moyen est d'évaporer le film juste après l'entrée dans le tube de pompage en chauffant la paroi du tube. Cela permet de maîtriser le débit d' ^4He circulé. Dans notre cas d'étude, l'évaporateur dispose seulement d'un diaphragme.

Le pourcentage d' ^4He circulé dépend donc du débit total circulé et de la température de l'évaporateur. Aux faibles débits ($< 100 \mu.mole.s^{-1}$) le pourcentage est non négligeable à cause du film superfluide et à forts débits, le pourcentage peut devenir important si la température de l'évaporateur augmente trop. Pour chaque réfrigérateur, il y a donc un débit de distillation optimum.

1.1.1.3 Pompage et injection de l' ^3He

Comme nous le montre le premier graphique de la figure 1.4, les pressions de pompage de l'évaporateur varient entre 10^{-2} et 10^{-3} mB. Suivant les débits que l'on souhaite atteindre, il

est nécessaire de dimensionner conjointement le groupe de pompage et le circuit de pompage de la température de l'évaporateur à 300 K afin d'obtenir une pression de pompage sur l'évaporateur suffisamment basse.

• *Groupe de pompage*

Pour des faibles débits de circulation (inférieurs à 100 $\mu\text{moles/s}$) un groupe de pompage primaire peut suffire. Une pompe à palettes de 36 m^3/h permet de tenir un débit de 50 $\mu\text{moles/s}$ à une pression de pompage de 0,1 mB qui, sans pertes de charge dans les lignes de pompage, assure une température d'évaporateur comprise entre 600 et 700 mK suivant la température de la boîte à mélange.

Lorsqu'il est nécessaire de circuler des débits importants, il devient difficile de garder des faibles pressions à partir de groupes de pompage primaires. Des pompes à palettes de 60 m^3/h ne peuvent en effet circuler que 75 $\mu\text{moles/s}$ à une pression de 0,1 mB. L'utilisation d'un étage de pompage secondaire permet de pallier à ce problème. Les pompes Roots réduisent d'un facteur 10, dans leur gamme d'utilisation, la pression de pompage des pompes primaires, ce qui permet d'utiliser ces dernières jusqu'à 1 mB en gardant une pression de pompage de 0,1 mB. Les débits de circulation d'un groupe Roots 500 m^3/h couplé à une pompe primaire de 60 m^3/h permet de circuler 600 $\mu\text{moles/s}$ à une pression de 0,1 mB [22]. Il est possible d'obtenir des facteurs de compression supérieurs à ceux des Roots en utilisant des pompes turbomoléculaires. L'utilisation de telles pompes est néanmoins plus complexe car le facteur de compression dépend de la pression à laquelle la pompe travaille. Il peut aller jusqu'à 30 lorsque la pompe est utilisée entre 10^{-3} et 10^{-2} mB, mais diminue fortement lorsque la pression monte vers 10^{-1} mB, pour atteindre des facteurs de compression inférieurs à 10. Ces pompes ont par ailleurs l'avantage d'être sèches et de ne générer que très peu de vibration. Il est de ce fait envisageable de les monter directement sur le cryostat et cela permet d'utiliser ensuite une ligne de pompage de faible section.

• *Lignes de pompage*

Les pertes de charge dans les lignes de pompage dépendent de la conductance de celles-ci. La conductance dépend de la température du gaz et de la pression de pompage qui détermine le régime de l'écoulement. Le calcul de la conductance est donné par l'équation 1.4.

$$C = \alpha \frac{D^3}{L} \sqrt{T} J \quad (1.4)$$

avec $\alpha=2.2$ pour l' ^3He et 1,9 pour l' ^4He

C est la conductance en $\text{L}\cdot\text{s}^{-1}$, D est le diamètre de la ligne et L sa longueur, tous deux exprimés en cm, T est la température en kelvins. Le facteur J dépend du régime d'écoulement, visqueux ou moléculaire. Ce facteur est obtenu à partir du diagramme [22] de la figure 1.5, en fonction de $X = \frac{D\bar{P}}{T^{1,147}}$ où \bar{P} est la pression moyenne en torr.

Le calcul des pertes de charge sur une ligne de pompage d'évaporateur revient à calculer et à additionner les pertes de charge de chaque tronçon de ligne de conductance C_i à la

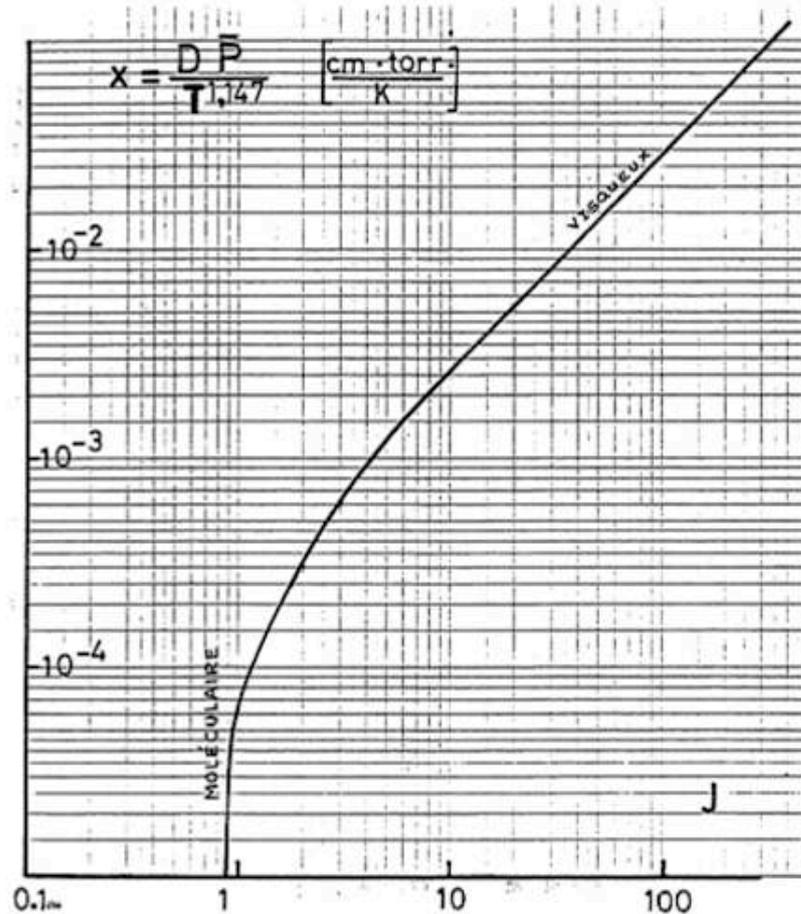


FIG. 1.5: Diagramme permettant de calculer la conductance des lignes de pompage en fonction du régime d'écoulement. [22]

température T_i . On obtient la formule générale 1.5 suivante :

$$\Delta P \text{ (en torr)} = 6,24 \cdot 10^{-5} \cdot \dot{n} \cdot \sum \frac{T_i}{C_i} \text{ avec } \dot{n} \text{ en } \mu \text{moles/s} \quad (1.5)$$

• Injection

L' ^3He est réinjecté dans le réfrigérateur à la température ambiante. L'adaptation de la pression d'injection à la pression de pompage est déterminée en fonction de la température de condensation de l' ^3He ainsi que du débit nominal de circulation du réfrigérateur. Deux impédances, notées Z1 et Z2 sur le schéma de la figure 1.2, permettent d'effectuer le réglage du réfrigérateur. Z1 assure une détente isenthalpique. Cette impédance permet d'obtenir une pression d'injection suffisante pour condenser ou tout du moins minimiser l'enthalpie de l' ^3He avant l'évaporateur. Z2 assure une détente soit isenthalpe, soit thermalisée au contact de la phase diluée. Elle permet de garder une pression suffisamment haute sur l'évaporateur et le début de l'échangeur continu pour éviter la revaporisation de l' ^3He en sortie de Z1. La tension de vapeur de l' ^3He est ensuite faible et il n'est plus nécessaire de garder l'injection sous pression.

Les impédances Z1 et Z2 sont calculées à température ambiante [35] à partir de l'équation 1.6. Lors de nos calculs d'impédances nous utilisons une viscosité de l' ^4He égale

à $196 \mu.dynes.s.cm^{-2}$.

$$Z (cm^{-3}) = \frac{P_{entre}^2 - P_{sortie}^2}{\Delta\dot{V}\eta_{He\ gaz}P_{sortie}} \quad (1.6)$$

Avec P en $dynes.cm^{-2}$ (10^{-6} bar), $\eta_{He\ gaz}$ en $dynes.s.cm^{-2}$ (poise) et $\Delta\dot{V}$ en $cm^3.s^{-1}$

La calibration est effectuée à température ambiante, généralement sous un bar de pression d' 4He par rapport à l'atmosphère. Dans ces conditions les impédances sont souvent exprimées en fonction du volume d' 4He débité en une minute.

1.1.1.4 Echangeurs

La température d'équilibre de la boîte à mélange est atteinte lorsque les entrées de chaleur sur celle-ci, majoritairement l'injection d' 3He , sont égales à ce que la dilution de l' 3He peut absorber. Comme cela a déjà été dit précédemment, la température de la phase diluée est inférieure d'un facteur 2,8 à la température de l' 3He entrant. Pour atteindre des très basses températures, l' 3He introduit dans la boîte à mélange doit donc être nécessairement prérefroidi par la phase diluée remontant de la boîte à mélange vers l'évaporateur.

Deux types d'échangeurs sont utilisés en fonction des températures que l'on souhaite atteindre.

- Les échangeurs continus permettent d'atteindre des températures de l'ordre d'une vingtaine de millikelvins. Leur construction par tubes concentriques offre des surfaces d'échange de quelques dizaines de dm^2 et permet de par leur longueur importante d'assurer un bon découplage thermique de la boîte à mélange par rapport à l'évaporateur.

- Les échangeurs de type discret sont utilisés en série avec un échangeur continu pour atteindre des températures jusqu'à 2 mK. Utilisés à partir de 20 à 30 mK, ces échangeurs doivent comporter des surfaces d'échange importantes pour vaincre la résistance de Kapitza. Ils utilisent donc des frittés d'argent de plusieurs mètres carrés de surface d'échange. Leurs conceptions et dimensionnements ont largement été étudiés au CRTBT [18, 22, 20].

La conception d'un réfrigérateur nécessite d'avoir pris en compte tous les phénomènes physiques mis en jeu. Les propriétés de l' 3He , de l' 4He superfluide, du mélange $^3He/^4He$, ainsi que les échanges thermiques, la mécanique des fluides et la technologie des basses températures font de ces réfrigérateurs un sujet d'étude complexe. Une présentation plus détaillée est disponible dans certaines publications telles que celles de J. Wheatley et son équipe [33, 34].

Les éléments du réfrigérateur étudiés dans cette thèse seront présentés en détail en temps voulu.

1.2 Prérefroidissement de l'injection d' ^3He de 4,2 K à $T_{\text{évaporateur}}$

Nous nous proposons d'étudier le fonctionnement du réfrigérateur à dilution en établissant un bilan d'enthalpie sur celui-ci. Cela nous permettra de comprendre la nécessité de prérefroidir l'injection d' ^3He et de mesurer l'efficacité des méthodes mises en oeuvre à l'heure actuelle.

Nous choisissons comme système thermodynamique l'ensemble du réfrigérateur à dilution avec comme entrée de chaleur, l'injection d' ^3He avant l'impédance Z_1 , et comme sortie de chaleur les vapeurs d' ^3He issues de l'évaporateur. Ce système est représenté par le schéma de la figure 1.2 page 5 ainsi que sur les schémas 1.6 et 1.7 donnés ci-après.

Selon le premier principe de la thermodynamique appliqué à ce système, on obtient l'équation d'équilibre suivante :

$$0 = \dot{Q} + \dot{n}_3(H_{3\text{injection}} - H_{3\text{pompage}}) \quad (1.7)$$

Avec \dot{Q} en W la puissance appliquée sur l'évaporateur (égale à l'équilibre à la somme des pertes thermiques et de la puissance de chauffage de l'évaporateur), \dot{n}_3 en moles. s^{-1} et H_3 en J.moles^{-1} .

Afin de réaliser nos calculs, nous avons utilisé deux diagrammes P-H de ^3He . Celui de Roubeau [17] couvre la gamme 0-3 bars de 0 à 4,2 K et celui de Huang et collaborateurs [32] qui couvre la gamme 0-100 bars de 0 à 20 K.

1.2.1 Injection à 4,2 K

Pour des valeurs positives de \dot{Q} , l'équation 1.7 n'a de solution que si les vapeurs d' ^3He issues de l'évaporateur ont une enthalpie supérieure ou égale à l'enthalpie de ^3He injecté. L'enthalpie de ^3He à 4,2 K est minimum à 4 bars (voir le diagramme P-H page 1.10), et vaut alors environ 52 J.mole^{-1} . Sur le diagramme P-H page 1.9 nous trouvons qu'à basse pression une telle enthalpie nécessite une température d'évaporateur supérieure à 1,3 K. Cela est totalement inconcevable pour un fonctionnement correct d'un réfrigérateur à dilution (voir figure 1.4 page 7). Nous constatons ainsi que même en minimisant l'enthalpie de ^3He injecté, un réfrigérateur à dilution ne peut fonctionner uniquement à partir d'un prérefroidissement à 4,2 K.

1.2.2 Prérefroidissement par boîte à 1 K

Le prérefroidissement par boîte à 1 K est la méthode la plus efficace et celle généralement utilisée lors de la mise en oeuvre de réfrigérateurs de forte puissance. Nous en décrivons ici la mise en oeuvre et montrons l'efficacité d'un tel prérefroidissement.

Le principe est de refroidir et de condenser l'injection d' ^3He grâce à un bain d' ^4He pompé. La figure 1.6 propose le schéma d'une installation classique. Le calorimètre est plongé dans un bain d' ^4He à 4,2 K. A l'intérieur de celui-ci une boîte est alimentée en ^4He par un capillaire calibré relié au bain principal. La boîte est munie d'une ligne de pompage et d'un groupe de pompage spécialement dédiés, permettant d'abaisser la pression à l'intérieur de celle-ci. La température du bain d' ^4He à l'intérieur de cette boîte est comprise entre 1 K et 2 K, ce qui

permet la liquéfaction totale de l' ^3He à des pressions comprises entre 15 et 300 mB. L'impédance Z1 est généralement calibrée de manière à ce que la pression d'injection ne descende pas en dessous de la pression de vapeur de l' ^3He à la température de la boîte à 1 K aux débits de circulation les plus faibles.

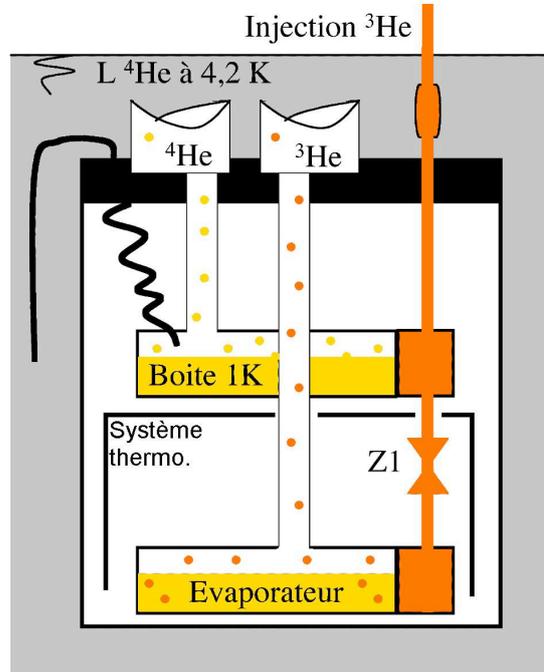


FIG. 1.6: Schéma de principe d'un prérefroidissement par boîte à 1 K

1.2.2.1 Puissance dissipée par l' ^3He sur la boîte à 1 K

Nous pouvons calculer la puissance frigorifique nécessaire au refroidissement et à la condensation du débit d' ^3He

$$\dot{Q}_{\text{boite } 1K} (\mu.W) = (H_{3_{4,2K}} - H_{3_{1,5K}}) \dot{n}_3 = 107 \dot{n}_3 \text{ avec } \dot{n}_3 \text{ en } (\mu.\text{moles}.s^{-1}) \quad (1.8)$$

Cette puissance frigorifique est obtenue sur la boîte à 1 K par l'évaporation d'une certaine quantité d' ^4He . La consommation dédiée à la condensation de l' ^3He peut être calculée à partir de la chaleur latente d'évaporation de l' ^4He à 1,5 K. Nous obtenons ainsi la formule 1.9.

$$\dot{n}_4 (\mu.\text{moles}.s^{-1}) = 1,2 \dot{n}_3 \text{ avec } \dot{n}_3 \text{ en } (\mu.\text{moles}.s^{-1}) \quad (1.9)$$

1.2.2.2 Performances d'un réfrigérateur à injection prérefroidie par une boîte à 1 K

En étant thermalisée à 1,5 K sous 200 mB, l'injection d' ^3He a une enthalpie de seulement $6,3 J.\text{moles}^{-1}$. Cette valeur d'enthalpie est bien inférieure aux valeurs d'enthalpies issues de l'évaporateur quelle que soit sa température. Il est donc possible de faire fonctionner celui-ci à de très basses températures.

A partir du bilan 1.7, nous donnons, à titre d'exemple, l'équation de fonctionnement 1.10 d'un réfrigérateur à dilution, dont l'injection sous 200 mB est prérefroidie par une boîte ^4He à 1,5 K, et dont l'évaporateur serait à 600 mK.

$$\dot{n}_3 (\mu.moles.s^{-1}) = \frac{\dot{Q}}{(H3_{injection} - H3_{pompage})} = \frac{\dot{Q}}{28} \text{ avec } \dot{Q} \text{ en } \mu.W \quad (1.10)$$

Le réfrigérateur circule environ $36 \mu.moles.s^{-1}$ d' ^3He par mW reçu par l'évaporateur. Il est donc possible de circuler des petits débits tout en ayant une charge thermique sur l'évaporateur non négligeable à ces températures.

La boîte à 1 K a de plus l'avantage d'être totalement indépendante de la circulation d' ^3He du réfrigérateur à dilution. Sa puissance peut donc être modulée et il est ainsi possible de l'utiliser à d'autres fins, telles que la thermalisation d'aménages de courant ou d'autres installations qui apporteraient autrement beaucoup de chaleur sur l'évaporateur. Son efficacité est aussi très appréciée lors de la condensation du mélange. Celle-ci peut être effectuée très rapidement en utilisant des dispositifs à impédance Z1 variable [21] permettant de circuler beaucoup de mélange sans que la pression d'injection augmente trop. Avec ce type d'impédance variable des débits de condensation de 4,6 millimoles par seconde ont été atteints sous 1 bar d'injection [21].

En contrepartie, une boîte à 1 K est assez fastidieuse à mettre en oeuvre car elle constitue à elle seule un bain d' ^4He pompé. Son utilisation est généralement réservée aux réfrigérateurs de forte puissance dont les installations, souvent lourdes, ne sont pas dérangées par l'intégration d'un groupe de pompage supplémentaire.

1.2.3 Prérefroidissement par les vapeurs d' ^3He , "Echangeur JT"

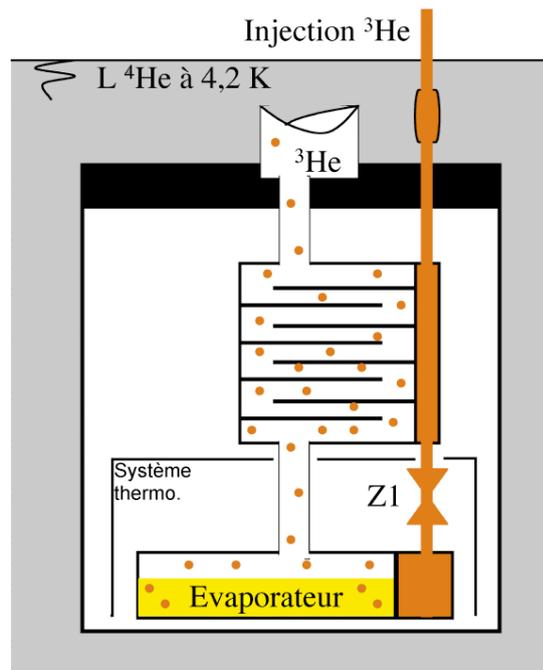


FIG. 1.7: Schéma de principe d'un prérefroidissement par les vapeurs d' ^3He

Il est possible de prérefroidir l'injection d' ^3He en utilisant les vapeurs froides d' ^3He entre l'évaporateur et le bain d' ^4He . Cette méthode est moins efficace qu'une boîte à 1 K, mais a le net avantage d'être facile à mettre en oeuvre et d'être totalement transparente à l'usage du réfrigérateur. Elle est utilisée préférentiellement sur les réfrigérateurs de petite puissance et notamment sur les réfrigérateurs à insert permettant de réaliser plusieurs refroidissements par jour, pour lesquels la mise en oeuvre d'une boîte à 1 K aurait été trop lourde. Cette méthode est celle retenue dans la conception de réfrigérateurs prérefroidis par tubes à gaz pulsé pour la simple raison qu'il n'est pas concevable d'utiliser une boîte à 1 K dans un cryostat développé justement pour fonctionner sans hélium liquide.

Le schéma de la figure 1.7 présente la mise en oeuvre classique d'un prérefroidissement par les vapeurs d' ^4He . L'injection d' ^3He est prérefroidie par les vapeurs d' ^3He et d' ^4He issues de l'évaporateur dans un échangeur à contre flux dont la conception est conditionnée par la conductance de pompage qui doit être élevée afin de garder une température d'évaporateur suffisamment basse, et la capacité d'échange de chaleur avec les vapeurs d' ^3He . Ces spécificités sont antagonistes et les formes d'échangeurs employées sont donc le fruit d'un compromis.

1.2.3.1 ΔH dans les vapeurs d' ^3He

Aux pressions inférieures à 10 mB, l' ^3He se comporte comme un gaz parfait. L'enthalpie peut alors s'écrire :

$$H (J.mole^{-1}) = E + PV = \frac{3}{2}RT + RT = \frac{5}{2}RT \text{ avec } R = 8,315 J.K^{-1}.mole^{-1} \quad (1.11)$$

L'enthalpie de l' ^3He calculée à partir de l'expression 1.11 est systématiquement inférieure de $22 J.mole^{-1}$ aux valeurs des diagrammes P-H. Cela s'explique par le fait que les diagrammes donnent les valeurs de l'enthalpie à partir de l'enthalpie du liquide à température nulle. Cette enthalpie est de $22 J.mole^{-1}$.

Il est néanmoins possible d'effectuer des calculs de différence d'enthalpie entre deux températures en utilisant l'expression 1.11 et de reporter ces ΔH sur les diagrammes P-H.

Nous calculons ainsi la formule 1.12 donnant les écarts d'enthalpie entre les vapeurs à T_{evap} et les vapeurs à 4,2 K.

$$\Delta H (J.mole^{-1}) = \frac{5}{2}R(4,2 - T_{evap}) \quad (1.12)$$

Le tableau de la figure 1.1 donne les valeurs de ΔH pour différentes températures d'évaporateur. nous trouvons les mêmes valeurde ΔH en nous référent aux diagrammes P-H 1.11 et 1.12.

$T_{Evaporateur}$	500 mK	600 mK	700 mK	800 mK	900 mK
$H_{Vapeur\ evap}$ en $J.mole^{-1}$	32,6	35	36,6	40	42,8
ΔH en $J.mole^{-1}$	77	75	73	71	68

1.2.3.2 Pression optimum d'injection de l' ^3He

Pour qu'un réfrigérateur à dilution puisse fonctionner, il est nécessaire que l'enthalpie de l' ^3He injecté soit inférieure à l'enthalpie des vapeurs d' ^3He issues de l'évaporateur. Si l'injection est réalisée à une pression identique à la pression de pompage, l'enthalpie de l'injection sera tout au mieux égale à l'enthalpie des vapeurs, si l'échange thermique avec les vapeurs d' ^3He est parfait.

Il est donc nécessaire que la pression d'injection soit supérieure à la pression de pompage de manière à réduire l'enthalpie de l' ^3He à 4,2 K.

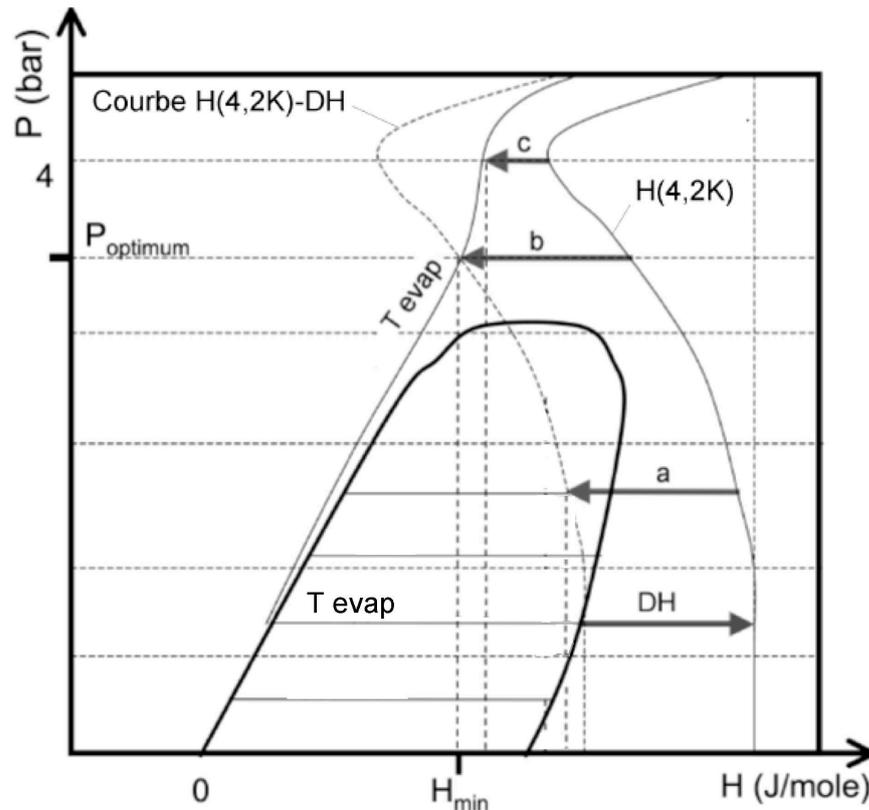


FIG. 1.8: Schématisation de la réduction d'enthalpie de l'injection d' ^3He par échangeur Joule-Thomson

Le schéma de la figure 1.8 permet de visualiser ces propos. Entre la température de l'évaporateur et 4,2 K un certain ΔH est disponible. L'injection est réalisée à trois pressions différentes "a,b,c". Nous constatons sur ce schéma que le réfrigérateur a une pression d'injection optimum de fonctionnement, représentée par le cas "b", pour laquelle l'enthalpie de l'injection d' ^3He est minimisée. Cette pression ne correspond pas au minimum d'enthalpie de l' ^3He à 4,2 K. En effet les échanges thermiques dans l'échangeur ne peuvent avoir lieu que lorsque les vapeurs pompées sont plus froides que l' ^3He injecté, ce qui limite le prérefroidissement de l'injection à la température de l'évaporateur. Or lorsque la pression d'injection croît, l'enthalpie de l' ^3He à la température de l'évaporateur augmente et limite de fait l'efficacité de l'échangeur du point de vue enthalpique. Cela est représenté sur le schéma par le cas "c".

La pression optimum dépend de trois facteurs :

- La température de l'injection en entrée d'échangeur.
- La température de l'évaporateur.
- Le rendement de l'échangeur.

1.2.3.3 "Débit-Pression" d'injection de l' ^3He

Considérons un réfrigérateur dont les pertes thermiques par rayonnement et conduction sur l'évaporateur sont notées \dot{Q}_{pertes} . Pour que l'équilibre thermodynamique du réfrigérateur soit atteint, il est nécessaire que :

$$\dot{n}_3(H_{3_{pompage}} - H_{3_{injection}}) = \dot{Q}_{pertes}$$

nous obtenons ainsi l'équation de fonctionnement du réfrigérateur 1.13 suivante :

$$\dot{n}_3 (\mu\text{moles.s}^{-1}) = \frac{\dot{Q}}{(H_{3_{pompage}} - H_{3_{injection}})} \text{ avec } \dot{Q} \text{ en } \mu\text{W} \quad (1.13)$$

$H_{3_{pompage}}$ est donné par la température de l'évaporateur qui dépend du débit d' ^3He \dot{n}_3 et du système de pompage.

$H_{3_{injection}}$ dépend de la pression d'injection comme nous venons de le voir.

La pression d'injection dépend de l'impédance du réfrigérateur, essentiellement créée par l'impédance Z_1 , et du débit d' ^3He \dot{n}_3 .

L'équilibre thermodynamique est atteint lorsque le débit de circulation génère une pression d'injection suffisante pour diminuer assez l'enthalpie de l' ^3He injecté et créer ainsi un ΔH avec l' ^3He évaporé suffisant pour compenser les pertes thermiques sur le réfrigérateur.

Nous constatons alors que pour une pression d'injection donnée le débit de circulation peut être modulé en fonction du choix de l'impédance Z_1 . Par ailleurs nous remarquons que plus l'évaporateur sera froid, plus le débit d' ^3He ou la pression d'injection devront être importants du fait que l'enthalpie des vapeurs pompées est plus faible.

1.2.3.4 Exemples de fonctionnement

Considérons un réfrigérateur dont la température de l'évaporateur et la pression d'injection sont constants quel que soit le débit. Cela peut être réalisé en régulant la température de l'évaporateur et avec une impédance Z_1 ajustable.

Dans un premier temps nous fixons la température de l'évaporateur à 600 mK et la pression d'injection à 700 mB (cas "a" sur le schéma 1.8). A cette pression, l'enthalpie de l' ^3He à 4,2 K est de 100 J.mole $^{-1}$. D'après le tableau 1.1, pour un évaporateur à 600 mK, l'échangeur permet de réduire l'enthalpie de l'injection à 25 J.mole $^{-1}$. A partir de l'équation de fonctionnement 1.13, nous obtenons l'expression 1.14. Dans cette configuration, le réfrigérateur circule 100 $\mu\text{moles.s}^{-1}$ par mW de puissance appliquée sur l'évaporateur.

$$\dot{n}_3 (\mu\text{moles.s}^{-1}) = \frac{\dot{Q}}{10} \text{ avec } \dot{Q} \text{ en } \mu\text{W} \quad (1.14)$$

Si maintenant, pour une température d'évaporateur de 600 mK, nous fixons la pression d'injection à environ 1,5 bars (cas "b" sur le schéma 1.8), l'enthalpie de l' ^3He à 4,2 K diminue à 88 J.mole^{-1} . En sortie de l'échangeur l'enthalpie de l' ^3He est de 13 J.mole^{-1} , ce qui, à 1,5 bars, correspond à la température de l'évaporateur. La réduction d'enthalpie est maximale.

L'équation de fonctionnement du réfrigérateur dans cette nouvelle configuration est donnée par l'expression 1.15. Celui-ci circule $45 \mu\text{.moles.s}^{-1}$ par mW de puissance appliquée sur l'évaporateur, ce qui rejoint presque le fonctionnement, donné par l'équation 1.10, d'un réfrigérateur avec boîte à 1 K à partir de laquelle nous calculions que le réfrigérateur circulait $36 \mu\text{.moles.s}^{-1}$ par mW de puissance appliquée sur l'évaporateur.

$$\dot{n}_3 (\mu\text{moles.s}^{-1}) = \frac{\dot{Q}}{22} \text{ avec } \dot{Q} \text{ en } \mu\text{W} \quad (1.15)$$

Pour un réfrigérateur réel, l'augmentation du débit par chauffage de l'évaporateur se traduit par une augmentation de la température de celui-ci et une augmentation de la pression d'injection. Il en résulte que le débit de circulation ne varie pas linéairement avec la puissance de chauffage de l'évaporateur et que le rapport $\frac{\Delta \dot{n}_3}{\Delta \dot{Q}}$ diminue aux forts débits.

— Diagramme -P-H- de l'Hélium 3 —
(d'après Roubeau)

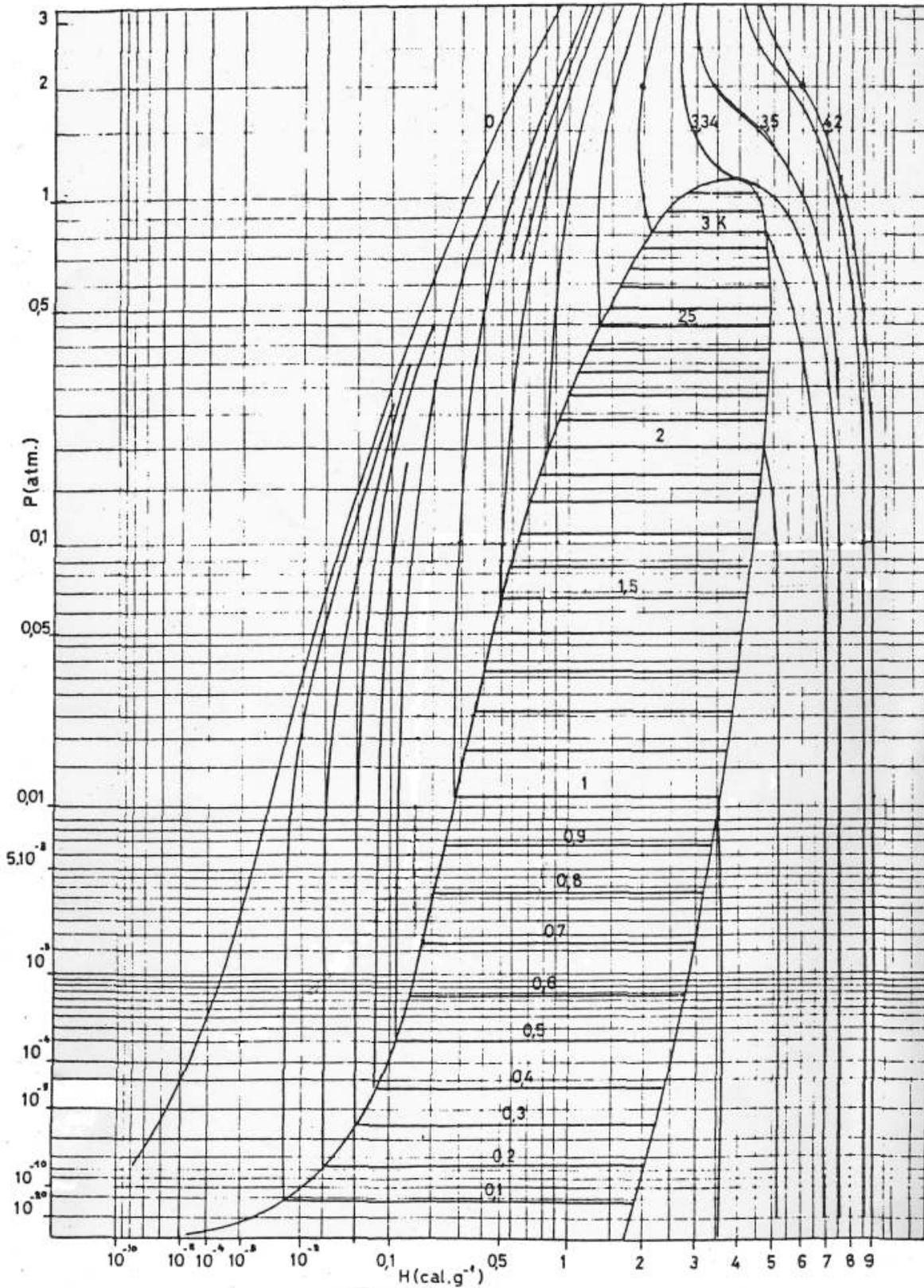


FIG. 1.9: Diagramme P-H de l'³He d'après Roubeau

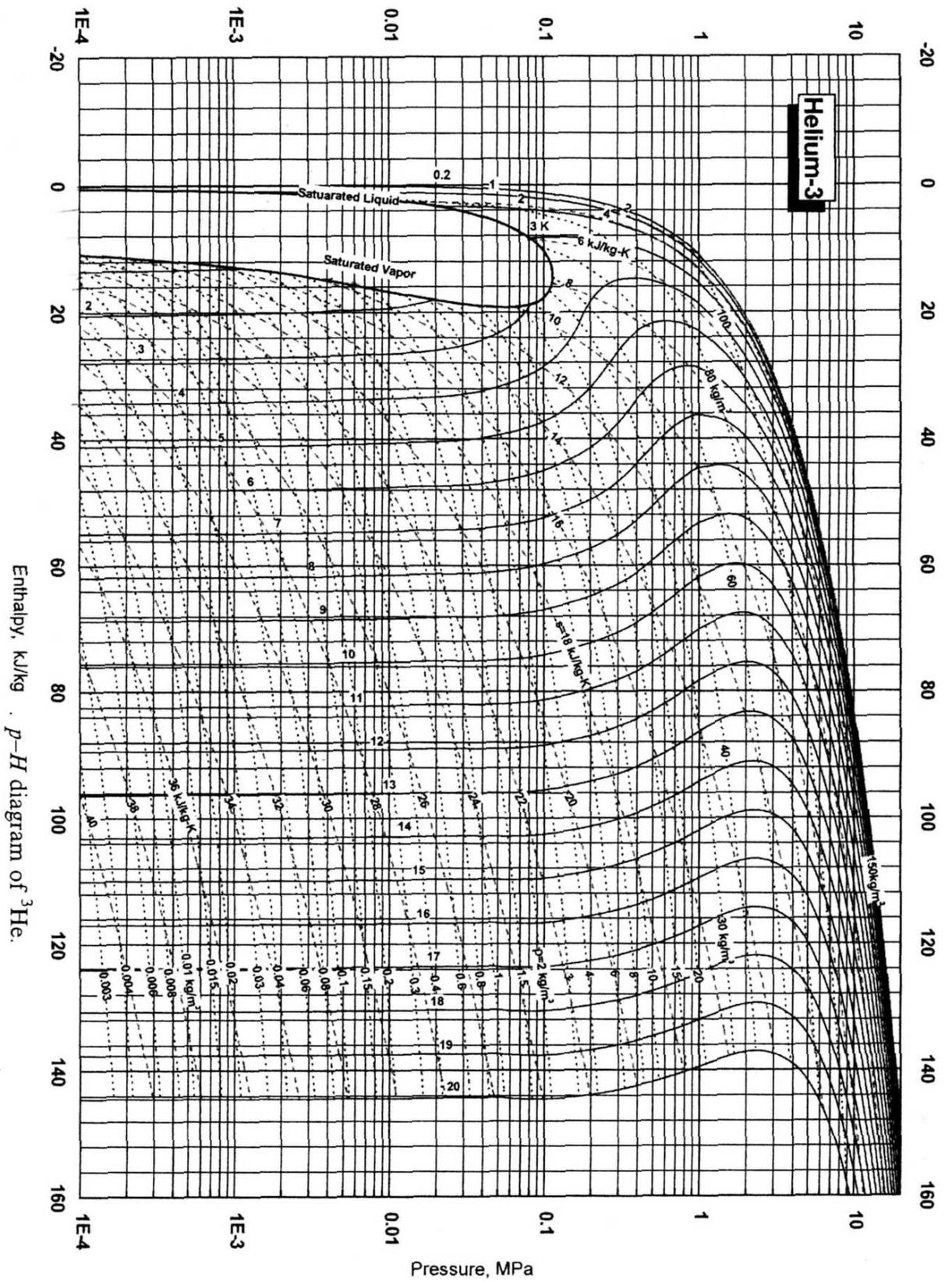
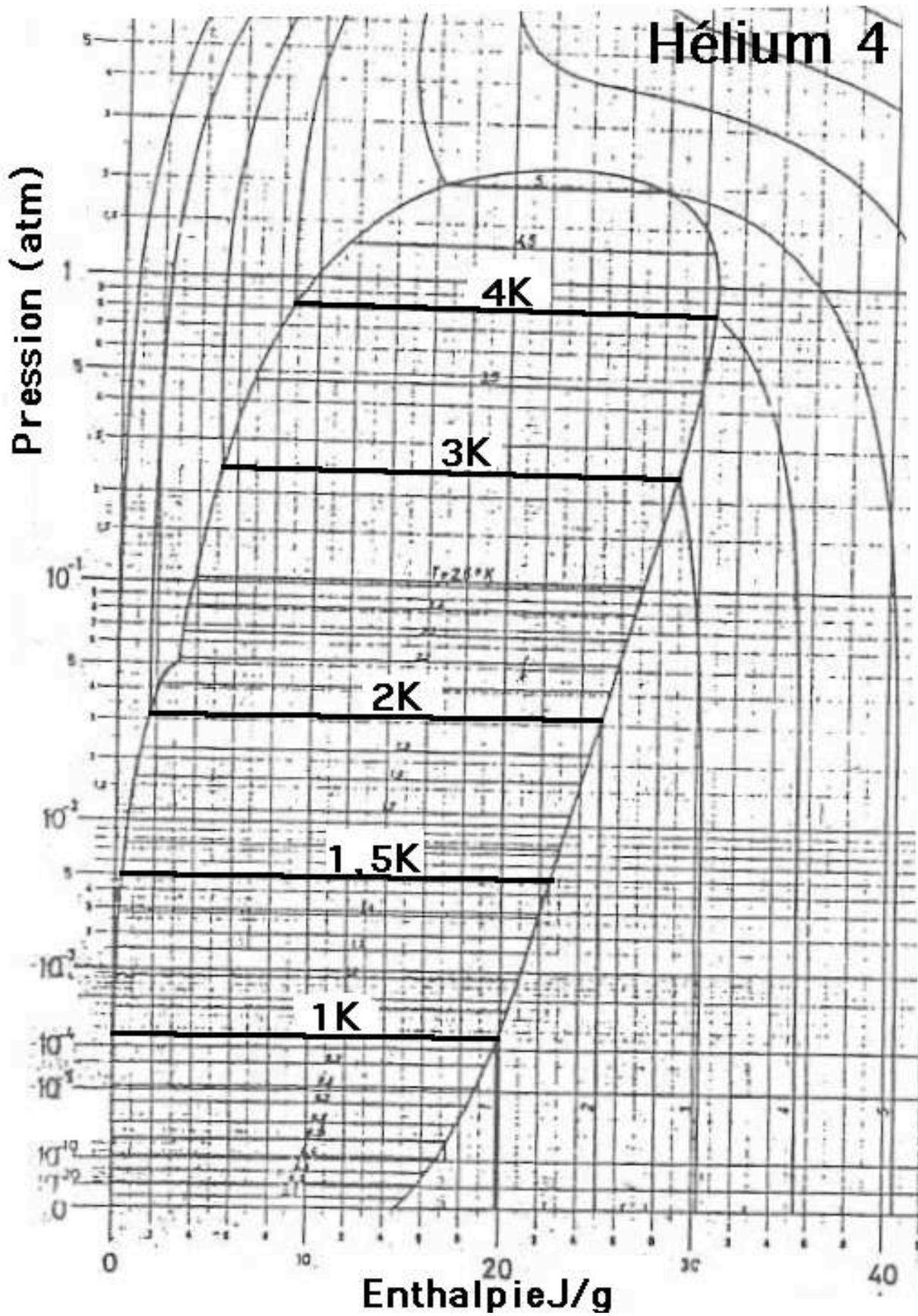


FIG. 1.10: Diagramme P-H de l'³He d'après Huang et al [32]

FIG. 1.11: Diagramme P-H de l' ^4He d'après Roubeau

1.3 Cryostats de réfrigérateurs à dilution

Nous rappelons ici brièvement la base de conception d'un cryostat classique destiné à recevoir un réfrigérateur à dilution muni d'un échangeur de prérefroidissement par les vapeurs d' ^3He entre 4,2 K et la température de l'évaporateur. Cela nous permettra ensuite d'appréhender la conception des cryostats prérefroidis par tube à gaz pulsé en insistant sur les spécificités de leur réalisation.

1.3.1 Cryostats classiques

Comme cela est schématisé sur la figure 1.12, les cryostats classiques de réfrigérateurs à dilution sont constitués de deux parties distinctes : d'une part, le vase permettant de contenir le bain d' ^4He liquide, et d'autre part, la canne à dilution munie du calorimètre contenant la dilution dans le bain à 4,2 K.

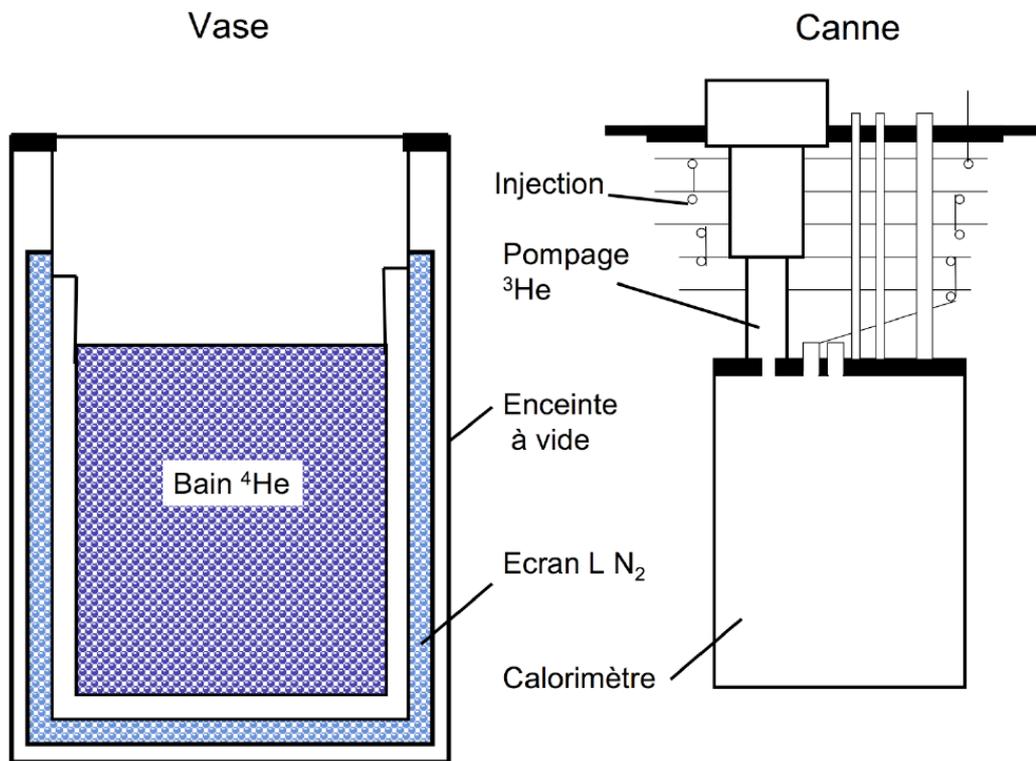


FIG. 1.12: Schéma de principe d'un cryostat pour réfrigérateur à dilution

1.3.1.1 Vase

La conception du vase est orientée de manière à minimiser les entrées de chaleur sur le bain d' ^4He , dans le but d'obtenir l'autonomie la plus grande à partir d'un volume de liquide donné. Pour cela il est nécessaire de parer les apports par convection, conduction et rayonnement.

Le vase est constitué premièrement d'une enceinte à vide permettant de supprimer les échanges de chaleur par convection et conduction dans l'air. La pression dans l'enceinte doit être inférieure à 10^{-4} mB pour que la conduction à travers le gaz commence à diminuer fortement.

Le rayonnement à 300 K constitue un apport non négligeable de chaleur sur un bain d' ^4He . Avec une chaleur latente de seulement 20,9 joules par gramme, un réservoir d' ^4He de surface égale à 100 cm^2 , d'émissivité égale à 0.1, évapore 640 cm^3 d'hélium par heure. Pour couper la puissance de ce rayonnement, un écran thermique, réalisé par une garde d'azote liquide à 77 K, est la plupart du temps employée. La consommation en ^4He chute alors à environ $3\text{ cm}^3/100\text{ cm}^2$ par heure. Le rayonnement peut aussi être coupé en utilisant des vases super-isolés.

La conduction thermique à travers les supports du réservoir d' ^4He est minimisée en utilisant des matériaux peu conducteurs et en les thermalisant au bain d'azote liquide.

Les vases ont des contenances des plus variées. De quelques litres à plusieurs centaines de litres, le choix est effectué en fonction de l'autonomie dont le réfrigérateur est censé disposer. Certains types de réfrigérateurs à dilution de faible puissance utilisent directement les vases de stockage et transport d'hélium liquide. Cela a l'avantage d'économiser le temps et l'hélium liquide nécessaires au prérefroidissement du vase.

1.3.1.2 Canne à dilution

La canne comporte un calorimètre (enceinte étanche à basse température) spécifique permettant le fonctionnement du réfrigérateur. Sa conception est réalisée de telle sorte, qu'une fois insérée dans le vase, elle coupe les apports de chaleur par rayonnement le long du col du vase sans que les supports et tubes de connexion au calorimètre apportent trop de chaleur par conduction sur le bain d' ^4He .

En plus des tubes passe fils et du tube de pompage du gaz d'échange, le calorimètre doit disposer d'un tube de pompage auquel sera connecté l'évaporateur, et aussi d'un dispositif de prérefroidissement de l'injection d' ^3He de 300 K à 4,2 K.

L'injection d' ^3He est généralement prérefroidie par les vapeurs d' ^4He avant d'être thermalisée au contact du bain afin de limiter l'apport de chaleur sur celui-ci.

1.3.1.3 Mise en froid et températures de fonctionnement

Une fois le calorimètre fermé et rempli de gaz d'échange, la canne à dilution est insérée dans son vase. Le prérefroidissement du vase et de la canne nécessite d'évacuer de grandes quantités de chaleur. L'utilisation à moindre coût de l'azote liquide permet un refroidissement efficace de l'ensemble de 300 K à 77 K en quelques heures et évacue la majorité de la chaleur contenue dans les matériaux. Le refroidissement à 4,2 K de la canne est réalisé lors du transfert de l' ^4He liquide, en prenant soin d'utiliser les vapeurs froides de l' ^4He entre 4,2 K et 77 K comme source froide.

Lorsque la consommation d'azote et d'hélium liquide n'est pas un souci, les cryostats classiques peuvent être mis en froid en des temps très rapides de l'ordre de 4 à 5 heures. La température de l'écran thermique de 77 K et celle du calorimètre de 4,2 K sont constantes et uniformes quelles que soient les charges thermiques appliquées. La qualité d'un cryostat classique se juge uniquement sur sa consommation en fluides cryogéniques.

1.3.2 Cryostats refroidis par machines frigorifiques

La réalisation de cryostats refroidis par des machines frigorifiques ne peut être envisagée rapidement comme une simple substitution des sources froides sur un cryostat classique.

Deux facteurs importants changent en effet la manière d'appréhender la conception :

- *La puissance froide limitée de la machine et sa dépendance en température.*
- *Le fonctionnement dans le vide d'isolement de l'écran thermique et du calorimètre.*

Alors qu'il s'agissait de limiter la consommation de fluides cryogéniques, il est dans le cas présent nécessaire de limiter les charges thermiques sur les sources froides de la machine de sorte que ses températures et celles de l'écran thermique et du calorimètre restent en dessous des valeurs limites de fonctionnement du réfrigérateur à dilution.

Alors que l'écran et le calorimètre étaient parfaitement thermalisés grâce à la dispersion homogène de la puissance froide dans les bains d'azote et d'hélium liquide, il faut ici tenir compte des gradients de températures qui s'établissent en fonction des charges thermiques, des sections conductives, des longueurs caractéristiques et de la conductivité thermique des matériaux employés.

Enfin, alors que le refroidissement des cryostats n'était pas un problème du fait que les puissances froides des bains sont considérables, il est ici important de limiter les masses à refroidir et d'utiliser judicieusement les performances de la machine pour refroidir en un minimum de temps écrans et calorimètre.

Nous constatons sur ces bases que la réalisation de cryostats refroidis par des machines frigorifiques constitue une nouvelle approche de conception. Il est aussi à prendre en compte que les machines frigorifiques génèrent plus ou moins de vibrations suivant leur principe de fonctionnement et que les développements de cryostats appliqués aux réfrigérateurs à dilution doivent intégrer ce facteur nouveau dans le but d'atteindre des performances comparables aux cryostats classiques, l'autonomie en plus.

1.4 Revue bibliographique des réalisations étrangères

Nous proposons ici une revue bibliographique des réalisations concernant les réfrigérateurs à dilution prérefroidis par des machines frigorifiques. Le réfrigérateur prérefroidi par tube à gaz pulsé COMO, issu de la collaboration CRTBT-Air Liquide, a été conçu en 1999 et vendu en 2001. Nous le présentons dans le *chapitre 3*. Le principe de fonctionnement du tube à gaz pulsé est présenté dans le *chapitre 2*.

Les trois premières réalisations sont celles de Uhlig et Hehn en 1993, 1994 et 1997. Cependant les tubes à gaz pulsé n'étaient pas encore assez performants pour envisager leur utilisation en prérefroidissement de réfrigérateur à dilution. Les auteurs utilisent donc des machines Gifford-MacMahon.

La publication suivante est celle de Koike et de son équipe en 1999. Le réfrigérateur présenté est prérefroidi à partir d'une machine hybride entre une Gifford Mac Mahon et un tube à gaz pulsé.

Les deux réfrigérateurs suivants ont été réalisés par Uhlig en 2002 et 2004. Ceux-ci sont prérefroidis par des tubes à gaz pulsé de même modèle que celui utilisé pendant cette thèse.

1.4.1 (1993) / 42 mK Réfrigérateur à dilution et machine Gifford-McMahon

En 1993, Uhlig et Hehn publient un article [25] intitulé :

" $^3\text{He} / ^4\text{He}$ dilution refrigerator with Gifford-McMahon precooling".

1.4.1.1 Description de l'injection et du réfrigérateur

Le schéma de leur réfrigérateur est donné sur la figure 1.13. Ce schéma permet de présenter l'architecture générale d'un cryostat prérefroidi par une machine frigorifique. Le vase est une simple enceinte à vide alors que la canne à dilution devient plus complexe en intégrant la machine et l'écran thermique. Nous constatons que les dimensions du cryostat peuvent être très réduites du fait que la machine frigorifique est moins encombrante que les deux réservoirs de fluides cryogéniques. Nous constatons que sur cette réalisation aucune précaution n'a été prise pour découpler le cryostat des vibrations générées par la machine.

Les dimensions du cryostat sont les suivantes :

- Le vase a une longueur de 65 cm et son diamètre est de 27 cm. Il est en inox.
- L'écran thermique a une longueur de 55 cm et son diamètre est de 12 cm. Il est entièrement en cuivre et sa surface est superisolée.
- Le calorimètre a une longueur de 47 cm et un diamètre de 11 cm. Il est entièrement en cuivre.
- Le volume expérimental est donné par les cotes de l'écran en cuivre thermalisé sur l'évaporateur. Il est seulement de 1 cm de long sur un diamètre de 9 cm.

La machine Gifford utilisée est un modèle commercial. Il s'agit d'une machine bi-étagée Leybold RGD 510. Ses puissances frigorifiques sont de 12 W à 80 K et de 5 W à 20 K avec une température minimum de 9 K sans puissance appliquée sur le deuxième étage. 23 Kg de plomb lestent la tête de la machine afin d'en atténuer les vibrations.

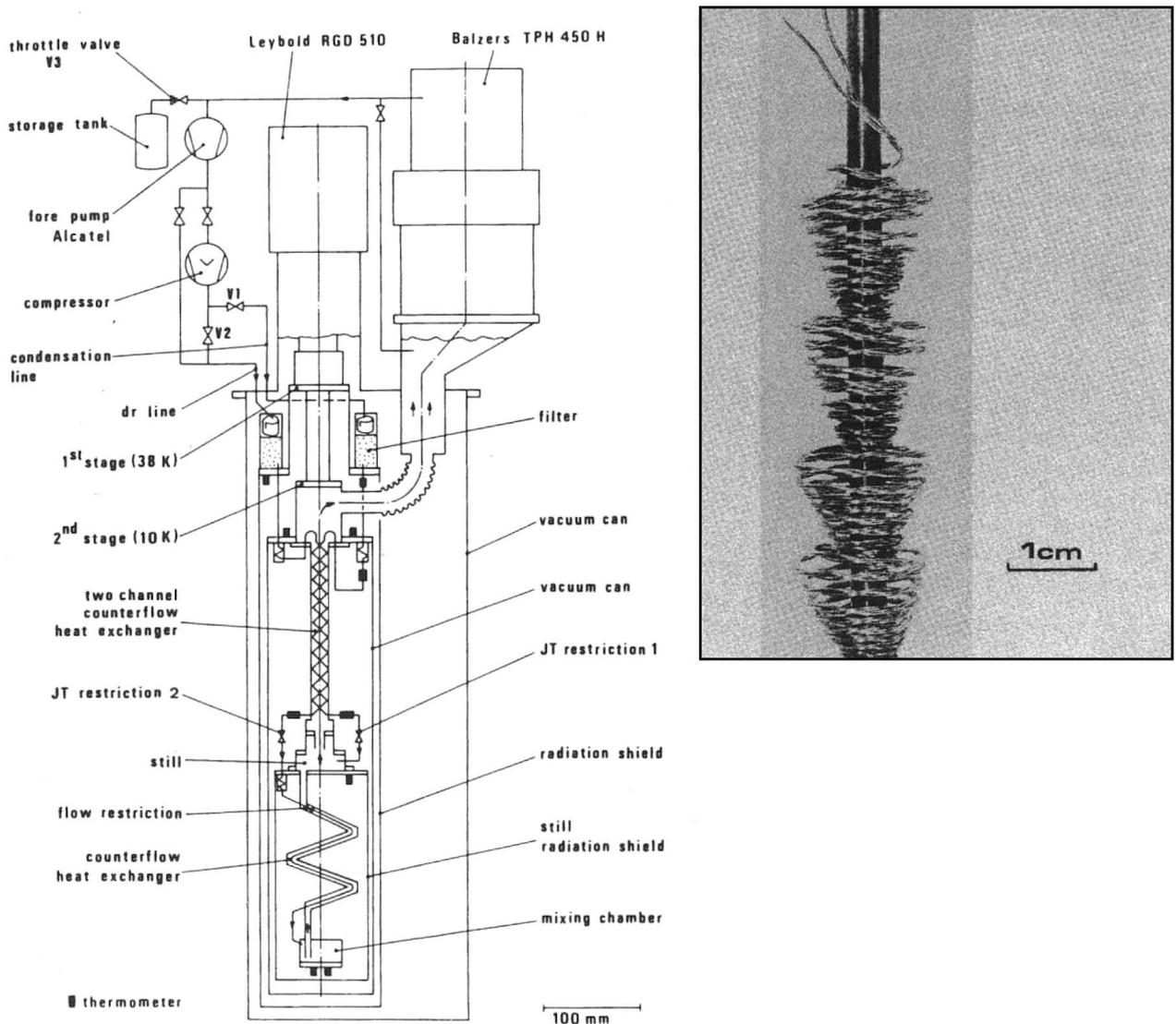


FIG. 1.13: Schéma et performances du réfrigérateur de Uhlig et Hehn en 1993 [25]

A l'équilibre thermique du cryostat, le premier étage est à 36 K et sa puissance frigorifique est de 1 W. Le deuxième étage de la machine est à 9 K sans indication de puissance frigorifique. *Le temps de prérefroidissement est de 8 heures avec 8 Kg de cuivre thermalisés sur le deuxième étage.*

1.4.1.2 Description de l'injection et du réfrigérateur

Le réfrigérateur dispose de deux lignes d'injection permettant de condenser rapidement le mélange à travers un circuit d'impédance faible et de circuler de faibles débits d' ^3He dans une ligne plus impédante.

Les deux lignes sont thermalisées de la même façon. Sur chaque étage, des boîtes remplies de charbon actif permettent de refroidir le mélange et de le purifier. Les mesures de températures de l'injection en sortie de ces échangeurs ne sont pas données.

L'échangeur dans les vapeurs d' ^3He entre 10 K et la température de l'évaporateur est réalisé avec du capillaire CuNi(0,3*0,6 mm) de 4 m de long. Le capillaire est mis en forme, comme cela est représenté sur la photo de la figure 1.13, de manière à échanger efficacement de la cha-

leur avec les vapeurs d' ^3He à basse pression. Les "paniers de basket", comme les appellent les auteurs, sont fixés sur un tube borgne ($4,5 * 5 \text{ mm}$) et insérés dans un tube CuNi ($15 * 15,5 \text{ mm}$) de 19 cm de long.

Les impédances¹ Z1 sont de $2,7 * 10^{11} \text{ cm}^{-3}$ pour la ligne de condensation et de $1 * 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ pour la ligne de circulation.

Sur l'évaporateur, l'injection est thermalisée par un enroulement de capillaire CuNi ($0,5 * 0,7 \text{ mm}$) d'une longueur de 3 m .

Une impédance Z2 est thermalisée dans l'échangeur continu. Sa valeur est de $2 * 10^{12} \text{ cm}^{-3}$

L'échangeur de la dilution est de type continu. Il est composé d'un capillaire d'injection en laiton ($1,2 * 1,5 \text{ mm}$) de 5 m de long qui est spiralé et inséré dans un tube CuNi ($2,5 * 3 \text{ mm}$) de $2,8 \text{ m}$ de long.

La circulation est assurée par une pompe primaire de $30 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ et d'une pompe turbomoléculaire de $450 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1}$. Un compresseur Danfoss FR 6B permet d'augmenter fortement la pression d'injection.

1.4.1.3 Performances du réfrigérateur

La condensation est effectuée en gardant une pression basse en aval de l'impédance de condensation de façon à améliorer la détente Joule-Thomson (JT). Cela est effectué avec la pompe primaire seule.

Avec un débit de condensation de $230 \mu\text{moles} \cdot \text{s}^{-1}$, le mélange est condensé en $2,5$ heures. Le débit de circulation est de $1100 \mu\text{moles} \cdot \text{s}^{-1}$, ce qui génère une charge de $5,7 \text{ W}$ sur le premier étage et de 1 W sur le deuxième. Leur température monte respectivement à 42 K et 12 K . En aval de l'échangeur JT et avant l'impédance Z1, la température de l'injection est de $6,2 \text{ K}$.

La pression d'injection est de 10 bars pour minimiser l'enthalpie de l' ^3He à 12 K , température de la machine Gifford. (Voir enthalpie de l' ^3He en consultant le diagramme 1.10 page 19).

Lorsque le mélange est condensé, la ligne de condensation est fermée et celle de circulation est ouverte. La pression d'injection augmente et se stabilise à $1,5 \text{ bars}$. Les deux étages de la machine Gifford s'équilibrent à 38 et $9,2 \text{ K}$. Le débit de circulation est de $200 \mu\text{moles} \cdot \text{s}^{-1}$, La température de l'évaporateur est de 900 mK et la boîte à mélange est à 43 mK .

Lorsque la pompe turbomoléculaire est démarrée, l'évaporateur et la boîte à mélange se refroidissent à 700 mK et 42 mK . La pression d'injection augmente à $1,58 \text{ bars}$ car les vapeurs d' ^3He ont moins d'enthalpie. Le débit augmente mais les auteurs ne donnent pas sa nouvelle valeur.

Les auteurs concluent à une charge thermique de $10 \mu\text{W}$ sur la boîte à mélange, dus aux vibrations de la machine Gifford. Ce résultat est obtenu en comparant la température de 42 mK obtenue à la température du même réfrigérateur utilisé dans un cryostat classique. Un essai a été réalisé en stoppant la machine frigorifique et la température de la boîte à mélange aurait chuté. La température minimum atteinte n'est pas donnée.

1 – il s'agit des impédance Z1 et Z2 que l'on retrouve sur le schéma 1.2 page 5

1.4.2 (1994) / 35 mK-Réfrigérateur à dilution et machine Gifford-McMahon

En 1994, Uhlig et Hehn publient un article [26] intitulé :

"³He / ⁴He dilution refrigerator combined with Gifford-McMahon cooler".

Cet article est une continuité des travaux présentés dans la publication précédente. Les auteurs présentent un nouveau couplage Gifford/dilution avec une machine plus petite censée générer moins de vibrations.

1.4.2.1 Description du cryostat et performances

Le cryostat est le même que précédemment. La machine Gifford Leybold RGD 510 a été remplacée par une Gifford Leybold 210 plus petite, générant moins de vibrations. Ses puissances frigorifiques sont de 12 W à 80 K, comme la première machine, et de 1 W à 20 K comparativement aux 2 W sur la machine précédente. La température minimum est de 8,5 K sans puissance appliquée sur le deuxième étage. La machine ne semble pas avoir été lestée avec du plomb.

A l'équilibre thermique du cryostat, le premier étage est à 40 K et sa puissance frigorifique est de 2,5 W. Le deuxième étage de la machine est annoncé à 9,5 K sans indication de puissance. *Le temps de prérefroidissement est de 20 heures avec 8 Kg de cuivre thermalisés sur le deuxième étage.*

1.4.2.2 Description de l'injection et du réfrigérateur

Le système d'injection ne comporte qu'une seule ligne d'injection. Un filtre a été ajouté entre l'échangeur JT et l'impédance Z1. Celui-ci est composé d'un petit volume de 0,5 cm³ rempli de papier filtre.

L'unique impédance Z1 est la même que celle utilisée sur la ligne de circulation du précédent réfrigérateur. Sa valeur est de $1 * 10^{13} \text{ cm}^3$.

1.4.2.3 Performances du réfrigérateur

La condensation est effectuée en gardant une pression basse en aval de l'impédance de condensation de façon à améliorer la détente Joule-Thomson (JT). Cela est effectué avec la pompe primaire seule.

Avec un débit de condensation de $115 \mu\text{moles.s}^{-1}$, le mélange condensé atteint le niveau de l'évaporateur en 4,5 heures. Il faut encore 4 heures pour que la pression d'injection descende en dessous de 2 bars et que le mélange soit entièrement condensé. Les températures de la machine Gifford montent respectivement à 45 K et 10 K. En aval de l'échangeur JT et avant l'impédance Z1, la température de l'injection est de 7,9 K. Nous constatons que lors de la condensation, l'échangeur est peu efficace car les débits en contre-courant ne sont pas égaux du fait de la condensation.

La pression d'injection est de 20 bars pour minimiser l'enthalpie du mélange à 10 K et aussi pour générer un débit de circulation suffisamment important à travers la forte impédance Z1.

Lorsque le mélange est condensé, la pression d'injection se stabilise à 1,6 bars.

Le débit de circulation est de $93 \mu\text{moles.s}^{-1}$, la température de l'évaporateur est de 700 mK et la boîte à mélange est à 35 mK. La température de l'injection avant l'impédance Z1 est de

3 K. La température du deuxième étage de la machine n'est pas donnée, mais en supposant que celle-ci soit de 9,5 K, nous constatons que l'échangeur JT permet un prérefroidissement parfait de l'injection. En effet, l'écart d'enthalpie des vapeurs entre 700 mK et 9,5 K est donné par l'équation 1.16.

$$\Delta H = \frac{5}{2} \cdot R(9,5 - 0,7) = 183 \text{ J.mole}^{-1} \quad (1.16)$$

Sur le diagramme (P-H) 1.10 page 1.10, nous constatons qu'en reportant cet écart d'enthalpie à l'injection d' ^3He à 1,6 bars et 9,5 K, nous obtenons une température de l'ordre de 3 K, qui est celle mesurée.

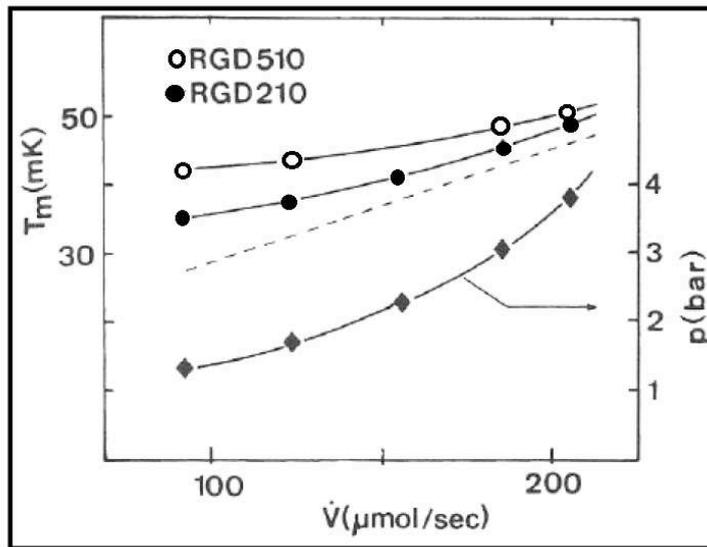


FIG. 1.14: Performances du réfrigérateur de Uhlig et Hehn en 1993 et 1994 [25, 26]

Les auteurs présentent des courbes de puissance des deux réfrigérateurs avec l'allure théorique sans charge thermique externe (pointillés) ainsi que les valeurs de pressions d'injection correspondant aux différents débits. Ceci est représenté sur la figure 1.14. Nous constatons qu'en utilisant une machine générant moins de vibrations, les performances du réfrigérateur sont nettement améliorées. D'autre part, les pressions d'injection sont très élevées à cause de la forte impédance Z_1 , et cela nécessite l'utilisation du compresseur.

Un thermomètre a été thermalisé sur le capillaire d'injection juste avant d'entrer dans la boîte à mélange en plus d'un autre thermomètre sur le bas de la boîte à mélange qui est couplé à la phase diluée via un fritté d'argent. D'après l'équation 1.1 page 4, il est possible de calculer la puissance frigorifique de la boîte à mélange en connaissant la température des deux phases. Les auteurs concluent à une puissance parasite de $4,7 \mu\text{W}$ sur la boîte à cause des vibrations de la machine Gifford. Cela est inférieur d'un facteur deux à ce qu'ils avaient calculé pour leur premier réfrigérateur. Cela reste néanmoins beaucoup trop important pour prétendre atteindre des températures inférieures à 10 mK.

1.4.3 (1997) / 15 mK-Réfrigérateur à dilution et machine Gifford-McMahon

En 1997, Uhlig et Hehn publient un article [27] intitulé :

" *³He / ⁴He dilution refrigerator precooled by Gifford-McMahon refrigerator*".

1.4.3.1 Description du cryostat et performances

Le schéma de leur réfrigérateur est donné sur le schéma de la figure 1.15. Les auteurs ont entrepris de découpler le réfrigérateur des vibrations de la machine Gifford après avoir donné dans leurs deux publications précédentes des résultats montrant que les vibrations apportent une charge non négligeable sur la boîte à mélange.

Le dispositif mis en oeuvre pour découpler les sources froides utilise des tresses en cuivre soudées sur des brides à leurs extrémités. La photo de cette réalisation est donnée sur la figure 1.15. Les sections totales de tresses sont de 72 mm² pour une longueur de 80 mm pour chaque tresse.

Le découplage de la tête de la machine est réalisé en désolidarisant la machine de la canne du réfrigérateur. La machine est fixée sur une bride fixe et la canne est solidaire d'une autre bride. La liaison de l'enceinte à vide est réalisée grâce à un soufflet en caoutchouc renforcé par des anneaux métalliques. 130 Kg de plomb environ sont posés sur la bride supportant la tête de la machine Gifford afin d'en atténuer les vibrations.

Les dimensions du cryostat sont les suivantes :

- Le vase a une longueur de 75 cm et son diamètre est de 23 cm. Il est en inox.
- L'écran thermique a une longueur de 65 cm et un diamètre de 13 cm. Il est entièrement en cuivre et sa surface n'est pas superisolée. Il est refroidi par un doigt froid en cuivre de 24 cm de longueur et d'un diamètre de 5 cm qui intègre le système de découplage des vibrations.
- Le calorimètre a une longueur de 50 cm et un diamètre de 11 cm. Il est entièrement en cuivre. Il est refroidi par un doigt froid en cuivre de 24 cm de longueur et d'un diamètre de 3 cm qui intègre le système de découplage des vibrations.
- Le volume expérimental est donné par les cotes de l'écran en cuivre thermalisé sur l'évaporateur. Il est d'un diamètre de 90 mm sur une longueur de 10 mm.

La machine Gifford utilisée est un modèle commercial. Il s'agit d'une machine bi-étagée Leybold RGD 5100. Ses puissances frigorifiques sont de 100 W à 80 K et de 5 W à 20 K avec une température minimum de 9 K sans puissance appliquée sur le deuxième étage. 23 Kg de plomb lestent la tête de la machine afin d'en atténuer les vibrations.

A l'équilibre thermique du cryostat, le premier étage est à 36 K et sa puissance frigorifique est de 4,5 W. Le deuxième étage de la machine est annoncé à 5,8 K sans indication de puissance. *Le temps de prérefroidissement est de 12 heures avec 17 Kg de cuivre thermalisés sur le deuxième étage.*

Les auteurs relèvent des écarts de température importants aux bornes des dispositifs de découplage des vibrations lors du prérefroidissement du cryostat. A l'équilibre thermique le ΔT est de 5,4 K sur les tresses du premier étage et de 0,5 K sur celles du deuxième.

Les vibrations de la machine et celles du cryostat ont été mesurées. Le facteur d'atténuation serait de 60 et la majorité de la transmission serait due au soufflet caoutchouc de l'enceinte à vide.

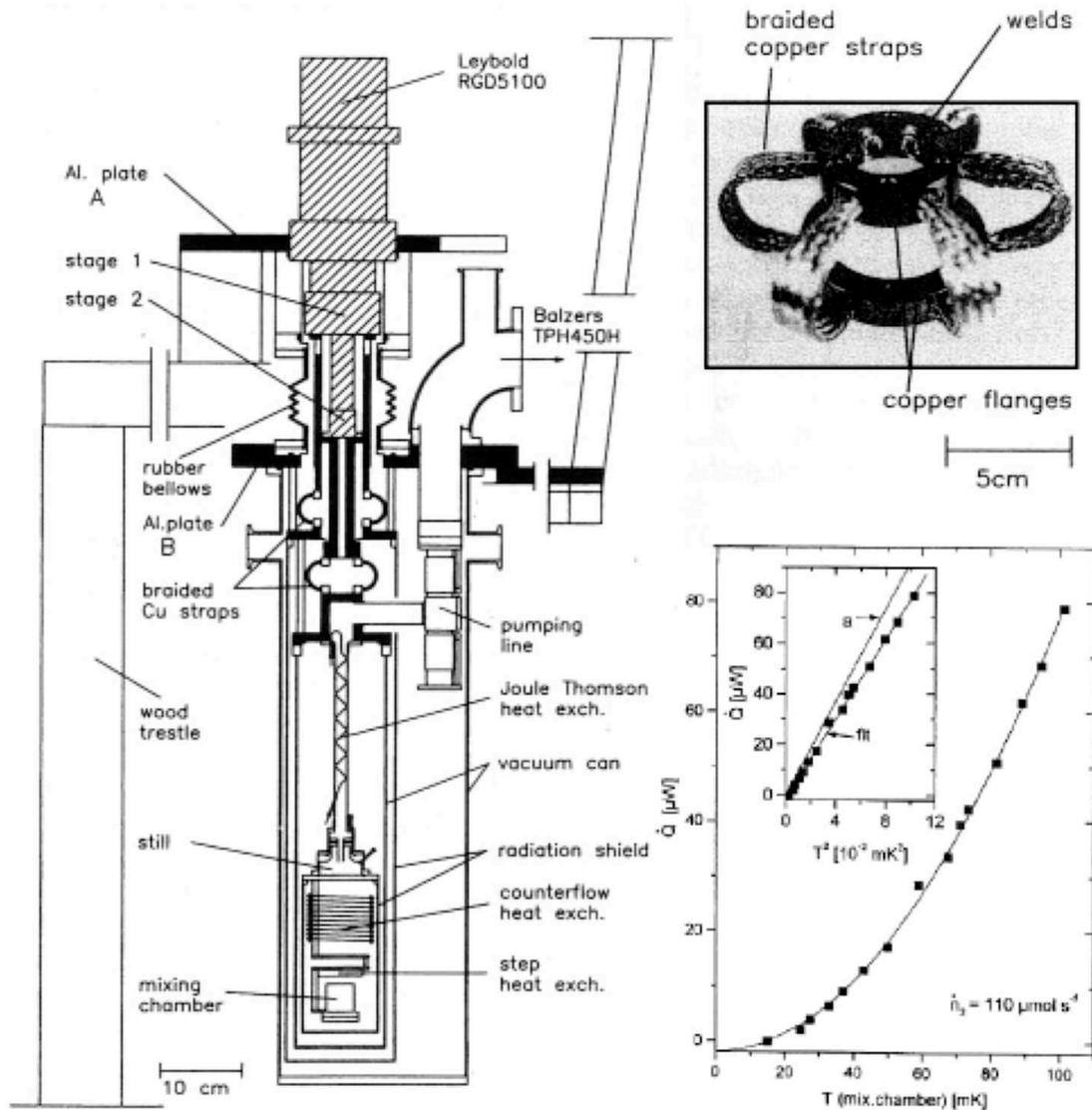


FIG. 1.15: Schéma et performances du réfrigérateur de Uhlig et Hehn en 1997 [27]

1.4.3.2 Description de l'injection et du réfrigérateur

Le réfrigérateur dispose d'une seule ligne d'injection.

La ligne est équipée d'un système de purification du mélange qui est découplé de la machine. Cela permet de purger le piège à charbon sans appliquer trop de chaleur sur le premier étage de machine.

Le capillaire d'injection CuNi(1 * 1,5 mm) est thermalisé sur chaque étage de la machine.

La conception de l'échangeur dans les vapeurs est la même que celle présentée dans le premier article. La longueur de l'échangeur augmente de 19 cm à 23 cm.

L'impédance $Z1$ a une valeur de $1 * 10^{12} \text{ cm}^3$.

L'injection est thermalisée par un enroulement de capillaire CuNi(0,3 * 0,5 mm) d'une longueur de 1,5 m thermalisé au contact du mélange dans l'évaporateur.

Une impédance $Z2$ est thermalisée dans l'échangeur continu. Sa valeur est de $9 * 10^{10} \text{ cm}^3$

La dilution comporte un échangeur continu et un échangeur discret. L'échangeur continu est composé d'un capillaire d'injection en laiton (1.2 * 1.5 mm) qui est spiralé sur une tige de 1,5 mm de diamètre qui est ensuite enlevée. Ce capillaire d'injection est inséré dans un tube

CuNi(3 * 3, 4 mm) de 2,64 m de long. L'échangeur discret est réalisé à partir d'un bloc d'argent (55 * 21 * 8 mm) dans lequel deux trous sont percés et rempli de poudre d'argent ensuite frittée. Chaque fritté comporte un canal central de diamètre 1 mm coté concentré et 1,4 mm coté dilué.

La circulation est assurée par une pompe primaire de $30 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ et d'une pompe turbomoléculaire de $450 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1}$. Un compresseur Hyco MLT-2406-SD permet d'augmenter la pression d'injection.

1.4.3.3 Performances du réfrigérateur

La condensation est effectuée en gardant une pression basse en aval de l'impédance de condensation de façon à améliorer la détente Joule-Thomson (JT). Cela est effectué avec la pompe primaire seule.

Avec un débit de condensation de $140 \mu\text{moles} \cdot \text{s}^{-1}$, le mélange condensé atteint l'évaporateur en 4 heures. Le débit total de circulation est de $540 \mu\text{moles} \cdot \text{s}^{-1}$. La fraction condensée est donc de 26 %.

Les températures de la machine Gifford n'augmentent pas plus de 1 K sur chaque étage. La température du piège augmente de 38 à 61 K. En aval de l'échangeur JT et avant l'impédance Z1, la température de l'injection est de 7,9 K. Nous constatons que lors de la condensation, l'échangeur est peu efficace car les débits en contre-courant ne sont pas égaux du fait de la condensation.

La pression d'injection est de 5 bars pour minimiser l'enthalpie du mélange vers 6 K et aussi pour générer un débit de circulation suffisamment important à travers l'impédance Z1.

Après quelques heures, la pression d'injection se stabilise à 650 mB, l'évaporateur et la boîte à mélange atteignent les températures de 900 mK et 17 mK. Le débit est alors de $70 \mu\text{moles} \cdot \text{s}^{-1}$.

Lorsque la pompe turbomoléculaire fonctionne, la boîte à mélange atteint sa température minimum de 14,9 mK lorsque le débit est de $110 \mu\text{moles} \cdot \text{s}^{-1}$. L'évaporateur est alors à 780 mK en étant chauffé avec 0,5 mW. La courbe de puissance du réfrigérateur pour un débit de $110 \mu\text{moles} \cdot \text{s}^{-1}$ est donné sur la figure 1.15. Sur le graphique représentant la puissance en fonction de T^2 , la droite "a" représente la courbe théorique en $82 \cdot \dot{n} \cdot T^2$ pour le même débit.

1.4.4 (1999) / 43 mK-Réfrigérateur à dilution et machine hybride Gifford-tube à gaz pulsé

En 1999, Koike et son équipe publient un article [28] intitulé :

"A dilution refrigerator using the pulse tube and GM hybrid cryocooler for neutron scattering".

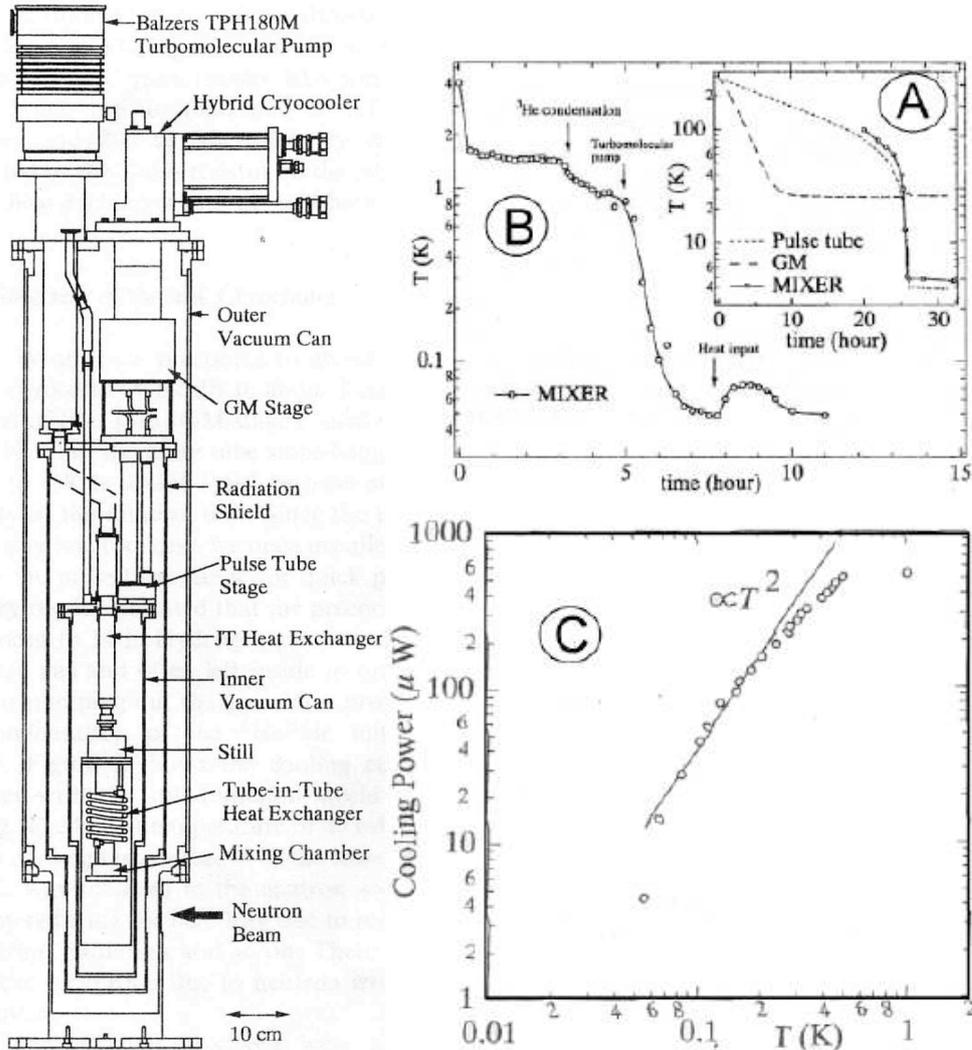


FIG. 1.16: Schéma et performances du réfrigérateur de Koike et al en 1999 [28]

1.4.4.1 Description du cryostat et performances

Le schéma de leur réfrigérateur est donné sur la figure 1.16. Nous constatons qu'aucune précaution n'a été prise pour découpler le réfrigérateur des vibrations de la machine.

Les dimensions du cryostat sont les suivantes :

- Le vase a une longueur de 1,3 m et son diamètre est de 26 cm. Il est en inox et sa partie basse est en aluminium.
- L'écran thermique a une longueur de 90 cm et son diamètre est de 18 cm. Il est entièrement en aluminium d'une épaisseur de 3 mm et sa surface est superisolée.

- Le calorimètre a une longueur de 59 cm et un diamètre de 11 cm. Il est entièrement en aluminium d'une épaisseur de 3 mm.
- Le volume expérimental est donné par les cotes de l'écran aluminium thermalisé sur l'évaporateur. Il est d'un diamètre de 80 mm sur une longueur de 100 mm.

A l'équilibre thermique, la machine hybride fournit une puissance de 0,3 W à 4,2 K. La machine Gifford est à 25 K et sa puissance frigorifique n'est pas donnée. Le temps de prérefroidissement du cryostat est d'une journée. L'allure est donnée par le graphique "A" de la figure 1.16. Nous constatons que le premier étage Gifford a un refroidissement efficace en une dizaine d'heures alors que le deuxième étage à tube à gaz pulsé a une efficacité réduite et pénalise la performance de l'ensemble. Pour pallier à cela les auteurs annoncent l'ajout d'une réfrigération à azote liquide sur la bride du calorimètre de manière à évacuer efficacement la majorité de la chaleur contenue dans le calorimètre et la dilution. Ils prévoient ainsi un temps de prérefroidissement de 14 heures.

1.4.4.2 Description de l'injection et du réfrigérateur

Le réfrigérateur dispose de deux lignes d'injection permettant de condenser l' ^4He puis l' ^3He à des débits comparables mais à des pressions d'injection différentes et optimisées pour minimiser l'enthalpie des fluides à la température de la machine. Entre 300 K et 4,8 K les lignes d'injection sont thermalisées sur chaque étage. La longueur de capillaire CuNi, dont les diamètres ne sont pas donnés, est de 6 m pour chacune des lignes.

La conception de l'échangeur dans les vapeurs d' ^3He est celle donnée par Uhlig [24]. Un capillaire CuNi(1.4*2 mm) de 5 mètres est enroulé sur un tube CuNi de 7 mm de diamètre, puis spiralé sur un tube CuNi borgne de 5 mm de diamètre. L'ensemble est inséré dans le tube de pompage de la dilution.

Les impédances² $Z1$ sont de $1,8 * 10^{11} \text{ cm}^3$ pour la ligne ^4He et de $1,1 * 10^{12} \text{ cm}^3$ pour la ligne ^3He qui est ensuite la ligne de circulation du réfrigérateur.

Sur l'évaporateur, l'injection est thermalisée par un enroulement de capillaire CuNi(0,6 * 1 mm) d'une longueur de 3 m.

La publication ne fait pas état d'une impédance ajustable $Z2$.

L'échangeur de la dilution est de type continu. Il est composé d'un capillaire CuNi(1.2 * 1.6 mm) de 5 m de long qui est spiralé dans un tube CuNi(4,5 * 5 mm) de 1,5 m de long.

La circulation est assurée par une pompe primaire de $12 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ et d'une pompe turbomoléculaire de $180 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1}$.

1.4.4.3 Performances du réfrigérateur

Les volumes d' ^4He et d' ^3He ne sont pas donnés. Lors de la condensation la pompe primaire permet de garder une pression basse en aval de la détente Joule Thomson $Z1$.

La condensation de l' ^4He est réalisée en 3 heures à une pression d'injection comprise entre 3 et 4 bars. La température du tube à gaz pulsé augmente de 4,2 K à 4,8 K, puis la condensation de l' ^3He est réalisée en environ 5 heures à une pression d'injection comprise entre 2

2 – il s'agit de l'impédance $Z1$ en amont de l'évaporateur que l'on retrouve sur le schéma 1.2 page 5

et 3 bars. L'allure du refroidissement lors de la condensation ^3He est représentée sur le graphique "B" de la figure 1.16.

Le temps de condensation du mélange est d'environ 8 heures.

Lorsque le mélange est condensé, la pression d'injection tombe à 1,3 bars et le débit de circulation, mesuré à partir de la pression sur la pompe primaire, est de $200 \mu\text{moles.s}^{-1}$. La température de l'évaporateur est de 700 mK et la boîte à mélange s'équilibre à 43 mK.

Une courbe de puissance est effectuée sans chauffage de l'évaporateur. Elle est donnée par le graphique "C" de la figure 1.16. Sur la plage de puissance où le réfrigérateur a une réponse en T^2 , le débit d' ^3He peut être calculé à partir de la formule 1.7 page 11. Nous obtenons un débit de $53 \mu\text{moles.s}^{-1}$ qui est bien en dessous du débit global, de $200 \mu\text{moles.s}^{-1}$, donné par les auteurs. Il semble difficile de croire que leur réfrigérateur circule 75 % d' ^4He avec un évaporateur à 700 mK. D'autre part le groupe de pompage utilisé semble sous dimensionné pour permettre un pompage si efficace de l'évaporateur à un tel débit. Nous en concluons donc que le débit total de leur réfrigérateur est surévalué.

1.4.5 (2002) / 15 mK-Réfrigérateur à dilution et tube à gaz pulsé

En 2002, Uhlig publie un article [29] intitulé :

" $^3\text{He} / ^4\text{He}$ dilution refrigerator with pulse tube refrigerator precooling".

1.4.5.1 Description du cryostat et performances

Le schéma de ce réfrigérateur est donné sur la figure 1.17. Le tube à gaz pulsé est vissé sur la canne à dilution sans découplage particulier. Des tresses en cuivre de 25 mm^2 de section sont utilisées pour thermaliser l'écran thermique et le calorimètre en les découplant des vibrations de la machine. L'écran thermique est thermalisé avec 4 tresses de 10 cm de long et le calorimètre est thermalisé par 4 tresses de 8 cm de long.

Les dimensions du cryostat sont les suivantes :

- Le vase a une longueur de 900 cm et son diamètre est de 30 cm en partie haute et 22 cm en partie basse. Il est entièrement en inox.
- L'écran thermique a une longueur de 76 cm et son diamètre est de 26 cm en partie haute (longue de 22 cm) et de 13,5 cm en partie basse. Il est entièrement en cuivre. Sa surface est de $0,61 \text{ m}^2$ et sa masse de 6,9 Kg. La bride de l'écran supporte notamment le tube de pompage ^3He dont le diamètre est de 88 mm ($e=0,3 \text{ mm}$) depuis 300 K.
- Le calorimètre a une longueur de 47 cm et un diamètre de 12 cm. Il est entièrement en laiton. Sa masse est de 2,7 Kg. Il est relié à la bride de l'écran thermique par trois tubes inox ($9 * 10 \text{ mm}$) de 225 mm de long. La bride du calorimètre comporte aussi un tube de pompage ^3He de 40 mm de diamètre et un tube de pompage du gaz d'échange de 15 mm de diamètre.
- Le volume expérimental a un diamètre de 120 mm sur une longueur de 50 mm.

Le tube à gaz pulsé utilisé est un modèle commercial. Il s'agit du tube à gaz pulsé bi-étagé PT-405 de chez Cryomech. Nous notons qu'il s'agit du tube à gaz pulsé utilisé sur le réfrigérateur COMO (CRTBT-Air Liquide) et sur notre réfrigérateur d'étude. Ses puissances caractéristiques sont de 30 W à 65 K et 500 mW à 4 K.

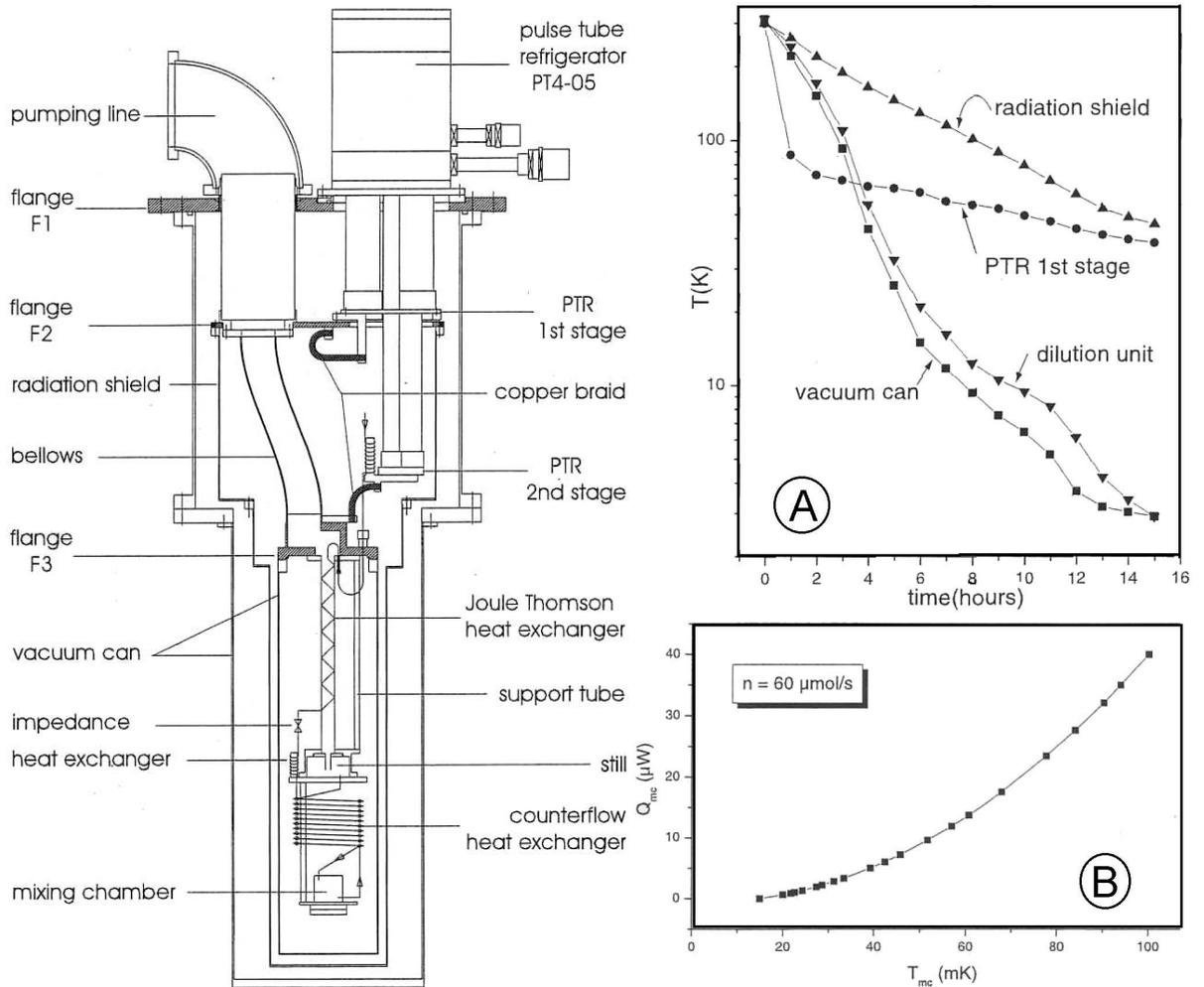


FIG. 1.17: Schéma et performances du réfrigérateur de Uhlig en 2002 [29]

Un premier essai a été réalisé sans superisolation. Le premier étage du tube à gaz pulsé s'équilibre à 43 K pour 10,5 W de puissance frigorifique. L'écran est refroidi à 59 K.

Avec 10 couches de superisolation, le premier étage du tube à gaz pulsé se refroidit à 39 K et thermalise l'écran thermique à 45,5 K. Le deuxième étage se refroidit à 3 K pour 125 mW de puissance frigorifique dont 50 mW provenant de la conduction dans les tubes de liaison en inox.

Le temps de prérefroidissement du cryostat est d'environ 12 heures. L'allure est donnée par le graphique "A" de la figure 1.17. Nous constatons que le premier étage du tube à gaz pulsé se refroidit très vite et que l'écran thermique, découplé thermiquement, a un refroidissement lent. Le réfrigérateur à dilution est quant à lui assez bien couplé à l'enveloppe du calorimètre. Seulement quelques kelvins de ΔT apparaissent à basse température. Nous pensons que cela vient du fait que la pression du gaz d'échange est trop faible. En effet Uhlig ne pressurise le calorimètre qu'à 1 mB à 300 K. La thermalisation du calorimètre serait bonne d'après l'auteur car les écarts de température entre le tube à gaz pulsé et celui-ci ne seraient que de 2 K au maximum. Nous doutons de ce résultat au vu de la section de tresses utilisée.

1.4.5.2 Description de l'injection et du réfrigérateur

Le réfrigérateur a une seule ligne d'injection. Un capillaire CuNi(0,7 * 0,9 mm) est utilisé. L' ^3He est tout d'abord purifié dans un piège à charbon similaire à celui présenté dans la publication d'Uhlig et Hehn en 1994 [26]. L'injection est ensuite thermalisée sur le deuxième étage du tube à gaz pulsé sur 1 m de longueur.

L'échangeur JT est similaire à ceux décrits dans les publications précédentes de Uhlig et Hehn.

L'impédance Z1 a une valeur de $1,1 * 10^{12} \text{ cm}^3$.

L'échangeur sur l'évaporateur est constitué d'un capillaire CuNi(0,3 * 0,6 mm). La longueur de ce capillaire n'est pas donnée.

Il n'est pas fait état d'une impédance ajustable Z2.

Le réfrigérateur ne comporte qu'un échangeur continu. Celui-ci est constitué d'un capillaire en laiton (1,2 * 1,6 mm) enroulé sur un diamètre de 1,9 mm qui est introduit dans un tube en laiton (3,6 * 4 mm) de 2,3 m de long.

La circulation est assurée par une pompe primaire de $30 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ et un compresseur Danfoss FR7.5GX.

1.4.5.3 Performances du réfrigérateur

La condensation du mélange a été testée à deux pressions d'injection en gardant une pression faible en aval de l'impédance JT Z1 en pompant l'évaporateur avec la pompe de circulation.

Avec une pression d'injection de 2 bars le débit de condensation est de $230 \mu\text{moles} \cdot \text{s}^{-1}$ pour un débit total de circulation de $345 \mu\text{moles} \cdot \text{s}^{-1}$. Pendant cette phase de condensation, la température du deuxième étage du tube à gaz pulsé augmente de 3 à 4 K, ce qui correspond à une charge thermique de $500 \mu\text{W}$.

Avec une pression d'injection de 5 bars le débit de condensation est de $266 \mu\text{moles} \cdot \text{s}^{-1}$. Pendant cette phase de condensation, la température du deuxième étage du tube à gaz pulsé augmente de 3 à 4,3 K, ce qui correspond à une charge thermique de $600 \mu\text{W}$.

Le temps de condensation du mélange n'est pas donné. Une fois le réfrigérateur rempli de son mélange, la température de la boîte à mélange s'équilibre en 6 heures à 15 mK avec un évaporateur à 810 mK et une pression d'injection de 600 mB pour un débit d' ^3He de $60 \mu\text{moles} \cdot \text{s}^{-1}$. La courbe de puissance à ce débit est donnée sur le graphique "B" de la figure 1.17. Le deuxième étage du tube à gaz pulsé est alors à 3,05 K.

1.4.6 (2004) / 4,3 mK-Réfrigérateur à dilution et tube à gaz pulsé

En 2004, Uhlig publie un article [30] intitulé :

"Dry dilution refrigerator with pulse tube precooling".

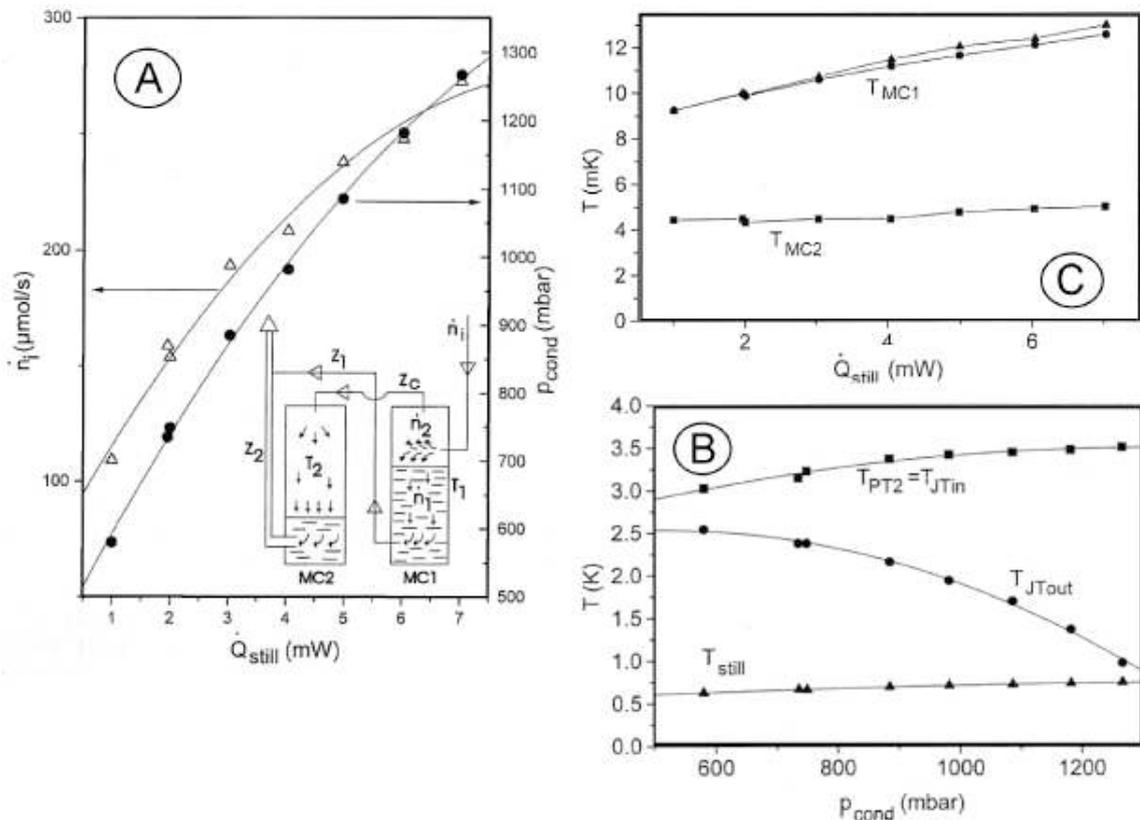


FIG. 1.18: Schéma et performances du réfrigérateur de Uhlig en 2001 [30]

1.4.6.1 Description du cryostat et performances

Le cryostat est le même que celui présenté dans la publication de 2002. Uhlig décrit l'installation du cryostat dans la salle d'expérience. La canne à dilution est fixée sur une armature fixée au plafond. Le groupe de pompage et le compresseur du tube à gaz pulsé sont installés à la cave. La ligne de pompage de la dilution est rigide et son diamètre est de 160 mm. Le temps de prérefroidissement est de 15 heures sans que l'auteur donne les températures d'équilibre du cryostat.

1.4.6.2 Description de l'injection et du réfrigérateur

L'injection est la même que celle du réfrigérateur présenté dans la publication précédente.

Le réfrigérateur garde le même échangeur continu avec l'ajout de deux échangeurs discrets dont la conception est donnée dans la publication de Uhlig et Hehn en 1997 [27]. La boîte à mélange a été changée pour laisser place à une double boîte à mélange permettant d'atteindre de plus basses températures en prérefroidissant l'injection d' ^3He par une première dilution. Cela permet de réduire d'un facteur deux la température atteinte avec une seule boîte. Le montage d'une double boîte à mélange est donné sur la figure 1.18. Nous remarquons que le

débit est partagé entre les deux boîtes, ce qui diminue la puissance frigorifique disponible.

Le groupe de pompage est composé de deux pompes primaires de $30 \text{ m}^3/h$ et d'une pompe roots de $500 \text{ m}^3/h$. La ligne de pompage à 300 K a un fort diamètre de 160 mm pour permettre de localiser le groupe de pompage au sous-sol.

1.4.6.3 Performances du réfrigérateur

Le temps de condensation est de 4 heures. L'auteur ne donne pas plus d'informations concernant les pressions d'injection et les températures du réfrigérateur pendant cette phase mais nous supposons que celles-ci sont équivalentes à celles données dans la publication précédente puisqu'il s'agit des mêmes organes : PT-échangeur JT-impédance Z1.

Le graphique "A" de la figure 1.18 donne le débit d' ^3He du réfrigérateur et la pression d'injection en fonction de la puissance de chauffage de l'évaporateur. Nous constatons que le débit dépend linéairement de la puissance de chauffage jusque vers $200 \mu\text{mole.s}^{-1}$ avec environ $40 \mu\text{mole.s}^{-1}$ par milliwatt appliqué sur l'évaporateur. Le débit d' ^3He semble ensuite saturer vers un peu moins de $300 \mu\text{mole.s}^{-1}$. Uhlig donne comme explication que sa pompe roots est sous dimensionnée. Ce n'est pas le cas au vu des caractéristiques du groupe de pompage et de la température de l'évaporateur de 750 mK, qui n'empêchent pas le pompage de l' ^3He .

Nous avons vu dans ce chapitre qu'il était nécessaire d'avoir une pression d'injection suffisamment haute afin de réduire l'enthalpie de l' ^3He à la température du deuxième étage du tube à gaz pulsé. Nous constatons cela à travers le graphique "B" de la figure 1.18, qui donne l'évolution des températures de l'injection d' ^3He en fonction de la pression de condensation. Nous constatons que la température de l'injection est considérablement réduite lorsque la pression augmente. L'écart d'enthalpie entre l' ^3He injecté et les vapeurs pompées est ainsi accru ; ce qui explique, en se reportant à l'équation 1.13 page 16, que le rapport "débit d' ^3He /puissance de chauffage" diminue avec l'augmentation de la pression d'injection.

Le graphique "C" donne l'évolution de la température minimum des boîtes à mélange en fonction du débit d' ^3He . Nous constatons que le débit optimum ne semble être atteint qu'à un débit inférieur à la gamme de débits parcourue. La température de la première boîte à mélange est comprise entre 9 et 13 mK et la température de la seconde boîte à mélange est entre 4,3 et 5 mK.

1.5 Conclusion du chapitre "Etat de l'art"

Nous avons rappelé le principe de fonctionnement du réfrigérateur à dilution et présenté les différents organes permettant de réaliser une dilution continue d' ^3He selon un cycle conventionnel.

La nécessité de prérefroidir l'injection d' ^3He entre 4,2 K et la température de l'évaporateur a été démontrée. Nous avons présenté les deux méthodes actuellement utilisées pour effectuer le prérefroidissement en constatant l'efficacité et les travers de chacune. Tout comme la boîte à 1 K, le prérefroidissement par échangeur JT permet de concevoir des réfrigérateurs performants capables de travailler à de faibles températures d'évaporateur. Il rend néanmoins plus complexe la conception et l'utilisation des réfrigérateurs. La circulation de petits débits nécessite de limiter les pertes thermiques car le réfrigérateur y est sensible, d'autant plus que l'évaporateur est froid. Le débit peut être aussi réduit en utilisant de fortes impédances de détente mais cela limite rapidement le débit de circulation par une pression d'injection très haute. Cela pose notamment un problème en ce qui concerne la condensation du mélange.

La conception d'un cryostat classique pour réfrigérateurs à dilution a été brièvement revue. Cela nous a permis d'entrevoir les différences de conception qu'engendre la suppression des bains de fluide cryogénique. La puissance frigorifique limitée des machines frigorifiques et l'opération dans le vide d'isolement de l'écran thermique et du calorimètre sont les principales données d'entrée dans la conception de ce nouveau type de cryostat.

Une revue bibliographique a permis d'établir un bilan des travaux publiés jusqu'à aujourd'hui et de se rendre compte de l'allure générique de conception de ce nouveau type de cryostats. Nous avons pu constater qu'il était possible d'atteindre des très basses températures lorsque les vibrations des machines Gifford ont commencé à être atténuées ou bien depuis que les tubes à gaz pulsé sont assez performants pour être utilisés comme source froide.

TUBE À GAZ PULSÉ

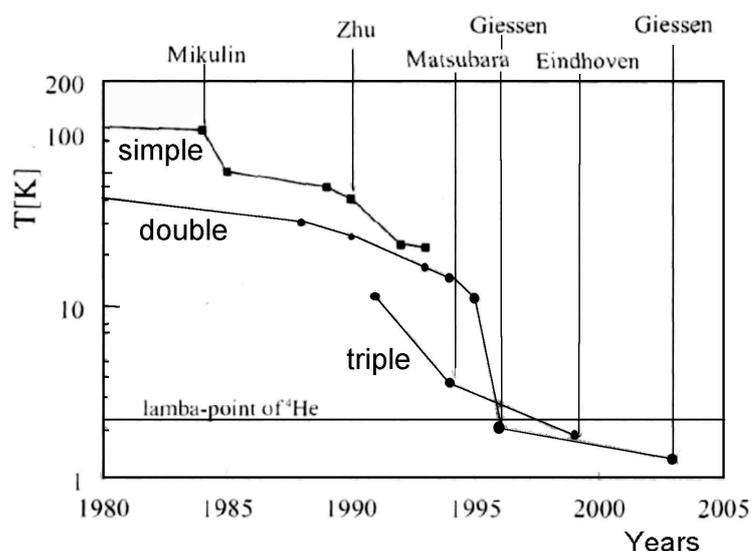


FIG. 2.1: Historique des performances des TGP

Les tubes à gaz pulsé sont des machines frigorifiques fiables qui ne génèrent que très peu de vibrations comparativement à d'autres types de machines telles que les Gifford Mac Mahon.

Le principe de fonctionnement du tube à gaz pulsé n'est pas récent ; Gifford et Longworth l'étudiaient déjà en 1964. Dans les premiers temps les performances n'étaient pas très spectaculaires, car certaines subtilités de conception n'avaient pas encore été découvertes. Lorsque en 1984 Mikulin franchit subitement la barre des 100K avec sa machine, le tube à gaz pulsé devint la source de multiples recherches fondamentales et technologiques. La figure 2.1 rapporte l'évolution des températures atteintes en fonction du temps.

Actuellement les tubes à gaz pulsé commerciaux permettent d'atteindre 60 W @ 80 K pour les versions mono-étagées, et 1,5 W @ 4,2 K avec 40 W @ 45 K pour les bi-étagées.

Dans ce chapitre nous commençons par introduire la notion de refroidissement par détente de gaz pour ensuite présenter le principe de refroidissement du tube à gaz pulsé avec son cycle thermodynamique associé et sa conception technique.

Nous présentons par la suite le tube à gaz pulsé utilisé pendant cette thèse, pour en décrire les essais de caractérisation ainsi que les performances obtenues.

Enfin, une fois que la machine sera bien connue, nous rentrerons dans une partie plus complexe, en décrivant les essais menés sur la puissance de refroidissement disponible sur le régénérateur du deuxième étage des tubes à gaz pulsé 4 K.

2.1 Fonctionnement de la machine

2.1.1 Une détente comme source de froid

Selon le premier principe de la thermodynamique, lorsqu'un gaz est détendu adiabatiquement, il se refroidit. Le rapport des températures et des pressions est exprimé par l'équation suivante :

$$T_1 = T_0 \left(\frac{P_1}{P_0} \right)^{\frac{1-\alpha}{\alpha}} \quad (2.1)$$

où $\alpha = \frac{C_p}{C_v}$.

Pour les gaz monoatomiques tel que l'hélium, α est égal à 5/3. Si nous voulions réaliser une détente frigorifique de 300 K à 4 K, il faudrait disposer d'hélium pressurisé à 47000 bars, en supposant que l'hélium reste un gaz parfait jusqu'à 4 K. Il est donc évident que l'obtention des plus basses températures ne peut être réalisée grâce à une unique détente adiabatique.

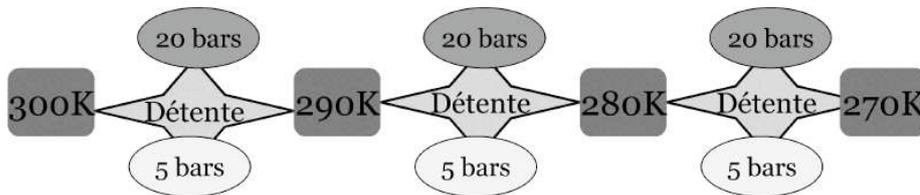


FIG. 2.2: Schématisation des détentes frigorifiques en cascade

La puissance frigorifique des machines cryogéniques provient de la détente périodique d'hélium sur une dizaine de bars. Ces détentes sont réalisées dans un espace isolé thermiquement et un échangeur de chaleur permet de prérefroidir l'hélium à haute pression à partir de l'hélium froid à basse pression. Les détentes se succèdent et un effet de cascade s'opère pour descendre peu à peu jusqu'aux températures cryogéniques. La figure 2.2 schématise ces propos.

2.1.2 Cycle de Stirling

Les tubes à gaz pulsé opèrent selon un cycle de Stirling composé de compressions et détentes isothermes et d'échanges de chaleur isochores, alors que les machines Gifford Mac Mahon suivent un cycle d'Ericsson composé de compressions et détentes isothermes et d'échanges de chaleur isobares. Ces deux cycles thermodynamiques sont qualifiés de cycles à régénération car ils mettent en jeu une quantité de chaleur cédée puis récupérée (régénérée) lors du cycle. Le stockage de la chaleur hors du fluide se fait par le biais d'un échangeur thermique à gradient de température, que l'on appelle usuellement *régénérateur*.

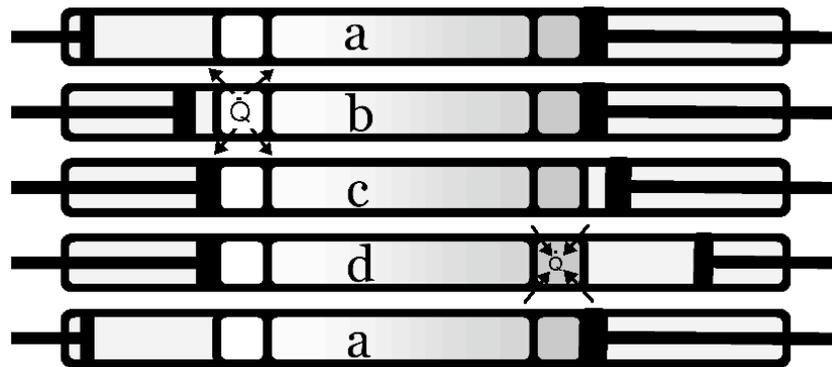


FIG. 2.3: Les quatre phases du cycle de Stirling.

Dans le cas idéal où le régénérateur est sans volume mort¹, le cycle de Stirling est réalisé comme nous l'avons schématisé sur la figure 2.3.

En "a" le gaz est à température ambiante et à basse pression.

Entre "a" et "b", le piston de gauche comprime le gaz et cède sa chaleur de compression dans un échangeur. **C'est une compression isotherme.**

Entre "b" et "c", les deux pistons se translatent vers la droite et le gaz est filtré à travers le régénérateur dans lequel il cède sa chaleur tout en restant à haute pression. **C'est un échange de chaleur isochore.**

Entre "c" et "d", le piston de droite détend le gaz prérefroidi, qui fournit sa puissance froide à un échangeur. **C'est une détente isotherme.**

Entre "d" et "a", les deux pistons se translatent vers la gauche et le gaz filtre de nouveau à travers le régénérateur où il se "régénère" en retrouvant la chaleur qu'il avait cédé à l'aller et se retrouve à température ambiante pour commencer un nouveau cycle. **C'est un échange de chaleur isochore.**

Le rendement isentropique (de Carnot) de ces machines peut être calculé à partir de l'équation 2.2.

$$\text{Rendement} = 100 \left(\frac{T_{\text{Froide}}}{T_{\text{Chaude}} - T_{\text{Froide}}} \right) \quad (2.2)$$

Pour une machine 4 K le rendement de Carnot vaut 1,35 %

Aux températures cryogéniques, les performances deviennent catastrophiques même si l'on se place dans un cas idéal sans irréversibilité. Dans un cas réel, la consommation électrique moyenne d'un tube à gaz pulsé est de l'ordre de 4 kW pour 1 W @ 4 K. Cela donne un rendement de 0,025 % bien inférieur au rendement de Carnot.

1 – Sans volume mort, il est possible de séparer distinctement les phases de compressions / détentes des phases d'échanges thermiques. La circulation du gaz dans le régénérateur est entièrement pilotée par les pistons.

2.1.3 Réalisation technique du cycle

2.1.3.1 Spécificité du tube à gaz pulsé

La grande spécificité des tubes à gaz pulsé réside dans la façon dont ils réalisent technologiquement le cycle de Stirling. En effet ces derniers n'utilisent pas de piston mécanique à froid pour effectuer la détente. Pour remplacer cette pièce mécanique, une savante gestion de débits de gaz dans la partie froide génère un piston gazeux qui permet la détente du gaz au niveau de l'échangeur froid.

Les réfrigérateurs Stirling conventionnels et les Gifford Mac Mahon comportent des pièces froides en mouvement. Ces pistons doivent assurer une certaine étanchéité, ce qui rend leur réalisation complexe du fait des jeux qui varient avec la dilatation thermique des machines. Le travail à froid bannit toute forme de lubrification et l'usure et la faible fiabilité de ces machines sont le revers de leur efficacité. La détente par piston gazeux est moins efficace que celle obtenue mécaniquement : les machines Gifford ont trois fois plus de puissance à 4 K que les tubes à gaz pulsé.

Outre la fiabilité, les tubes à gaz pulsé se démarquent des autres machines par leur faible taux de vibrations. Cela est encore dû au fait que la détente est réalisée par un piston gazeux. Il n'y a pas de frottements ni de chocs violents du piston, et les seules vibrations observées sont celles du fluide circulant dans le régénérateur et une très légère flexion périodique des tubes ($40 \mu\text{m}$) lors des compressions et détentes.

2.1.3.2 Technologie de la machine

Un tube à gaz pulsé se présente comme cela est schématisé sur la figure 2.4.

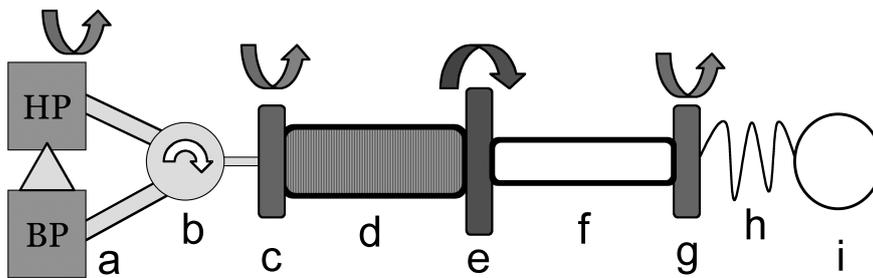


FIG. 2.4: Schéma d'un tube à gaz pulsé classique.

"a" Un compresseur de quelques kW permet la recompression à 18 bars de l'hélium détendu à 8 bars. La chaleur de compression est évacuée par de l'huile mélangée à l'hélium. Cette huile est ensuite refroidie par une circulation d'eau.

"b" Une vanne rotative sur le "haut" du tube à gaz pulsé va générer les ondes de pression entre 1 et 2 Hz.

"c" Un échangeur de chaleur en cuivre est de nouveau placé afin d'évacuer au maximum la chaleur de compression dans le volume situé entre la vanne et l'entrée du régénérateur.

"d" Un régénérateur permet, comme cela a été vu précédemment, de passer de la température ambiante à la température froide en jouant le rôle "d'éponge thermique" ou encore de "volant thermique". Le régénérateur est composé de matériaux à forte capacité calorifique

comme l'acier inoxydable, le plomb et des terres rares. Cet échangeur se présente sous la forme de grilles fines ($100 \mu\text{m}$) ou bien de billes.

"e" Un échangeur froid en cuivre où sera localisé l'effet frigorifique.

"f" Un tube adiabatique vide où est généré le piston gazeux. Ce tube est souvent appelé tube à pulsation.

"g" Un échangeur chaud permet d'évacuer la chaleur de compression adiabatique dans le tube à pulsation.

"h et i" Un capillaire et un volume tampon. Le volume tampon assure une réserve de gaz à pression constante et le capillaire que l'on nomme "inertance" permet de déphaser le débit entre le volume tampon et le tube à pulsation. C'est grâce à ce montage que l'on arrive à mettre en phase le débit et la pression au niveau de l'échangeur froid. Sans inertance et volume tampon, c'est à dire avec un tube borgne seul, les ondes de pression auraient pour effet de créer des ondes de température avec un bilan de puissance froide nul sur l'échangeur froid.

2.1.3.3 Echanges thermiques dans le tube à pulsation

Les extrémités du tube à pulsation ("e" et "g" sur le dessin de la figure 2.4) semblent subir les mêmes ondes de pression or l'une se refroidit aux températures cryogéniques et l'autre s'échauffe et doit évacuer sa chaleur pour rester à température ambiante.

Cela est intimement lié au fait que le tube à pulsations n'est pas borgne. Le schéma de la figure 2.5 représente le déplacement du fluide dans le tube en fonction de sa température.

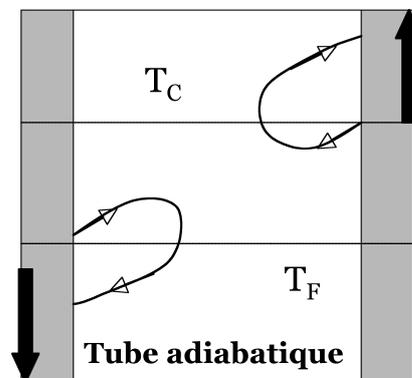


FIG. 2.5: Schématisation des échanges thermiques aux bornes du tube à pulsation

Un fluide se déplace toujours des hautes pressions vers les basses pressions. Dans le cas présent, le gaz rentre dans le tube adiabatique à pulsations en se comprimant du côté de l'échangeur froid et en se détendant du côté de l'échangeur chaud² ; inversement lors de la détente. Si les bilans de chaleur ne sont pas nuls sur un cycle, cela est dû au déphasage de l'onde de pression dans le tube grâce à l'inertance réalisée par le capillaire.

2 – Le volume tampon se vide lorsque sa pression est supérieure à la pression du tube à pulsation, il y a donc détente

2.1.3.4 Différentes géométries

La forme classique des tubes à gaz pulsé ayant été présentée, nous pouvons nous intéresser aux différentes géométries élaborées afin de rendre ces machines plus commodes d'utilisation. La figure 2.6 expose les trois géométries utilisées jusqu'à maintenant.

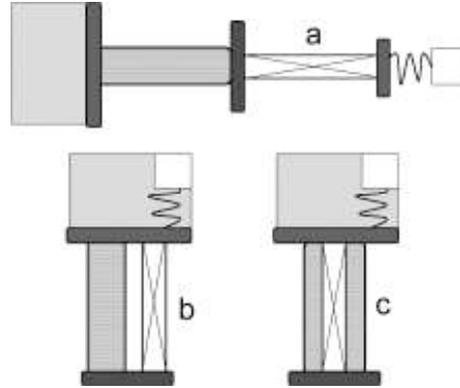


FIG. 2.6: Schématisation des différentes géométries de tubes à gaz pulsé

En "a" nous trouvons la géométrie en ligne. L'inconvénient de cette architecture simple est que la source froide est au milieu de la machine. Cela la rend moyennement accessible, mais surtout cela pose un sérieux problème concernant le refroidissement de l'échangeur chaud en bout de tube à pulsation. En effet la machine fonctionne dans une enceinte à vide et il faut donc prévoir un système de transport de la chaleur de l'échangeur vers l'extérieur.

En "b" est représentée la géométrie en "U". Cette géométrie est la plus répandue pour les tubes à gaz pulsé commerciaux. Le tube à pulsation est tout simplement ramené sur le premier échangeur et le dispositif de déphasage est intégré dans la tête du tube à gaz pulsé où se trouve la vanne rotative.

En "c", il s'agit de la géométrie coaxiale. Le tube à pulsations est au centre du régénérateur. D'aspect extérieur il n'y a plus qu'un tube massif. Cette géométrie est néanmoins d'efficacité inférieure aux deux autres, car le tube à pulsations n'est plus adiabatique et le gaz tend plus à se réchauffer à l'intérieur de celui-ci.

2.1.3.5 Sources d'irréversibilité et limitation du rendement

Le rendement des tubes à gaz pulsé est très médiocre. Outre les importantes pertes énergétiques dues à la compression isotherme de l'hélium, le régénérateur est grandement impliqué dans l'efficacité des machines.

Tout d'abord le régénérateur donne lieu à de fortes pertes de charge, ce qui réduit l'amplitude de la détente et donc sa puissance froide. Le cas idéal d'un échangeur sans pertes de charge est impossible. En effet le transfert de chaleur requiert le contact du fluide avec l'échangeur, ce qui implique inéluctablement une dissipation visqueuse. La situation optimale résulte d'un compromis entre un bon échange et une perte de charge raisonnable.

Lors de la description du cycle de Stirling de la figure 2.3, le régénérateur avait été considéré sans volumes morts. Dans ce cas il est possible d'attendre en phase comprimée que le gaz transfère sa chaleur de compression à l'échangeur chaud avant de le refroidir à travers le régénérateur. Un véritable régénérateur doit laisser passer le gaz pour pouvoir le refroidir. Il

ne peut donc être sans volumes morts. Il en découle que la compression isotherme du cycle de Stirling ne l'est pas exactement, ce qui tend à augmenter la quantité de chaleur au début du régénérateur. Cela se ressent forcément sur la température froide de la machine.

Enfin, il est difficile de stocker de grandes quantités d'énergie dans le régénérateur en dessous d'un trentaine de kelvins car la chaleur spécifique des matériaux le composant est faible. Or l'hélium garde une chaleur spécifique importante jusqu'à 4 K. Il en découle que les régénérateurs des tubes à gaz pulsé basses températures subissent de fortes variations de températures entre le stockage et la restitution de la chaleur aux flux d'hélium haute et basse pression. La difficulté à établir un gradient de température stable dans le régénérateur pénalise le prérefroidissement de l'hélium. La connaissance de plus en plus approfondie des matériaux à basses températures permet de mieux choisir les constituants des régénérateurs. Si dans la gamme [300 K ; 80 K] la majorité de ceux-ci est constituée de grilles d'acier inoxydable, de savantes stratifications de terre rares et de supraconducteurs pris à leur température critique sont réalisées afin d'augmenter la puissance disponible à la tant convoitée température de l'hélium liquide.

2.2 Caractérisation du PT-405

2.2.1 Description générale de la machine

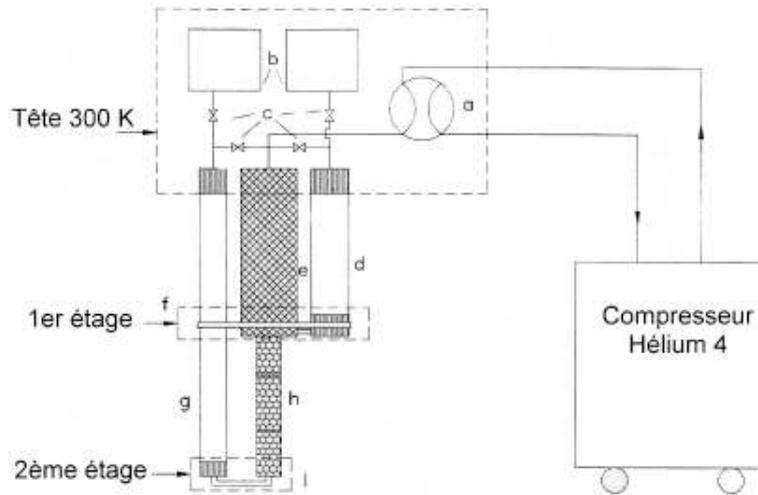


FIG. 2.7: Schématisation du PT-405 de la marque Cryomech

Le tube à gaz pulsé retenu pour nos développements est le PT-405 de la marque américaine Cryomech [4]. Il s'agit d'un tube à gaz pulsé bi-étagé permettant d'obtenir 25 W à 65 K et 0,5 W à 4 K. La consommation électrique du compresseur est de 4 kW en alimentation 380 V triphasée. Un tube à gaz pulsé bi-étagé peut être vu comme un tube à gaz pulsé classique sur lequel on détend une partie du débit de gaz en un point du régénérateur, afin de produire une première source de froid et d'abaisser la température du régénérateur. Le schéma de la figure 2.7 représente l'ensemble de la machine.

Nous retrouvons en "a" la vanne rotative, en "b" les deux volumes tampons, en "c" les inerties, en "d" le tube à pulsation du premier étage, en "e" la première partie du régénérateur ou régénérateur du premier étage, en "f" la bride échangeur constituant la source froide [30 K; 60 K], en "g" le tube à pulsations du deuxième étage, en "h" la fin du régénérateur ou régénérateur du deuxième étage, et en "i" la bride échangeur constituant la source froide [2,8 K; 5 K].

Les performances d'une machine frigorifique s'expriment à travers des courbes de puissance, qui donnent les températures d'équilibre d'une machine en fonction de la charge thermique qu'elle reçoit. Dans la conception d'un cryostat, il est primordial d'avoir bien caractérisé les sources froides afin de dimensionner les différents éléments du cryostat en adéquation avec les puissances disponibles aux températures que l'on souhaite atteindre.

Les courbes de puissance fournies avec la machine par le fabricant¹ certifient le bon fonctionnement de la machine. Le compresseur était alimenté² en 60 Hz et les thermomètres et chauffages utilisés nous sont inconnus. Ces données étaient donc insuffisantes pour entreprendre une étude de dimensionnement d'un réfrigérateur à dilution. En début de thèse nous avons donc entrepris la caractérisation de la machine.

1 – Ces mesures sont présentées en annexe A page 165

2 – L'alimentation en 50 Hz est moins efficace que celle en 60 Hz et cela se ressent sur les performances des tubes à gaz pulsé

Nous présentons dans cette partie le montage expérimental réalisé ainsi que les résultats de la caractérisation de la machine.

2.2.2 Montage expérimental

2.2.2.1 Cryostat de test

Comme nous le verrons dans le chapitre suivant, l'Air Liquide a livré au CNRS un doublon de la partie 300 K - 4 K du premier réfrigérateur réalisé. Cet ensemble comprenait le tube à gaz pulsé, une enceinte à vide et une bride 300K sur laquelle étaient soudées une bride devant soutenir un écran thermique ainsi qu'une bride de calorimètre. L'intégration du tube à gaz pulsé est représentée en photo sur la figure 2.8. C'est à partir de ce montage que les développements de cette thèse ont été entrepris.

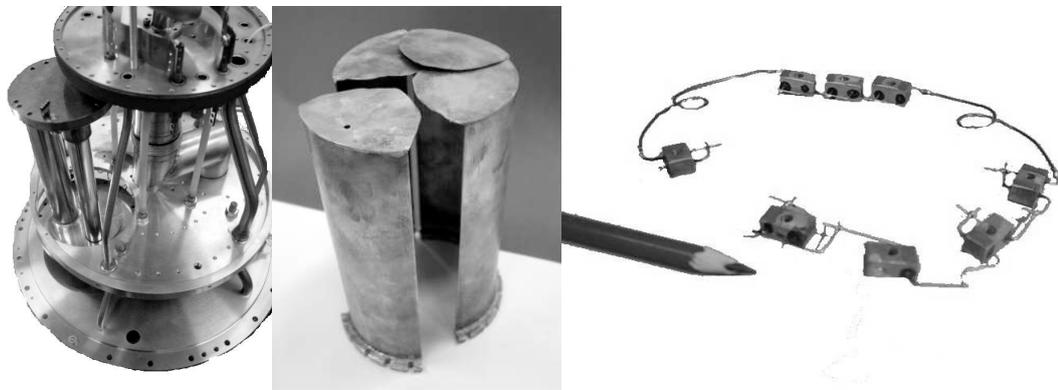


FIG. 2.8: Photo de l'implantation du TGP, de l'écran thermique réalisé, et des chauffages.

2.2.2.2 Charge thermique sur l'étage 4 K

La puissance à 4 K sur le deuxième étage est de l'ordre de 0,5 W d'après le fabricant. La surface du deuxième étage du tube à gaz pulsé est égale à 190 cm². L'équation 2.3 permet de calculer les échanges de chaleur par rayonnement lorsque l'émissivité des entités en regard ont la même émissivité.

$$Q = \epsilon \cdot S \cdot \sigma (T_1^4 - T_0^4) \quad (2.3)$$

$$\sigma = 5,67 \cdot 10^{-12} \text{ W.cm}^{-2} \cdot \text{K}^{-4}$$

ϵ est l'émissivité que l'on prend égale à 0,1. Cette valeur est très fluctuante et dans la littérature elle peut varier de 1 jusqu'à 10⁻² suivant les matériaux et leur état de surface. 0,1 aurait tendance à surévaluer la charge par rayonnement mais il est toujours préférable de surdimensionner les thermalisations plutôt que l'inverse. Dans cette thèse les calculs de pertes thermiques par rayonnement sont donc toujours effectués dans un premier temps avec une valeur d'émissivité de 0,1.

La surface prise en compte dans l'équation 2.3 est celle pour laquelle nous cherchons à connaître la charge due au rayonnement ; il s'agit donc de la surface du deuxième étage estimée à 190 cm².

Entre 300 K et 4 K, la charge thermique radiative est de 870 mW. Cette puissance est très importante comparativement aux 500 mW de puissance prédite à 4 K. Nous comprenons donc la nécessité de réaliser un écrantage du rayonnement 300 K à partir du premier étage. Lors des essais, le premier étage du tube à gaz pulsé va être chauffé jusque vers 70 K. Au delà de cette température la puissance à 4 K diminue fortement et cela ne nous intéresse donc plus. En supposant une température d'écrantage de 80 K, la charge thermique par rayonnement serait réduite de 870 mW à 25 mW dans le cas le plus défavorable. Cette puissance "parasite" est tout-à-fait acceptable et sera prise en compte dans la puissance totale disponible sur le deuxième étage.

Sur la figure 2.8 est représenté en photo l'écran thermique. Il est réalisé en quatre parties afin de pouvoir le monter sur le premier étage du tube à gaz pulsé à travers la bride en inox que nous apercevons sur la photo de gauche de la figure 2.8.

La charge thermique sur cet écran de 770 cm² est de 3,5 W. Cette puissance sera ajoutée à la puissance injectée par le chauffage sur le premier étage du tube à gaz pulsé. La température de cet écran est mesurée en son extrémité.

2.2.2.3 Thermométrie et chauffage

La température du premier étage est mesurée par une résistance de platine de 100 Ω , et celle du deuxième étage par une résistance Allen Bradley de 47 Ω étalonnée contre une résistance de germanium LAKESHORE entre 1,4 K et 9 K en utilisant un cryostat à bain d'hélium 4 pompé.

Nous avons réalisé des chauffages permettant de reproduire une situation de charge normale. Ils sont constitués de plusieurs petits blocs de cuivre contenant des résistances à couche métallique de CuNi dont la variation de résistivité est de 50 ppm par Kelvin . Ces blocs sont répartis sur les deux brides et la puissance est de ce fait bien dissipée sur chaque étage. Sur la droite de la figure 2.8 est présentée une photo du chauffage du premier étage.

Sur le premier étage, il était prévu de dissiper jusqu'à 45W. Le câblage a été dimensionné de sorte que la charge thermique de conduction est de 100 mW pour la paire de fils. Cette puissance sera prise en compte lors de la caractérisation de la machine. Le chauffage par effet Joule est de 24 mW lorsque 45 W sont appliqués sur le premier étage, ce qui est négligeable.

Sur le deuxième étage, il était prévu de dissiper jusqu'à 1,5 W. Le câblage a été dimensionné de sorte que la charge thermique de conduction est de 300 μ W sur le premier étage et 43 μ W sur le deuxième étage, pour la paire de fils. Cette puissance est négligeable. Le chauffage par effet Joule est de 10 mW lorsque 1,5 W sont appliqués sur le deuxième étage, ce qui est négligeable.

2.2.3 Courbes de puissance mesurées

Sur un tube à gaz pulsé bi-étagé, les sources froides ne sont pas indépendantes. Il n'y a donc pas une courbe de puissance unique pour chaque étage, mais des courbes de puissance en fonction des charges thermiques appliquées sur chaque étage. La caractérisation de la machine a consisté à faire varier la charge sur le deuxième en mesurant la température de chaque étage, et cela pour différentes charges appliquées sur le premier étage. Les courbes de puissance obtenues sont présentées sur les graphiques des figures 2.9 et 2.10.

Les courbes de puissance du premier étage sont sans surprises. Les performances sont dégradées lorsque la charge sur le deuxième étage augmente. Cette dépendance est logiquement plus marquée aux basses températures ; nous relevons une variation de puissance de 4 W à 40 K (60 % de variation par rapport à la puissance moyenne à cette température) et seulement 2 K à 70 K (6,4 %). Cryomech prévoyait 25 W à 65 K. Nous mesurons entre 26 et 28,5 W. Nous pouvons supposer que cela provient de la sur-évaluation de la puissance de rayonnement reçu par l'écran thermique.

Concernant les courbes de puissance du deuxième étage, nous observons un comportement singulier de la machine. En effet, nous constatons que les meilleures performances sont obtenues lorsque le premier étage est chargé avec 23,6 W et non pas avec la charge minimum. Lors d'une rencontre sur Grenoble avec Peter Gifford de chez Cryomech une explication physique à cela a été apportée. Le premier étage soutire du gaz au débit total pour le détendre et produire sa puissance frigorifique. Si l'on considère que le *volume* détendu est constant, nous nous rendons compte que la masse d'hélium détendue va par contre dépendre de la température, et dans ce sens nous imaginons que plus le premier étage sera froid, plus il "absorbera" une part importante du débit et diminuera de ce fait la puissance du deuxième étage. La dépendance du deuxième étage, par rapport à la température du premier, est moins marquée. Les écarts de température ne dépassent pas 0,1 K à part le cas de forte charge sur le premier étage qui dégrade fortement la puissance du deuxième étage. Cryomech prévoyait 0,5 W à 4 K. Nous relevons entre 440 mW et 500 mW lorsque le premier étage n'est pas surchargé.

Le compresseur du tube à gaz pulsé a été installé au sous-sol de notre salle d'expérimentation afin de diminuer le bruit de fonctionnement de l'appareil. La longueur des lignes a ainsi été augmentée de 3 m à 9 m. Celles-ci sont réalisées avec du tube inox 22*25 mm, et des flexibles métalliques permettent le raccordement au compresseur. Nous n'avons pas mesuré de pertes de performance sur le tube à gaz pulsé après avoir réalisé ce montage. Dans la salle où se trouve le cryostat, les lignes sont fixées sur un bloc de béton permettant d'atténuer la transmission des vibrations du compresseur.

Courbes de puissance du 1er étage
pour différentes charges thermiques du 2ème étage

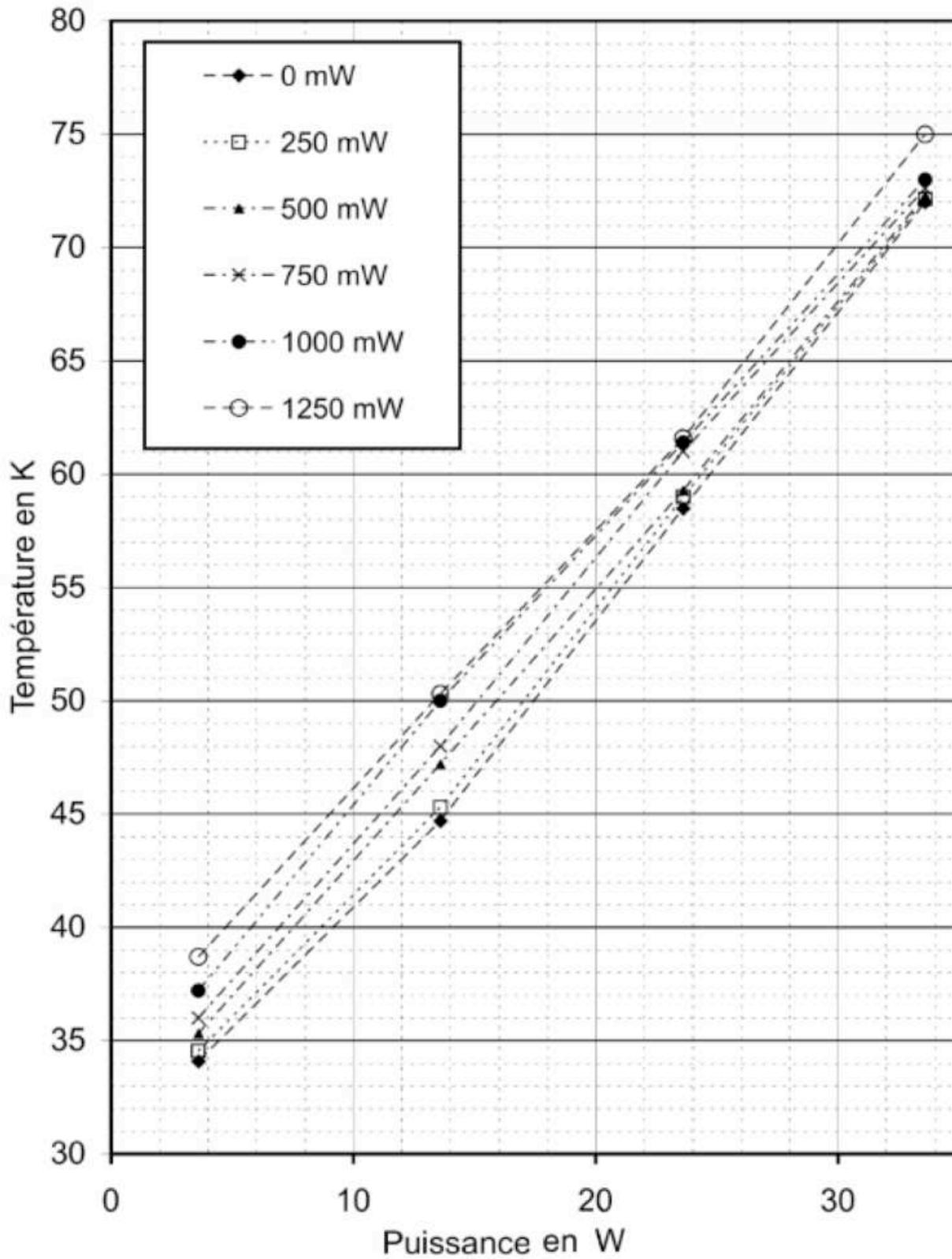


FIG. 2.9: Courbes de puissance du 1er étage

Courbes de puissance du 2ème étage
pour différentes charges thermiques du 1er étage

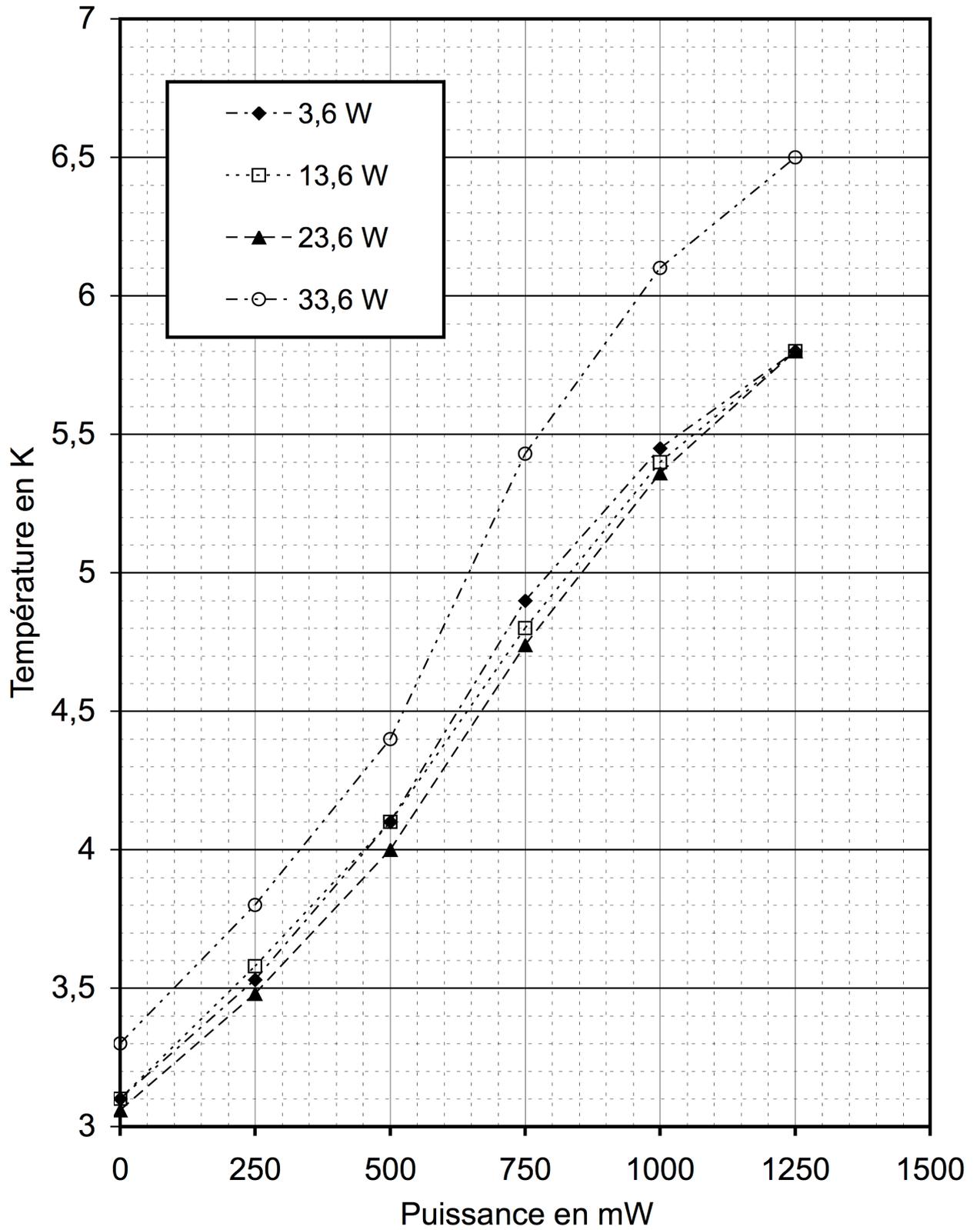


FIG. 2.10: Courbes de puissance du 2ème étage

2.3 Source froide à 8K

2.3.1 Motivation

Un tube à gaz pulsé est souvent destiné à être la seule source froide d'un cryostat autonome. Comme cela vient d'être présenté, la puissance à 4 K est de l'ordre de 500 mW. Cette puissance ne peut être augmentée sans accroître de même la température de la source froide. Ce constat étant établi, et si pour les besoins expérimentaux nous nécessitons plus de puissance à 4 K, il faut avant toute chose se demander *d'où provient la charge thermique sur l'étage 4 K*, avant d'opter pour un tube à gaz pulsé plus puissant à 4 K.

Premier cas : La charge thermique est générée sur l'étage 4 K lui-même. Dans ce cas, il est donc impossible de la réduire et effectivement le tube à gaz pulsé ne sera pas assez puissant. Un cas typique est celui d'un tube à gaz pulsé devant refroidir un détecteur de neutrons dont le flux et l'énergie provoqueraient une charge thermique de 700 mW.

Deuxième cas : La charge thermique provient de flux de chaleurs par rayonnement, conduction et convection. Dans ce cas, il est possible de travailler à diminuer ces flux et de rentrer dans la gamme de puissance de fonctionnement du tube à gaz pulsé que l'on possède. Par exemple, des fils de mesure arrivent depuis 300 K et par conduction amènent une charge thermique de 700 mW sur l'étage 4 K. Si nous prenons soin de thermaliser ces fils sur le premier étage, nous pouvons facilement couper ce flux de conduction et diminuer la charge thermique à 500 mW dans notre cas.

Cette introduction rappelle simplement que les machines les plus puissantes à 4 K ne sont pas tout le temps un gage d'excellence et qu'avec une machine moins puissante à 4 K, mais disposant de puissantes sources froides à plus hautes températures, il est possible de réaliser des performances en termes de thermalisation 4 K bien plus intéressantes.

Pourquoi ne pas réaliser des tubes à gaz pulsé à 3, 4, 5 étages? Uniquement parce que chaque étage prélève une part du débit et que cela diminue significativement la puissance sur le dernier étage. Néanmoins, des machines tri-étagées existent à l'état de prototypes et permettent de descendre en dessous de la température de transition de phase de l' ^4He par exemple (cf : PT de Giessen figure 2.1 au début de chapitre).

Nous allons maintenant au cœur du sujet. Comment garder la puissance froide à 4 K intacte et en même temps réaliser des thermalisations entre l'étage 60 K et l'étage 4 K? Nous nous sommes posé cette question en pensant notamment utiliser le régénérateur du deuxième étage. Cela se réalisait déjà régulièrement pour des fils de mesure [5]. Dans le cas de cette thèse, nous avons envisagé d'y thermaliser l'injection de la dilution, mais dans ce cas les puissances mises en jeu sont de un à deux ordres de grandeur supérieures à celles nécessaires à la thermalisation de fils.

Nous nous sommes donc demandé dans quelle mesure le fait de venir se thermaliser sur le régénérateur du deuxième étage, et de ce fait y déposer de la chaleur, pouvait dégrader les performances du deuxième étage.

Shaowei ZHU et son équipe [7] ont mené une étude théorique sur la thermodynamique du régénérateur du deuxième étage d'un tube à gaz pulsé semblable au PT-405. Ils ont démontré que le deuxième étage du tube à gaz pulsé subissait un flux d'enthalpie depuis le premier étage, qui diminuerait de 80 % la puissance disponible sur le deuxième étage. Dans le même

article, ils suggéraient la possibilité d'extraire de la puissance frigorifique sur le régénérateur en interceptant le flux d'enthalpie par des échangeurs de chaleur positionnés sur le régénérateur sur la partie déficitaire en enthalpie.

Ils prévoient théoriquement une puissance de 3,2 W à 16 K sans pour autant dégrader les performances à 4 K.

La publication date de 2002, mais aucune expérience n'est encore venue vérifier la théorie avancée. Dans le cadre de cette thèse, la possibilité de réaliser ces essais était doublement intéressante. D'une part il s'agissait d'une expérience de premier ordre dans le domaine des tubes à gaz pulsé 4 K si la puissance était là, et d'autre part cela serait très utile lors du couplage de la dilution.

Après une introduction permettant la compréhension du phénomène étudié, nous allons présenter le montage expérimental effectué ainsi que les résultats obtenus.

2.3.2 Enthalpie de l'hélium et charge thermique à 4 K

A basse température l' ^4He n'est plus un gaz parfait. Nous constatons que dans la gamme de températures [6 K ; 26 K] l'hélium à basse pression a une enthalpie plus importante que l'hélium à haute pression. La figure 2.11 montre la différence d'enthalpie $h(18 \text{ bars}) - h(8 \text{ bars})$, qui sont respectivement la haute et basse pression des tubes à gaz pulsé commerciaux, dans la gamme de températures où l'hélium à basse pression est plus enthalpique que l'hélium haute pression.

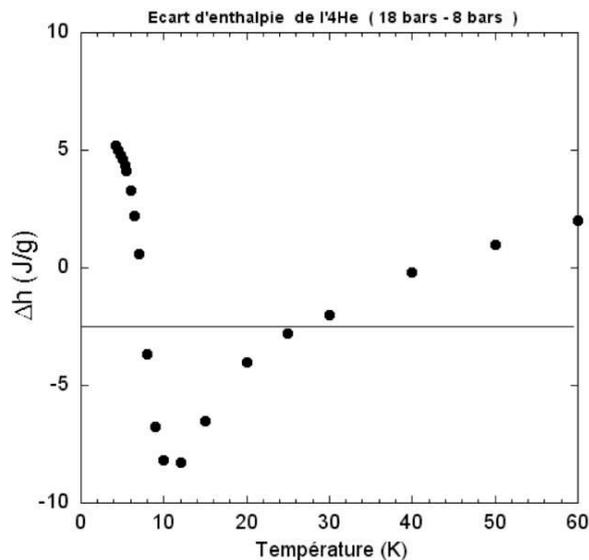


FIG. 2.11: Ecart d'enthalpie de ^4He entre 18 et 8 bars

En considérant les sections de régénérateur dont la température est entre 6 et 26 K, les flux d'enthalpique sur un cycle ne sont pas nuls et le calcul entrepris dans l'article de Zhu [7] montre que l'intégration de ces flux sur l'ensemble du régénérateur *crée un flux d'enthalpie parasite sur le deuxième étage de l'ordre de 4 W en provenance du premier étage*. Ceci correspond au cas d'un régénérateur parfait (sans volume mort et avec des ondes de pression et un débit massique en phase) entre un premier étage à 50 K et un deuxième étage à 4,2 K, d'un débit de $2 \text{ g}\cdot\text{s}^{-1}$, et de haute et basse pressions égales à 16 et 8 bars.

Ces propos sont illustrés par le schéma de la figure 2.12. Celui-ci est la reproduction directe de la figure présentée par Shaowei ZHU et son équipe dans leur article.

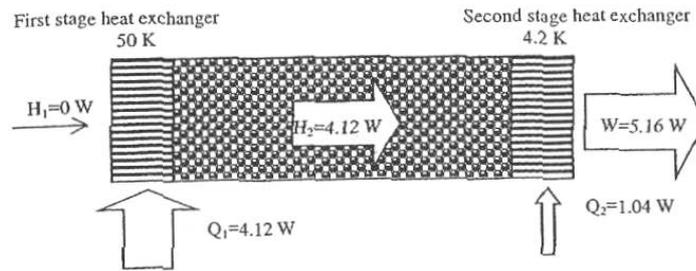


FIG. 2.12: Flux d'enthalpie dans le régénérateur

2.3.3 Concept de puissance froide sur le régénérateur

Dans le même article, les auteurs proposent de tirer parti de ce flux d'enthalpie. L'idée est d'insérer un échangeur dans le régénérateur afin d'injecter de la chaleur directement là où le régénérateur en manque. Le flux d'enthalpie sur le deuxième étage ne change pas. Le bilan énergétique avec insertion d'un échangeur sur le régénérateur est représenté sur la figure 2.13. Le schéma provient aussi de l'article [7].

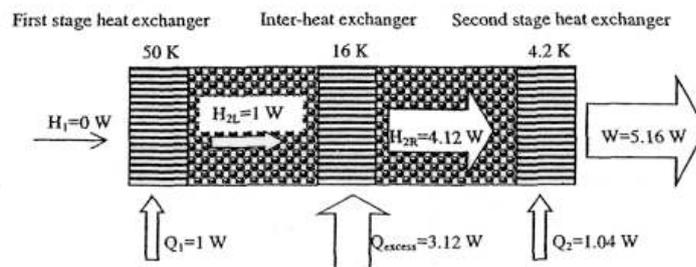


FIG. 2.13: Bilan énergétique lors de l'ajout d'un échangeur dans le régénérateur

Shaowei ZHU et son équipe ont placé l'échangeur à 16 K dans leur simulation numérique. Nous pouvons voir sur la figure 2.13 qu'à cette température l'échangeur est soumis à un flux d'enthalpie de 1 W qui couvre le déficit en énergie de la plage [16 K ; 26 K]. Il peut, quant à lui, absorber l'équivalent du déficit [6 K ; 16 K], soit environ 3 W. En suivant ce raisonnement il s'en déduit que la puissance est maximale à 35 K avec 4 W et qu'elle sera nulle à 6 K. Afin de tirer le meilleur parti énergétique de cette nouvelle source froide, il ne s'agit pas de "viser" l'endroit où le déficit est le plus important (région [8 K ; 12 K]) mais de réfléchir en termes d'intégrale. La température de 16 K, que l'équipe de ZHU propose, semble correspondre à ce compromis "température / puissance".

2.3.4 Montage expérimental

2.3.4.1 Réalisation des échangeurs de chaleur

Dans le cadre de cette thèse il n'était pas envisageable d'intégrer un échangeur dans le régénérateur du tube à gaz pulsé. L'échangeur de chaleur a donc été monté sur le tube inox du régénérateur et devait respecter les conditions techniques suivantes :

- Il ne devait pas court-circuiter le gradient thermique le long du régénérateur.
- Il devait être suffisamment couplé au tube afin de passer la puissance sans se découpler thermiquement. Ce couplage ne devait par contre pas détériorer le tube du régénérateur.

Nous avons opté pour un échangeur composé de deux demi brides en cuivre de 5 mm d'épaisseur.

Ces demi brides ont été usinées à la cote du tube du régénérateur, et la fixation est réalisée par deux tiges filetées en laiton de diamètre 3 mm. Le contact thermique a été amélioré en utilisant un fil d'indium écrasé lors du serrage.

Nous avons pris le parti de monter deux échangeurs sur le tube du régénérateur afin de pouvoir observer l'influence de la température de base sur la puissance admissible.

Une photo d'un échangeur est présentée sur la la figure 2.14. Le positionnement des échangeurs est indiqué également sur cette figure. La position axiale est représentée selon une abscisse adimensionnée $\frac{X}{L}$ où L est la longueur du régénérateur. L'article [7] proposait de placer l'échangeur au milieu du régénérateur. Nous avons suivi ce conseil pour le premier échangeur (EX1 en abscisse 1/2) et placé le deuxième (EX2) en abscisse 3/4 sachant que le déficit enthalpique commence à partir de 6 K.

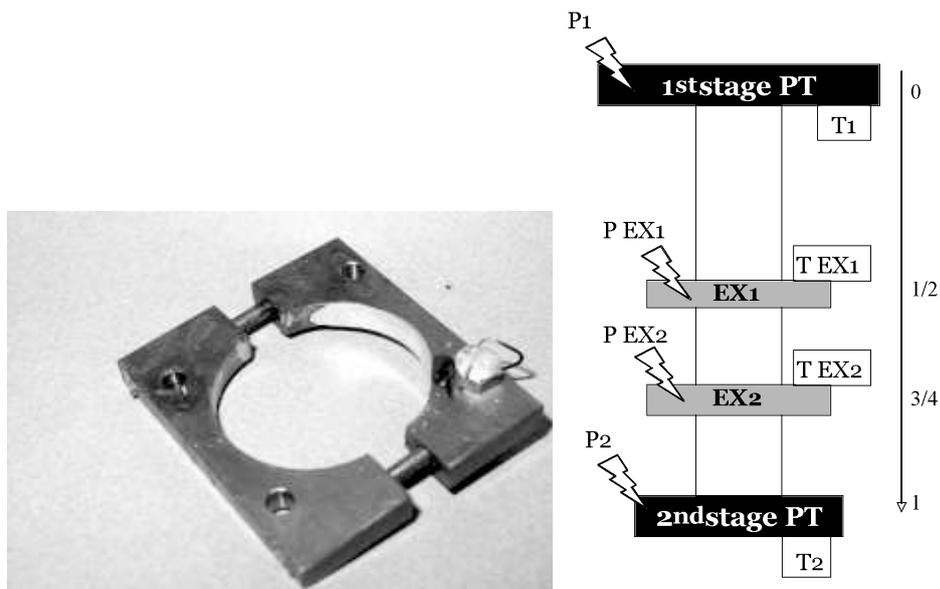


FIG. 2.14: Echangeur de chaleur et montage expérimental de caractérisation.

La température des deux échangeurs était mesurée par des thermomètres à résistances de carbone 100Ω étalonnées¹ en série entre 200 K et 3 K. La puissance froide des échangeurs a été mesurée en utilisant des chauffages de 3600Ω . Le courant ne devait donc pas dépasser 33 mA. Les fils en constantan étaient semblables à ceux utilisés lors de la caractérisation du tube à gaz pulsé, et nous nous souvenons que la charge thermique par conduction était négligeable (cf : paragraphe 2.2.2.3 page 50).

Nous appellerons par la suite T_{EX1} et P_{EX1} la température et la puissance de l'échangeur EX1 et T_{EX2} et P_{EX2} la température et la puissance de l'échangeur EX2.

1 – Ces deux résistances étalonnées ont été données par Alain BENOIT du CRTBT.

2.3.4.2 Températures des étages et régulation

Lorsque nous avons entrepris cette série d'essais durant l'été 2005, le cryostat avait déjà bien évolué et le tube à gaz pulsé supportait alors une charge thermique provenant des différents ensembles qu'il refroidissait. Le premier étage était à 58,5 K et le deuxième à 3,5 K.

La thermodynamique du régénérateur dépend étroitement de la température de ses extrémités. Si nous voulons étudier le comportement de celui-ci lors de l'injection de puissance dans les échangeurs, il faut absolument réguler la température de chaque étage. Cela permettra de suivre à températures fixes la dégradation de la puissance disponible au deuxième étage lors de la saturation en puissance des échangeurs.

Le premier étage a été régulé à 60 K. A cette température, nous nous affranchissons de la perte de puissance due à la diminution du flux d'enthalpie et nous gommons aussi les oscillations de températures journalières du premier étage qui sont dues aux fortes variations de température de la salle d'expérience en été. Nous appelons T1 et P1 la température et la puissance du premier étage.

Le deuxième étage a été régulé à 4 K, 4,5 K, 4,75 K et un essai à la température minimale du tube à gaz pulsé de 3,5 K a été réalisé sans régulation. Comme dans le cas de la caractérisation des étages du tube à gaz pulsé, nous pouvons en effet prévoir que les courbes de puissance des échangeurs vont dépendre de la température des étages. Nous appelons T2 et P2 la température et la puissance du deuxième étage.

Nous pouvons avoir une vue globale du montage de caractérisation du régénérateur en se référant au schéma de la figure 2.14.

2.3.5 Essais de puissance sur régénérateur

2.3.5.1 Protocole expérimental

Les essais se sont déroulés de la manière suivante : nous avons commencé par injecter de la puissance P EX1 sur l'échangeur EX1 en mesurant T EX1, T EX2 ainsi que la puissance de régulation P2. L'injection de puissance cessait lorsque la puissance P2 commençait à décroître. Une fois le tube à gaz pulsé revenu à son équilibre, la même expérience était reprise mais en chauffant l'échangeur EX2 avec P EX2. Ces expériences ont été réalisées aux différentes températures du deuxième étage T2.

Enfin, à T2 = 4,5 K, un essai a été réalisé en couplant les deux échangeurs. L'échangeur EX1 était à puissance P EX1 fixe et nous avons appliqué une puissance croissante P EX2 sur l'échangeur EX2 jusqu'à ce que P2 commence à décroître.

2.3.5.2 Courbes de puissance

Les essais ont confirmé la théorie avancée par Shaowei ZHU et son équipe [7]. De la puissance froide a pu être extraite sur le régénérateur sans dégrader les performances du deuxième étage. Le comportement de celui-ci en fonction de P EX1 et P EX2 est exprimé à travers les graphiques de la figure 2.15.

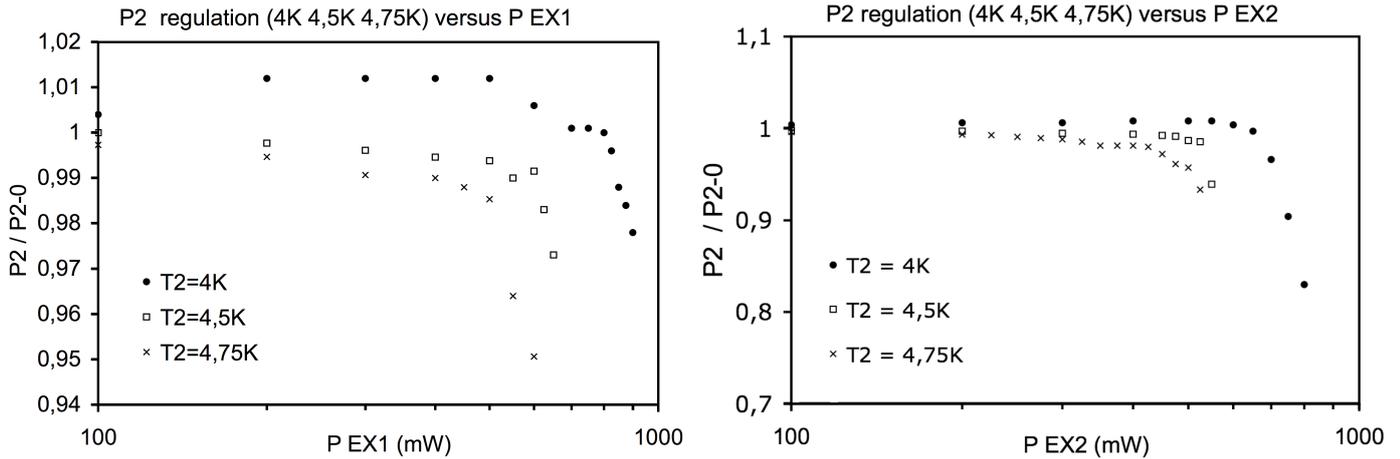


FIG. 2.15: Puissance de régulation P_2 en fonction de la puissance appliquée sur les échangeurs EX1 et EX2

T2	3 K	4 K	4,5 K	4,75 K
P_2^0	250 mW	500 mW	650 mW	750 mW

TAB. 2.1: Puissance froide P_2-0 en fonction de la température T2

Le terme $\frac{P_2}{P_2^0}$ doit être explicité.

P_2 et P_2^0 sont les puissances du deuxième étage. P_2 lorsque de la puissance est injectée sur EX1 ou EX2, et P_2^0 lorsqu'aucune puissance n'est injectée. Pour calculer ces puissances, il est nécessaire d'additionner la puissance de régulation de l'étage avec la puissance déjà fournie par l'étage à 3,5 K pour thermaliser le calorimètre du cryostat. Le tableau 2.1 nous rappelle quelles sont les puissances du deuxième étage P_2^0 en fonction de la température (données prises à partir des courbes de puissance de la figure 2.10 page 53 pour $T_1 = 60 K$).

Nous pouvons constater sur la figure 2.15 que les puissances admissibles par les échangeurs dépendent de la température T2. Elles varient de 500 à 700 mW pour EX1 et de 400 à 600 mW pour EX2. Les performances à $T_2=3,5 K$ ne sont pas représentées car la puissance n'était pas régulée. Nous avons relevé qu'une puissance de 800 mW sur EX1 et de 700 mW sur EX2 avant que le deuxième étage du tube à gaz pulsé ne s'échauffe.

Ces puissances ne sont pas aussi importantes que celles prévues théoriquement (3,2 W à 16 K), mais elles restent de l'ordre des puissances fournies par le deuxième étage du tube à gaz pulsé. Ces échangeurs apportent un renfort important du pouvoir réfrigérant de la machine. Les courbes de puissance présentées ci-après sur la figure 2.16 complètent la caractérisation des échangeurs en donnant la température des échangeurs en fonction de leur puissance froide. Pour EX1 et EX2, les graphiques représentent deux séries de courbes de puissance. En traits et points pleins sont tracées les températures des échangeurs lorsque la puissance est appliquée sur ceux-ci (Ex : T EX1 avec P EX1) et en traits mixtes et points vides sont tracées les températures des échangeurs lorsque la puissance est appliquée sur l'autre échangeur (Ex : T EX1 avec P EX2).

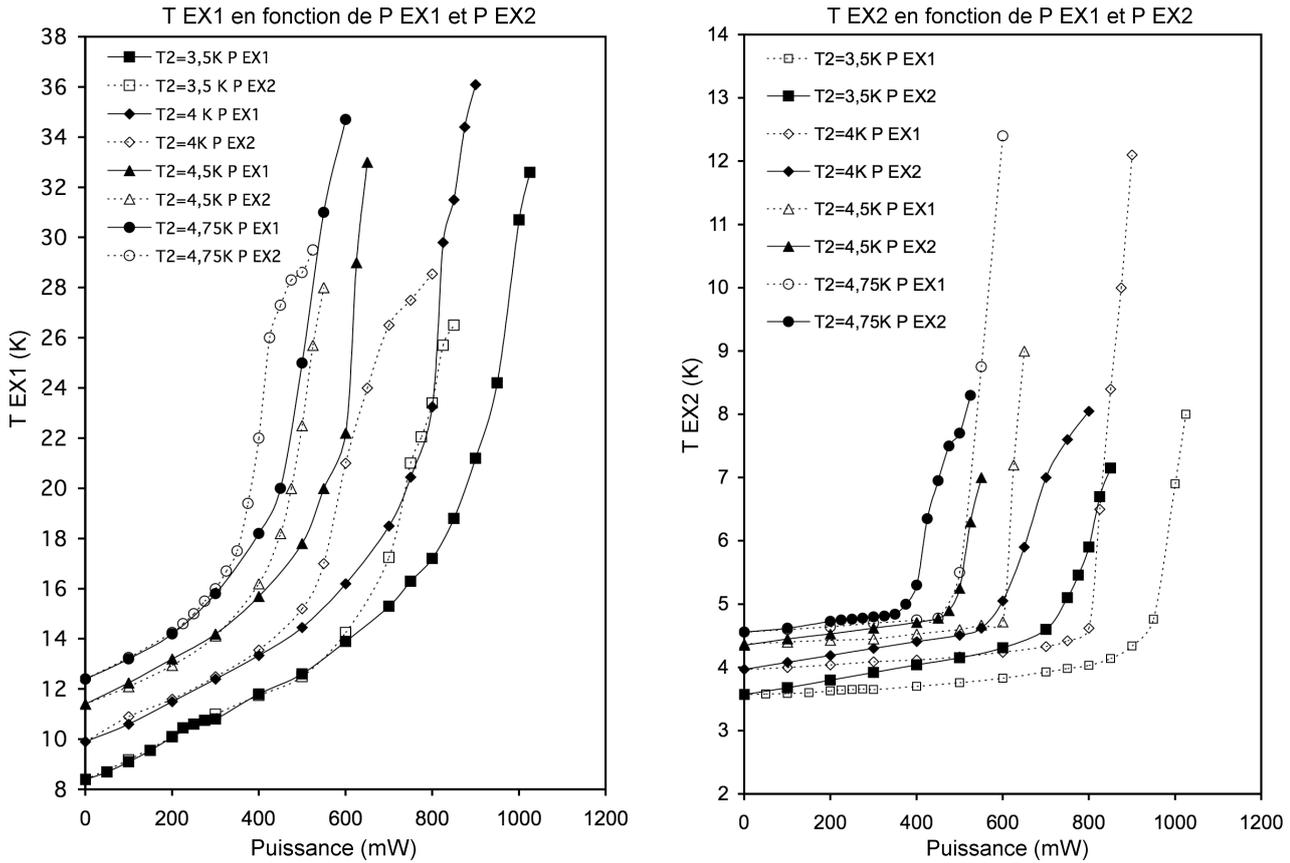


FIG. 2.16: Courbes de puissance des échangeurs EX1 et EX2

Sans puissance appliquée sur P EX1 et P EX2, nous remarquons que la température des échangeurs, et donc du régénérateur, croît avec T_2 . Cela peut se comprendre par le fait qu'il faille évacuer la chaleur injectée sur l'étage et que cela chauffe le régénérateur. Nous constatons par ailleurs que les différentes courbes de puissance pour EX1 et EX2 sont quasiment parallèles; seul le décalage à puissance nulle les différencie. Nous pouvons ensuite dégager deux régimes de fonctionnement. Le premier serait le régime normal, et le deuxième le régime saturé. Nous voyons cela aux changements de pente des courbes de puissance. Ce changement de régime se produit lorsque les échangeurs dépassent leur "température limite", de 18 K pour l'échangeur EX1 et de 4,8 K pour l'échangeur EX2. Les puissances correspondant à ces températures critiques sont celles pour lesquelles P2 commence à décroître sur les graphiques de la figure 2.15. Le changement de régime observé est donc bien le fait de la saturation du déficit enthalpique à l'origine des puissances froides des échangeurs.

2.3.6 Couplage des deux échangeurs

La caractérisation individuelle des échangeurs a montré que ceux-ci étaient couplés. Le chauffage de l'un entraîne le chauffage de l'autre et lorsque la saturation du déficit enthalpique est atteinte, les deux échangeurs sont à leur température limite de 18 K pour EX1 et de 4,8 K pour EX2, quel que soit l'échangeur recevant la puissance de chauffage. Seule la puissance admissible avant la saturation diffère d'un échangeur à l'autre.

Lors de cette dernière expérience, nous mesurons comment la puissance peut être distribuée entre les deux échangeurs.

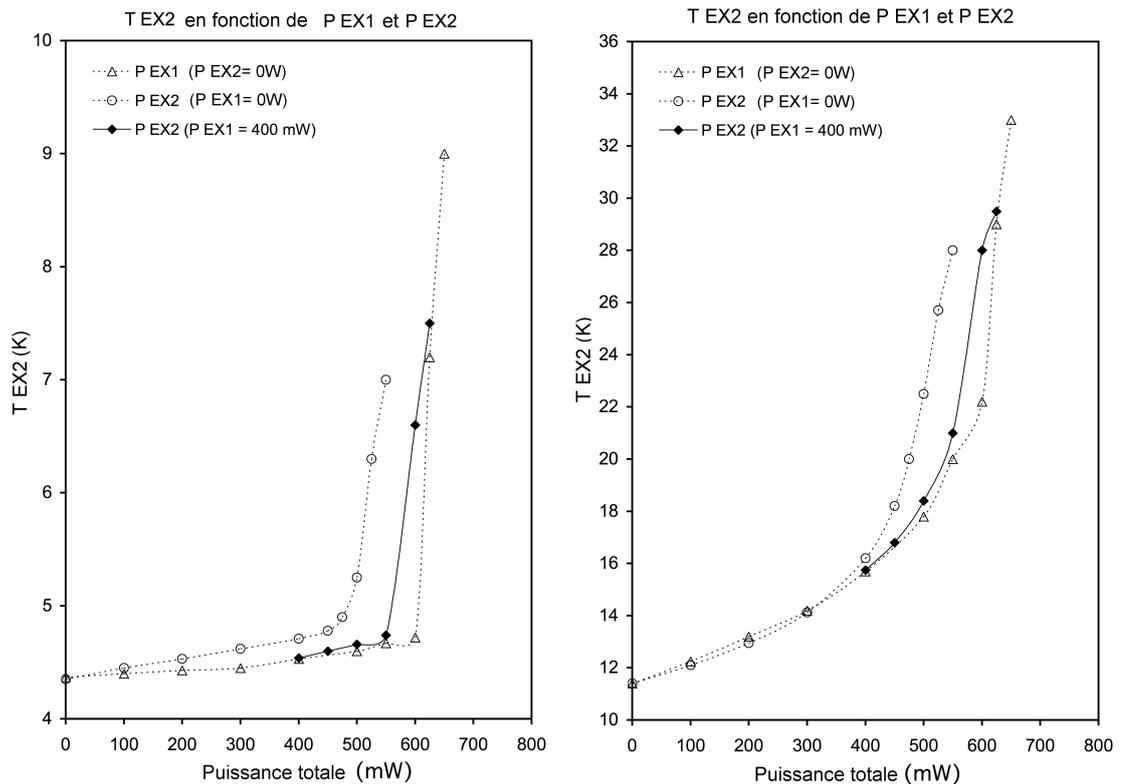


FIG. 2.17: Combinaison de puissance sur les échangeurs EX1 et EX2

• 1^{er} essai

A $T_2 = 4,5$ K, EX1 était chargé avec 400 mW. P EX2 a ensuite été augmentée comme dans un essai classique. Les courbes de puissance sont représentées sur la figure 2.17.

A 400 mW de puissance froide, nous nous situons exactement sur la courbe de puissance de l'échangeur EX1. Lorsque la puissance est augmentée en chauffant EX2 avec P EX2, nous constatons que la courbe de puissance "combinée" dérive vers la courbe de puissance de l'échangeur EX2. La puissance totale de saturation est finalement une combinaison "proportionnelle" de celles des deux échangeurs à $T_2 = 4,5$ K. Ici la puissance froide est d'environ 525 mW, avec 400 mW à 18 K et 125 mW à 4,8 K. Nous pouvons comparer ces valeurs à celles obtenues lors des essais individuels. L'échangeur EX1 supporte 550 mW et l'échangeur EX2 supporte 480 mW. La puissance combinée est bien supérieure à celle d'EX2 et inférieure à celle d'EX1.

• 2^e essai

Un autre essai a été réalisé avec 300 mW sur EX1. La puissance froide combinée est de 500 mW, avec 200 mW ajoutés sur EX2 avant saturation du régénérateur.

• Conclusion

La gamme de puissance admissible en combinaison est comprise entre $P_{(max)}$ EX1 et $P_{(max)}$ EX2. A partir des deux essais réalisés nous connaissons le comportement du régénérateur ; il sera possible à l'avenir de prévoir assez précisément les puissances admissibles par les échangeurs et leurs températures dans toutes les configurations de distribution de puissance. Dans

le cinquième chapitre de ce mémoire, page 125 nous présentons l'utilisation de ces échangeurs pour prérefroidir l'injection d' ^3He du réfrigérateur à dilution. L' ^3He est refroidi sur les deux étages du tubes à gaz pulsé ainsi que sur les deux échangeurs EX1 et EX2 et nous montrons qu'il est possible de condenser jusqu'à $700 \mu\text{mole.s}^{-1}$ d' ^4He sans que la température du deuxième étage du tube à gaz pulsé soit significativement augmentée.

2.3.7 Amélioration des performances

Nous ferons quelques remarques sur les performances obtenues et essaierons d'en tirer parti afin de proposer des améliorations de conception sur les prochaines machines.

Concernant la température des échangeurs, celle-ci ne devrait théoriquement pas augmenter tant que la puissance injectée ne dépasse pas celle que le flux d'enthalpie apportait. Il s'agit d'une substitution et pas d'un ajout. La preuve en est que le deuxième étage est "aveugle" à ces injections de puissance. Il y a donc à priori un découplage thermique entre les brides en cuivre et le gaz à l'intérieur du régénérateur.

Concernant l'écart de puissance froide entre ce que prévoyait l'équipe japonaise (3,2 W à 16 K) et la puissance mesurée qui ne dépasse pas 900 mW à 18 K ; il peut y avoir plusieurs raisons à cela.

- Nous pouvons tout d'abord remettre en cause la technologie des échangeurs. La puissance est en effet dissipée annulairement dans le régénérateur. Or le débit de gaz dans le matériau du régénérateur a un profil quasiment plat. Seul le débit pariétal peut utiliser la chaleur fournie par les résistances de chauffage. Le flux d'enthalpie que nous arrivons à substituer avec les échangeurs ne concerne à priori qu'une partie du débit d'hélium. En injectant plus de puissance, un plus large débit est concerné, mais à la paroi la température du régénérateur augmente et dégrade son efficacité.

- Nous pouvons aussi considérer l'écart d'enthalpie de l'hélium 2.11 en page 55 et nous interroger sur la pertinence de la position des échangeurs. L'échangeur EX1, s'il ne s'échauffait pas, serait à des températures comprises entre 8 et 12 K environ. A ces températures, la majeure partie du flux d'enthalpie n'est pas accessible ; l'échangeur est froid mais sans trop de puissance. Concernant l'échangeur EX2, un sérieux problème de compréhension se pose. Sa température est en effet inférieure à 6 K. Nous ne devrions pas pouvoir extraire de puissance froide à cette température sans dégrader celle du deuxième étage. Il se pourrait que la puissance frigorifique retirée sur EX2 soit due à la détente du gaz au niveau du deuxième étage du tube à gaz pulsé, qui, du fait d'un mauvais échange thermique, n'utiliserait pas toute la puissance frigorifique disponible.

- Il est nécessaire enfin de s'intéresser aux conditions d'expérience. Nous nous rappelons que le premier étage du tube à gaz pulsé de l'équipe japonaise était à 50 K. Nos mesures ont été réalisées à 60 K. Il se peut que la température du premier étage ait un impact non négligeable sur le flux d'enthalpie (modifications du gradient de température dans le régénérateur et "étalement" de la partie [6 K ; 26 K] déficitaire en énergie).

L'amélioration des performances des échangeurs sur le régénérateur passera par un effort

technologique (brasure des brides et insertion d'échangeur solide/gaz dans le régénérateur) ainsi que par une nouvelle campagne d'essais (différentes températures de premier étage et différentes abscisses pour les échangeurs).

2.4 Conclusion du chapitre "Tube à gaz pulsé"

Le tube à gaz pulsé est une machine maintenant bien connue. Il opère selon un cycle thermodynamique de Stirling à échanges de chaleur régénératifs. La technologie mise en oeuvre pour le réaliser est toute particulière. La détente du gaz qui fournit la puissance frigorifique est réalisée grâce à un piston gazeux. Il n'y a donc pas de pièce mobile à froid, ce qui en fait la machine la plus fiable et la moins génératrice de vibrations.

La machine utilisée pour notre étude est un tube à gaz pulsé bi-étagé fournissant environ 24 W à 60 K et 500 mW à 4,2 K. Cela correspond à titre d'exemple à une consommation journalière de 12 L par jour d'azote pour le premier étage et de 16,5 L par jour d'hélium. Une caractérisation complète de la machine a été réalisée et nous disposons maintenant de courbes de puissance pour chaque étage. Celles-ci vont nous permettre d'aborder la conception du cryostat dans un premier temps et ensuite de réaliser la thermalisation de l'injection du réfrigérateur à dilution.

Une étude imprévue mais néanmoins particulièrement intéressante a complété le travail entrepris sur la caractérisation du tube à gaz pulsé. Pour la première fois, il a été mis en évidence expérimentalement la possibilité d'extraire de la puissance froide sur le régénérateur du deuxième étage d'un tube à gaz pulsé bi-étagé sans dégrader les performances à 4 K. Des puissances comprises entre 500 et 800 mW à 20 K et entre 400 et 700 mW à 5 K ont été mesurées. Cette puissance "gratuite" jusqu'alors inexploitée constitue un atout majeur lorsqu'il s'agit de thermalisations entre 300 K et 4 K, et cela nous sera très utile dans le cadre de nos travaux.

L'Air Liquide [3] avait déposé un brevet [9] à partir de la publication de l'équipe japonaise en brevetant le concept de thermalisation par échangeurs discrets sur le régénérateur. Ce brevet est actualisé afin d'être utilisé sous peu dans un partenariat commercial avec Cryomech. Un prototype a été conçu en collaboration avec cette entreprise américaine [4]. Ces travaux ont été présentés à la conférence International Cryo Cooler 2006 présenté par Alain RAVEX en juin 2006 [1].

RÉFRIGÉRATEUR COMO



Le réfrigérateur COMO est le premier réfrigérateur à dilution refroidi par un tube à gaz pulsé ayant été conçu au CRTBT (Henri Godfrin et Christian Gianèse) en collaboration avec l'Air Liquide (Sebastien Triqueneaux). Ce prototype a été réalisé dans le cadre d'une commande faite par des physiciens italiens de l'université de Côme en 1999. Ce réfrigérateur a été développé sur la base d'un cryostat standard à bain d' ^4He équipé d'une dilution Maxidil. La dilution de type Maxidil est une dilution de moyenne puissance développée par Henri Godfrin et Christian Gianèse, composée d'un échangeur continu et de 4 échangeurs discrets pour le réfrigérateur COMO.

Après une présentation générale de l'architecture du réfrigérateur, nous évoquerons dans ce chapitre les points essentiels de la conception de ce cryostat, à savoir la réalisation de l'écran thermique et celle du calorimètre avec leur thermalisation respective. Pour chaque ensemble, nous présenterons les courbes de température d'une mise en froid standard que nous avons réalisée au CRTBT. Cela nous permettra de jauger l'efficacité de la conception du cryostat et d'en tirer des enseignements pour l'étude d'un nouveau cryostat.

3.1 Description générale

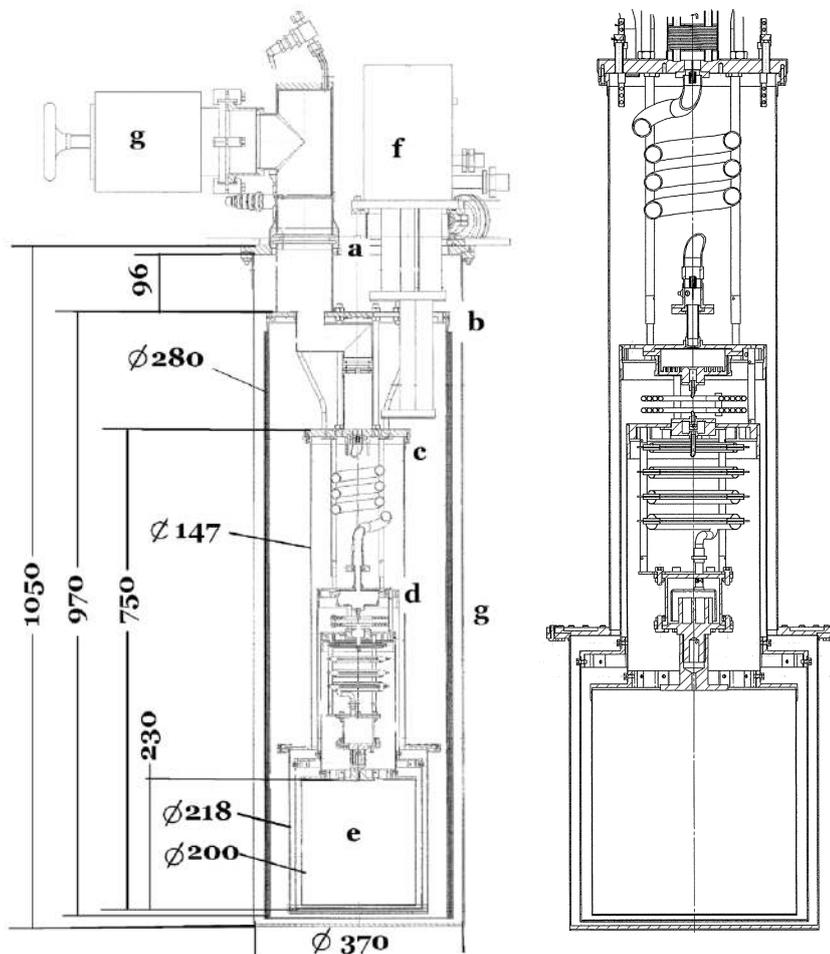


FIG. 3.1: COMO : Dessin technique du réfrigérateur et détail du calorimètre

En se reportant au dessin de la figure 3.1, nous avons une vue imagée de l'architecture du cryostat COMO décrite ci-après.

Le cryostat est compact du fait qu'il n'y a pas de réservoir azote et hélium. La partie froide 300 K-4 K est ici très réduite. L'enceinte à vide(g) mesure 1050 mm de haut pour un diamètre de 370 mm.

Le tube à gaz pulsé(f) est monté de façon rigide sur la bride à 300 K (a). Une bride entretoise laisse la possibilité de monter un système de découplage des vibrations.

Le premier étage du tube à gaz pulsé refroidit une bride(b) de diamètre 280 mm. Cette bride supporte un écran thermique en cuivre d'une longueur de 970 mm. Elle est positionnée à 96 mm de la bride 300 K.

Le deuxième étage du tube à gaz pulsé refroidit une bride(c) de diamètre 166 mm. Cette bride est positionnée à 200 mm sous la bride de l'écran thermique et supporte l'enceinte en cuivre du calorimètre d'une longueur de 750 mm. Le calorimètre(d) d'un diamètre intérieur de 147 mm est élargi en partie basse à 218 mm afin de libérer un volume expérimental(e) de 230 mm de haut sur un diamètre de 200 mm à l'intérieur de l'écran thermalisé sur la plaque froide de la dilution vers 20 mK.

Le calorimètre est relié à la bride 300 K par 6 tubes. Quatre sont des passe fils, un autre permet le pompage du calorimètre et le dernier assure le pompage(g) du réfrigérateur à dilution contenu dans le calorimètre. Ces tubes sont thermalisés sur la bride de l'écran thermique et assurent une partie de la rigidité de la partie froide du réfrigérateur. Quatre tubes en fibre de verre maintiennent la bride de l'écran thermique par rapport à la bride 300 K et quatre autres maintiennent la bride du calorimètre sur la bride de l'écran thermique.

3.2 Ecran thermique

3.2.1 Conception

L'écran thermique de COMO opère dans le vide d'isolement du réfrigérateur. Il est réalisé en cuivre de 1,2 mm d'épaisseur pour une masse de 10,7 Kg. Sa surface de 9144 cm² est entièrement superisolée.

3.2.2 Thermalisation

La thermalisation de l'écran a été réalisée en prenant soin de découpler *mécaniquement* le tube à gaz de la bride. De longues tresses en cuivre relient *thermiquement* le premier étage du tube à gaz pulsé à la bride de l'écran. Cette bride de 3,2 Kg en acier inoxydable de 5 mm d'épaisseur est recouverte d'une chape de 1 mm de cuivre déposée par un procédé de dépose métallique plasma appelé "shoopage". Cette épaisseur de cuivre doit améliorer la conduction thermique de la bride. Les tresses en cuivre sont brasées sur des blocs en cuivre. Ces derniers sont vissés sur le tube à gaz pulsé et la bride au moyen de vis M4. Le montage est illustré à travers les photos de la figure 3.2.

L'écran est serré sur la bride en inox par 8 vis M3.

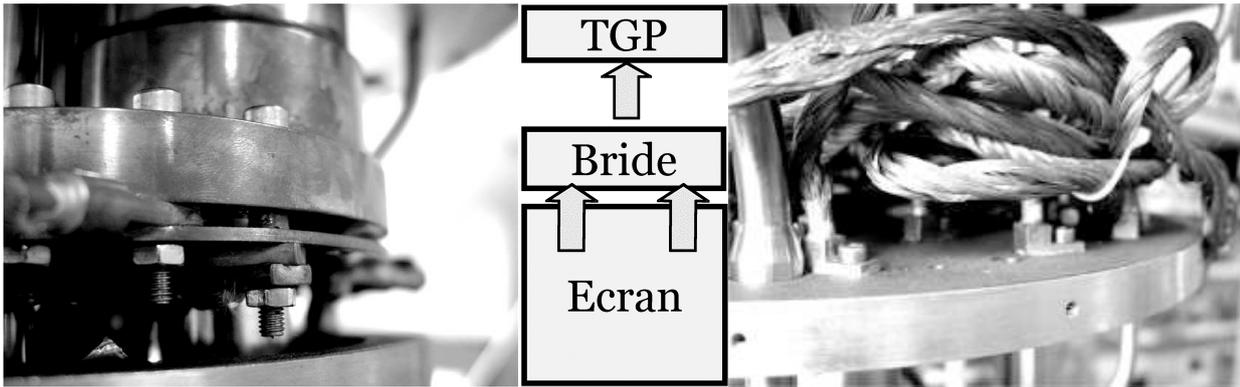


FIG. 3.2: COMO : Illustration de la thermalisation de l'écran thermique

3.2.3 Mise en froid et température d'équilibre

Lors de cette thèse, il nous a été confié la tâche de tester le réfrigérateur en superfluide afin de constater la réparation d'une fuite apparue sur la dilution. Lors des mises en froid du réfrigérateur COMO, nous avons pu constater l'efficacité relative du montage pour refroidir la bride de l'écran. Nous n'avons pas pu ajouter de thermomètre sur l'écran et les mesures de température relevées concernent le premier étage du tube à gaz pulsé et la bride en inox sur laquelle sont vissées les tresses.

Les graphiques de la figure 3.3 représentent une mise en froid classique du réfrigérateur ainsi que l'écart de température entre le tube à gaz pulsé et la bride de l'écran. Le refroidissement du deuxième étage du tube à gaz pulsé est aussi représenté sur ce graphique pour que nous puissions nous rendre compte de l'influence que peut avoir la température de cet étage sur le refroidissement du premier étage¹.

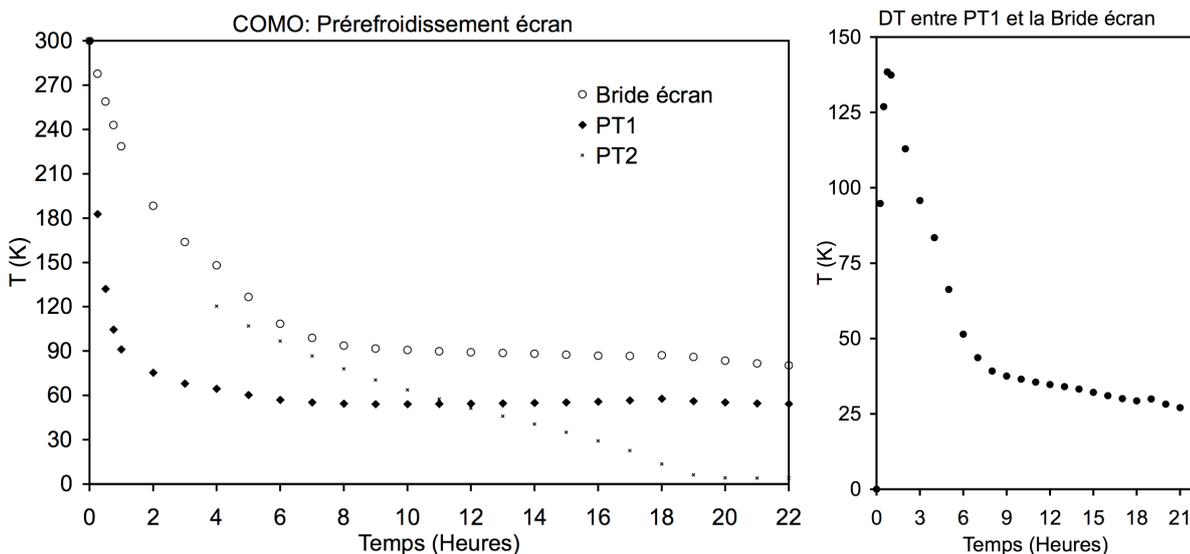


FIG. 3.3: COMO : Mise en froid de l'écran thermique

La mise en froid est réalisée sans masse connectée à la boîte à mélange du réfrigérateur à dilution. La masse à refroidir au premier étage est d'environ 3,5 Kg d'inox et de 11 Kg de

¹ – La température du deuxième étage du tube à gaz pulsé n'est donnée qu'à partir de 120 K car la résistance de carbone 100 Ω n'était pas calibrée à des températures supérieures

cuivre. La masse à refroidir au deuxième étage est d'environ 2,2 Kg d'inox et de 10 Kg de cuivre (calorimètre et dilution).

A la lecture de ces graphiques nous pouvons remarquer que le temps de mise en froid de la bride d'écran est de 8 heures pour atteindre 100 K, de 10 heures pour atteindre 90K et 21 heures pour atteindre 80 K. ... L'allure asymptotique du refroidissement dans les dernières dizaines de Kelvins est due au fort découplage thermique entre le tube à gaz pulsé et la bride de l'écran. Il faut un écart de température important pour obtenir un flux de chaleur conséquent. Nous nous en apercevons en observant le graphique représentant l'écart de température entre le tube à gaz pulsé et la bride en fonction du temps. Le refroidissement efficace des huit premières heures s'accompagne d'écart de températures allant jusqu'à 140 K. Le découplage de l'écran doit aussi être pris en compte dans l'explication de la lente dérive des températures en fin de refroidissement.

Le refroidissement du premier étage ne semble pas perturbé par celui du deuxième étage. Le découplage thermique lui permet de descendre rapidement très proche de sa température finale. Nous constatons d'ailleurs à ce propos que l'équilibre du premier étage n'est atteint qu'une fois le deuxième étage refroidi, c'est à dire à partir d'environ 24 heures.

Les températures d'équilibre sont de 70 K pour la bride de l'écran thermique et de 50,2 K pour le premier étage du tube à gaz pulsé. Cette température correspond à une puissance froide de 17 W lorsque le deuxième étage est sous 4 K. La résistance thermique entre le tube à gaz pulsé et la bride inox du calorimètre est de $1,1 \text{ K.W}^{-1}$.

3.3 Calorimètre

3.3.1 Conception

La conception d'un calorimètre est plus complexe que celle d'un simple écran thermique. Le calorimètre doit en effet être parfaitement étanche à basse température afin de contenir le gaz d'échange pendant le refroidissement de la dilution. A température ambiante il doit pouvoir résister à la pression lorsqu'il est sous vide. Une fois vidé de son gaz d'échange, le calorimètre joue le rôle d'écran thermique. Dans le cas présent où le calorimètre est dans le vide, la conduction thermique de celui-ci doit être suffisamment bonne pour éviter un gradient de température longitudinal trop important.

Le calorimètre de COMO est réalisé en cuivre de 1,5 mm d'épaisseur sur le diamètre de 147 mm(int) de longueur 490 mm et en cuivre de 1 mm sur le diamètre de 218 mm(int) de longueur 260 mm. Le fond du calorimètre est plat, d'une épaisseur de 4 mm. La masse de cet ensemble en cuivre est de 6,8 Kg. Sa surface de 2360 cm² est entièrement superisolée.

La figure 3.4 donne une illustration du calorimètre et de sa thermalisation au tube à gaz pulsé.

3.3.2 Thermalisation

La thermalisation du calorimètre est similaire à celle de l'écran thermique : de longues tresses relient le tube à gaz pulsé à une bride en inox de 166 mm de diamètre pour une épais-

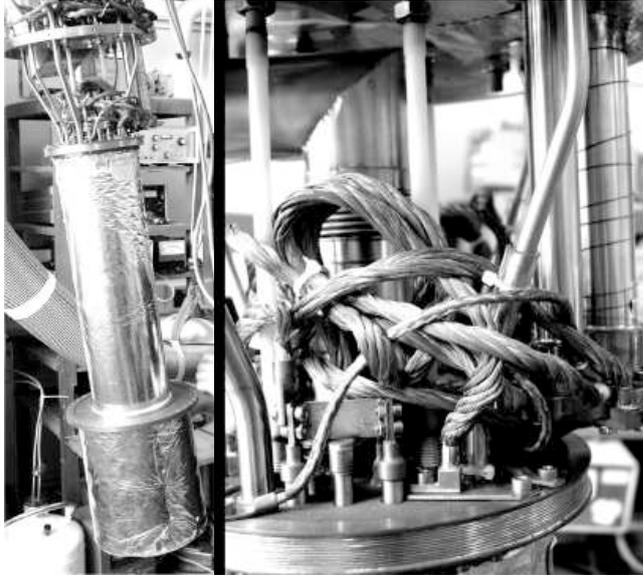


FIG. 3.4: COMO : Illustration du calorimètre et de la thermalisation au TGP

seur¹ de 15 mm. Sa masse est de 2 Kg. Cette bride est identique à celle du cryostat à bain d'⁴He type MAXIDIL de l'Air Liquide. Une épaisseur de cuivre de 1 mm shoopé a seulement été rajoutée, notamment sur le flanc de la bride, de manière à court-circuiter la résistance thermique due à l'importante épaisseur d'inox. Le calorimètre est fermé par un joint indium maintenu par 22 vis M3.

3.3.3 Mise en froid et température d'équilibre

Le graphique de la figure 3.5 donne les courbes de refroidissement du deuxième étage du tube à gaz pulsé, de la bride du calorimètre ainsi que la courbe de refroidissement du premier étage afin d'avoir, comme précédemment, une vue globale des températures de la machine.

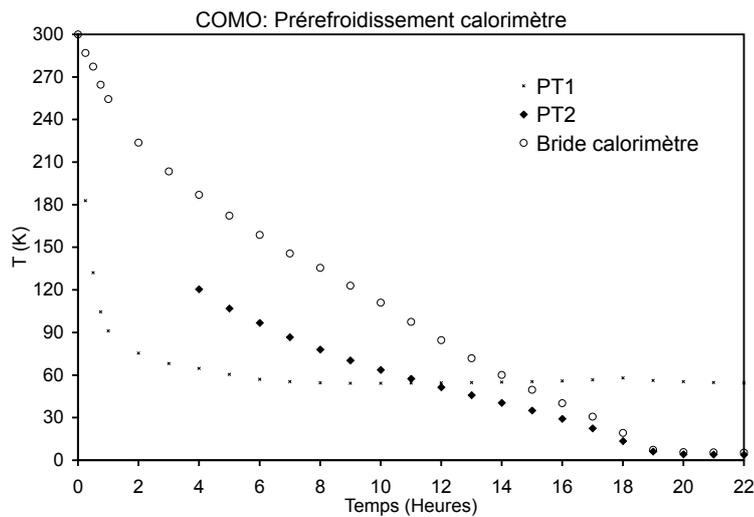


FIG. 3.5: COMO : Mise en froid du calorimètre

1 – Cette épaisseur est nécessaire pour permettre le vissage des thermalisations et surtout des tiges en fibre de verre en M8

A la lecture des courbes de refroidissement du calorimètre nous constatons que le temps de mise en froid est de l'ordre d'une vingtaine d'heures. La vitesse de refroidissement de la bride du calorimètre est quasiment constante. L'écart de température avec la source froide varie par contre et traduit l'évolution du transfert de chaleur. Le découplage thermique semble moins important que dans le cas de la thermalisation de l'écran. Au vu des courbes de refroidissement nous pouvons estimer que l'écart de température n'excède pas 70 K.

Il est intéressant de remarquer, qu'avec des masses équivalentes d'inox et de cuivre à refroidir, le deuxième étage du tube à gaz pulsé met plus du double de temps à refroidir que le premier étage. *La puissance moyenne de refroidissement est donc de la moitié de celle du premier étage.* Ce genre de constatations amène à l'idée de vouloir coupler les deux étages de façon à augmenter la puissance de refroidissement du calorimètre. Nous verrons dans la suite de cette thèse que cette différence de puissance peut être réduite et qu'il s'agit plus d'un problème technologique de la conception du couplage thermique du cryostat plutôt que d'un problème intrinsèque au tube à gaz pulsé.

Les températures d'équilibre sont de 4,6 K pour la bride du calorimètre et de 3,6 K pour le deuxième étage du tube à gaz pulsé. Cette température correspond à une puissance froide de 300 mW. La résistance thermique entre le tube à gaz pulsé et la bride inox du calorimètre est de 3,3 K.W⁻¹ à 3,6 K.

3.4 Conclusion du chapitre "réfrigérateur COMO"

En environ 24 heures, le cryostat du réfrigérateur COMO arrive à prérefroidir de 300 K à 4 K une dilution à quatre échangeurs discrets et offre un volume expérimental non négligeable de plus de 7 litres. Cette performance est bonne comparativement au prérefroidissement d'un réfrigérateur conventionnel prérefroidi selon un protocole conventionnel.

Cependant nous pouvons faire quelques remarques quant à la conception, ce qui nous permettra d'aborder la conception du cryostat de thèse avec quelques enseignements en la matière.

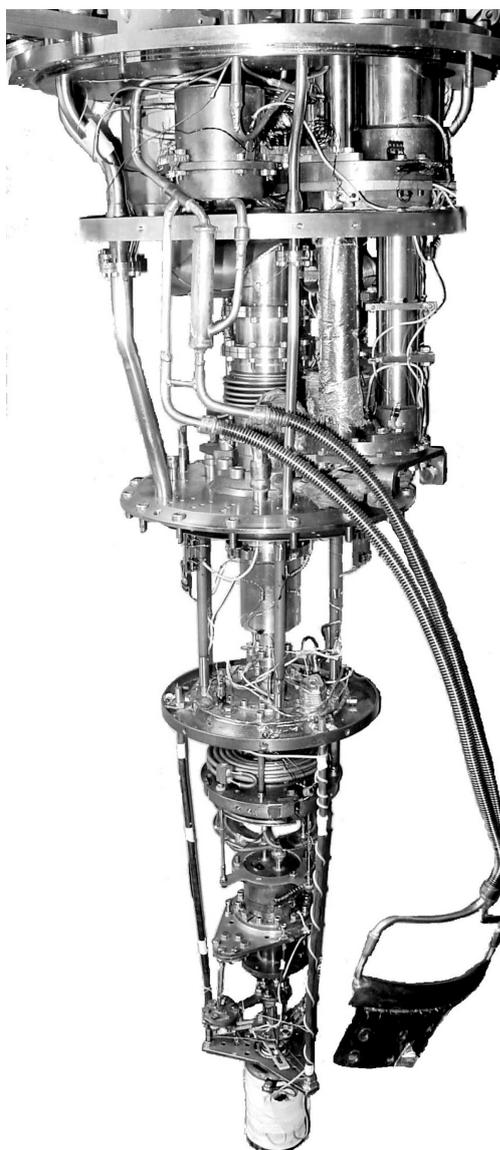
Nous pouvons déjà nous accorder à dire que la thermalisation de l'écran et du calorimètre n'est pas très franche. Le refroidissement de la masse la plus importante se fait à travers une bride en inox, ce qui accroît fortement la résistance thermique du montage ainsi que la longueur de diffusion de la chaleur. Nous comptons aussi plusieurs contacts thermiques dont un très pénalisant concernant l'écran. Les vis M3 qui maintiennent l'écran sont en effet bien insuffisantes pour "brider" correctement l'écran sur la bride inox. Enfin, les tresses utilisées pour découpler le cryostat des vibrations du tube à gaz pulsé sont bien trop longues et mal utilisées dans leur forme¹. Les déplacements de l'étage du tube à gaz pulsé sont de quelques microns. Il ne semble donc pas nécessaire de mettre autant de longueur de tresse.

La puissance du tube à gaz pulsé est liée à sa température. Nous constatons qu'avec une thermalisation découplée, le refroidissement ne devient efficace (création du flux de chaleur par ΔT) que lorsque le tube à gaz pulsé atteint 100 K. La réfrigération perd en temps car il faut attendre que le tube à gaz pulsé se refroidisse, et perd en puissance car le tube à gaz pulsé ne travaille qu'entre 100 et 50 K or entre 300 et 100 K la puissance froide du premier étage doit être plus importante.

Le cryostat gagnera donc en temps de refroidissement en utilisant mieux les fortes puissances du tube à gaz pulsé. Pour cela l'éclaircissement des chemins thermiques semble une première solution. Le cryostat se refroidira d'autant plus vite que la masse à refroidir sera faible. Nous pouvons donc envisager une meilleure utilisation des matériaux dans leurs propriétés mécaniques et thermiques.

¹ – certaines tresses sont attachées entre elles pour éclaircir le montage. Cela rigidifie ce qui doit normalement apporter de la souplesse. . .

CRYOSTAT D'ÉTUDE



L'un des objectifs de cette thèse était d'arriver à prérefroidir le cryostat en une dizaine d'heures. Nous avons en effet imaginé le scénario typique d'un expérimentateur qui fermerait son cryostat en fin d'après midi, puis, après deux heures de pompage de vide d'isolement, démarrerait le tube à gaz pulsé avant de finir sa journée. Le cryostat serait parfait si le lendemain matin à 8 heures l'expérimentateur pouvait arriver et pomper le gaz d'échange du calorimètre pour ensuite commencer la condensation du mélange du réfrigérateur à dilution. Le réfrigérateur COMO, malgré un temps de prérefroidissement somme toute acceptable, fait "perdre" une journée car le gaz d'échange ne peut être pompé que le lendemain soir de la mise en froid du cryostat.

Durant les développements effectués lors de cette thèse nous avons travaillé avec comme objectif de prérefroidir le cryostat en 10 heures, avec l'écran thermique¹ refroidi sous 85 K et le calorimètre refroidi sous 5 K.

Le développement du cryostat refroidi par tube à gaz pulsé a été partagée entre des calculs de thermique théorique et la réalisation technique de divers montages permettant le "recalage" de ces calculs et de mieux cerner les points névralgiques d'un tel cryostat. Dans ce chapitre nous présentons les travaux de développement entrepris ainsi que les performances obtenues.

L'Air Liquide a mis à notre disposition un doublon de la partie 300 K-4 K de COMO sans les tresses de thermalisation. Nous disposons donc des ensembles suivants :

- Une bride 300 K munie d'un tube à gaz pulsé PT-405², du tube de pompage de la dilution et des Prises Jager du calorimètre.
- Une enceinte à vide.
- Une bride d'écran thermique en inox shoopée cuivre et un écran thermique en Cuivre.
- Une bride 4 K en inox shoopée cuivre.

Comme nous le verrons par la suite, la bride du calorimètre a été changée. La "partie" commune aux deux réfrigérateurs est celle représentée par le dessin de la figure 4.1.

Des photos de notre réalisations sont proposées en annexe D page 175.

1 – Ces températures ne sont pas choisies au hasard. Des calculs de thermique à la fin de ce chapitre démontrent que le rayonnement sur le calorimètre est acceptable jusqu'à 85 K. D'autre part la condensation "démarré" rapidement lorsque la dilution est sous 5 K car $l^4\text{He}$ devient liquide et les impédances de la dilution sont donc plus passantes.

2 – Ce tube à gaz pulsé est celui testé au chapitre 1

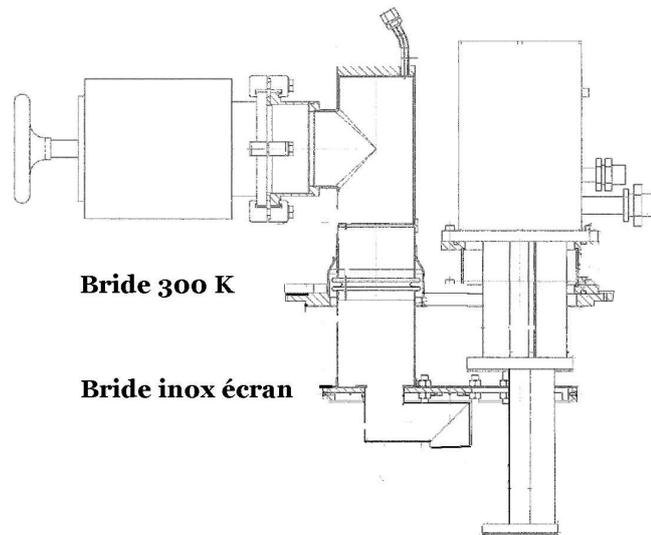


FIG. 4.1: Dessin technique de la partie commune aux deux réfrigérateurs

4.1 Travaux sur l'écran thermique

Une fois la caractérisation du tube à gaz pulsé effectuée, le développement du cryostat a commencé par l'étude de la thermalisation de l'écran thermique. Cette étude nous a amené à tester deux écrans. Dans un premier temps nous avons commencé par utiliser l'écran semblable à COMO qui était mis à notre disposition, en tentant d'améliorer le lien thermique entre celui-ci et le tube à gaz pulsé. Un écran en aluminium a ensuite été développé en utilisant un caloduc à azote comme alternative aux tresses en cuivre.

Lors des essais de mise en froid des écrans, les températures¹ ont été mesurées avec des thermomètres à résistances de platine 100 Ω . Un certain nombre de thermomètres ont été confectionnés en collant les résistances de platine, soudées à un connecteur, sur des plaques en cuivre munies de trous de fixation. Trois prises Jaeger ont été montées sur la bride 300 K afin d'augmenter le nombre de mesures possibles hors du calorimètre. 12 thermomètres étaient utilisables en même temps. Les 12 connections ont été réalisées en fils de constantan de 0,14 mm, en prenant soin de thermaliser les fils sur le premier étage. Les apports thermiques par les fils sont donc négligeables. Les longueurs des connections permettaient de mesurer la température au premier comme au deuxième étage du tube à gaz pulsé.

4.1.1 Ecran cuivre et tresses en cuivre

La longueur du chemin thermique entre le tube à gaz pulsé et l'écran semblait être le facteur limitant au refroidissement du réfrigérateur COMO. Dans un premier temps, nous avons essayé de réaliser un montage de thermalisation le plus direct possible. La première idée fut de lier directement l'écran au tube à gaz pulsé, en laissant la bride inox se refroidir sur l'écran.

¹ – A part la température du deuxième étage du tube à gaz pulsé PT2 qui était mesurée entre 9 et 3 K avec une résistance Allen-Bradley 47 Ω calibrée lors des essais de caractérisation du tube à gaz pulsé

4.1.1.1 Réalisation technique

Les photos de la figure 4.2 ci dessous représentent le premier montage de thermalisation par tresses de cuivre directes.

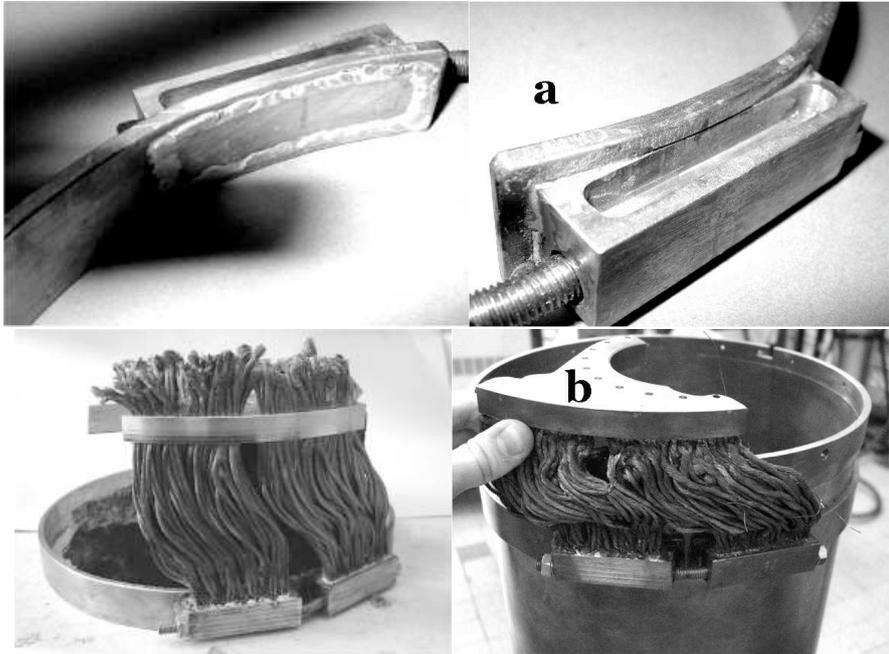


FIG. 4.2: Photos du montage de thermalisation par tresses en cuivre. "a" blocs de serrage, "b" bride en λ

La bride(b), appelée bride en λ , a été dessinée de manière à épouser au mieux la forme du tube à gaz pulsé. Elle est vissée sur 1/3 de la bride du premier étage par 9 vis M4. Sur cette bride, deux trous oblongs permettent de venir souder des tresses en cuivre à brins fins de 0,05 mm de diamètre. Ces tresses sont beaucoup plus souples que les câbles utilisés sur COMO. L'écran n'a pas été modifié. Une ceinture en cuivre, serrée autour de l'écran grâce à un ridoire, assure le contact thermique. Les blocs de serrage sont munis de poches où sont soudées les extrémités des tresses en cuivre. La souplesse verticale est donnée en formant un léger S avec les tresses.

4.1.1.2 Dimensionnement thermique

• Résistances thermiques de contact

La publication de E. GMELIN et son équipe [13] regroupe un grand nombre de références concernant les contacts thermiques de 300 à 4 K. Nous reprenons ici les résultats de cette publication concernant les conductances thermiques ($1/R_{th}$) du cuivre et de l'inox pour différentes forces de serrage et pour différents types de contact. Les unités ont été modifiées par rapport à la publication en faisant disparaître de la conductance la dépendance en surface. Ici les conductances sont exprimées en $W.K^{-1}$ pour des forces de serrage exprimées en Kg. A l'origine les conductances étaient données en $W.m^{-2}.K^{-1}$ pour des forces de serrage exprimées en $N.m^{-2}$.

Nous constatons que *le flux de chaleur transmis, pour une même charge appliquée, est insensible aux variations de surface* [14].

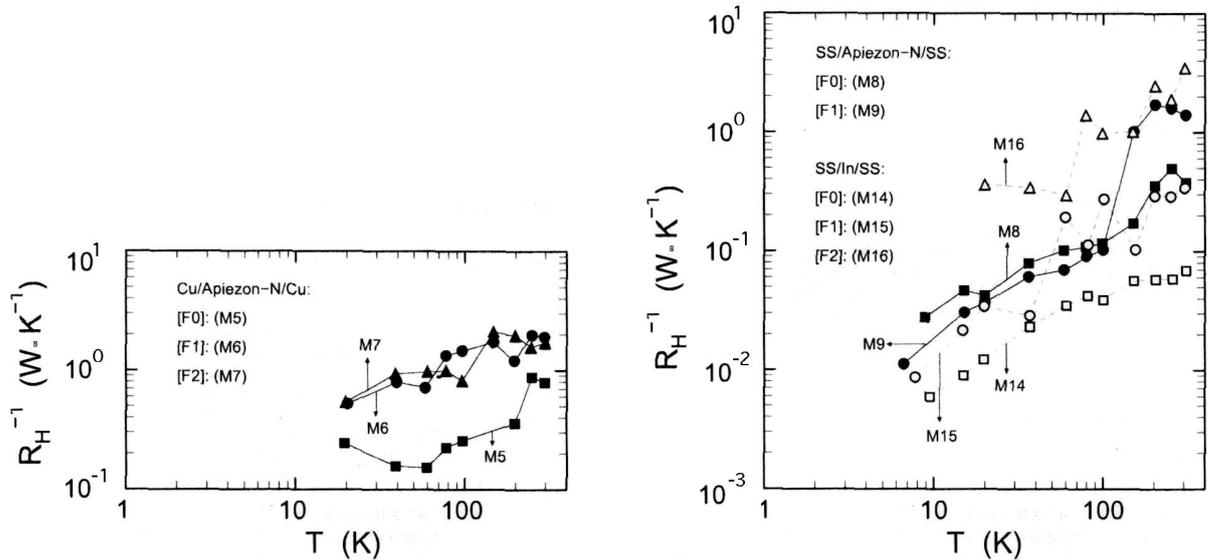


FIG. 4.3: Résistances thermiques de contact Cuivre-Cuivre et Inox-Inox en fonction de la température et pour différentes forces de serrage : F_0 : 2 à 7Kg, F_1 : supérieure à 10Kg, F_2 : plusieurs dizaines de Kg

A partir des graphiques de la figure 4.3 nous constatons que la conductance thermique des contacts est améliorée par des serrages importants. Cela est d'autant plus vrai que les matériaux sont maléables. Pour le cuivre avec de la graisse Apiezon, un serrage de 10 à 20 Kg semble être suffisant pour atteindre un contact optimum. Dans le cas de l'inox avec de la graisse Apiezon, le contact est amélioré par un serrage important seulement entre 300 et 80 K environ.

Les graphiques de la figure 4.4 soulignent l'intérêt d'utiliser une fine épaisseur de graisse Apiezon ou d'indium. La graisse Apiezon permet d'augmenter de plus de deux ordres de grandeur la conductance d'un contact cuivre-cuivre et presque autant concernant un contact inox-inox. Les meilleurs contacts sont établis avec un médium d'indium. Ce matériau est en effet très maléable et assure un contact microscopique important. Il peut être mis en oeuvre lors de montages à demeure.

La résistance thermique d'un contact cuivre-cuivre entre 300 et 50 K avec de la graisse Apiezon varie de 0,5 à 5 $K.W^{-1}$ lorsque la charge de contact est supérieure à 10 Kg. Une fonction peut être ajustée aux points expérimentaux. Nous obtenons la formule de l'équation 4.1.

$$R_{th\ Cu-Ap-Cu} (K.W^{-1}) = 7,84.T^{-0,5} \quad (4.1)$$

Les résistances thermiques d'un contact inox-inox entre 300 et 50 K avec de la graisse Apiezon varient de 0,5 à 16 $K.W^{-1}$ lorsque la charge de contact est supérieure à 10 Kg. Une fonction peut être ajustée grossièrement aux points expérimentaux. Nous obtenons la formule de l'équation 4.2.

$$R_{th\ Inox-Ap-Inox} (K.W^{-1}) = 1060.T^{-1,3} \quad (4.2)$$

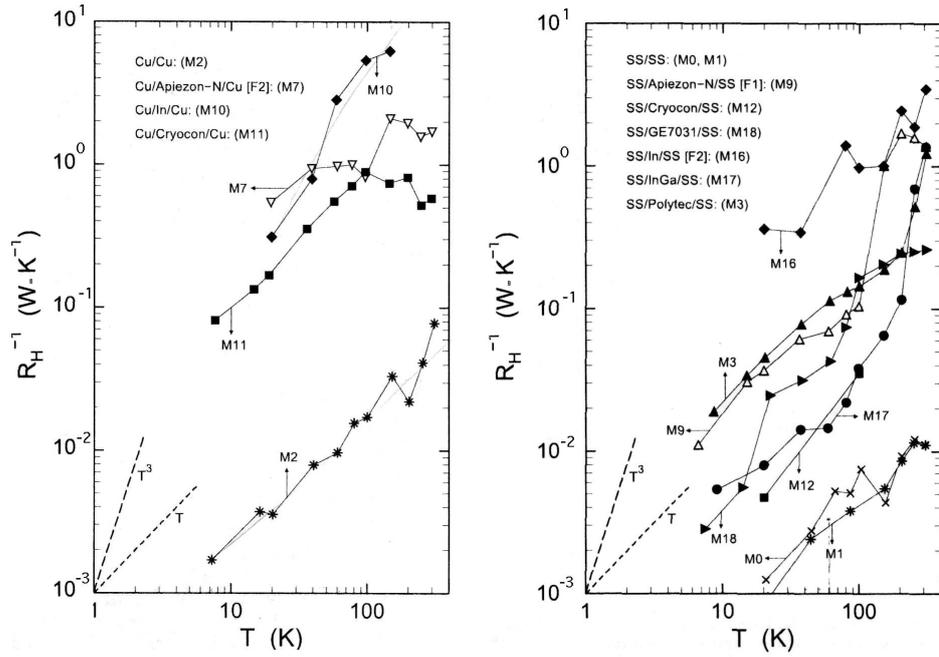


FIG. 4.4: Résistances thermiques de contact Cuivre-Cuivre et Inox-Inox en fonction de la température, pour différents médiums de contact.

Les charges de rupture du laiton et de l'inox varient en fonction de la température. Pour l'inox 304L [14] l'effort de rupture est minimum à la température de l'azote liquide à laquelle il vaut 40 Kg.mm^{-2} , pour 60 Kg.mm^{-2} à 300 K. Concernant le laiton, la charge de rupture est de 6 Kg.mm^{-2} à 300 K à 77 K et de 10 Kg.mm^{-2} à 300 K.

Le tableau 4.1 donne les charges de rupture en Kg de vis laiton et inox à 77 K en fonction de leurs diamètres nominaux.

section vis mm^2	M3(4,9)	M4 (8,5)	M5 (13,8)	M6 (20)	M8 (35,8)	M10 (56,7)
Laiton	30	51	83	120	215	340
Inox	196	340	550	800	1432	2270

TAB. 4.1: Efforts admissibles en Kg pour différentes sections de vis laiton et inox.

En appliquant un facteur de sécurité de 2 sur la charge de rupture des vis, une vis laiton permet d'appliquer une charge de 25 Kg en M4 et 60 Kg en M6 alors qu'une vis inox permet d'appliquer 98 Kg en M3. *Le laiton est choisi préférentiellement à basse température car ce matériau se contracte fortement à froid. Le serrage à froid est assuré voir augmenté en fonction des matériaux mis en jeu.* Avec de la graisse Apiezon nous constatons qu'une vis laiton en M4 permet d'assurer un contact optimum entre deux pièces de cuivre car la charge seuil est atteinte à partir de 10 Kg. Des vis laiton en M6 seraient néanmoins plus judicieuses et permettraient d'opter au besoin pour un contact avec de l'indium qui nécessite un serrage important.

Les charges permettant un contact thermique optimum sont facilement atteintes avec une seule vis. Les résistances thermiques restent néanmoins importantes et provoquent des découplages importants, d'autant plus à basse température. Afin de réduire les écarts de températures entre les pièces, il est nécessaire de multiplier les points de serrage en assurant une charge suffisamment importants sur chacun pour que les contacts soient optimum. Le flux de chaleur est ainsi divisé par le nombre de points de contact et il est de ce fait possible d'obtenir de bonnes thermalisations même aux basses températures.

Dans le cas présent, le lien thermique entre le tube à gaz pulsé et l'écran comporte deux contacts.

- Le premier est entre le tube à gaz pulsé et la bride en λ . Avec 9 vis M4 en laiton le lien thermique entre les deux pièces est de 9 contacts chargés à 25 Kg. A partir de l'équation 4.1, la résistance thermique de ce contact, établi avec de la graisse Apiezon, peut être calculée. Son expression est donnée par l'équation 4.3.

$$R_{th \text{ Contact Bride } \lambda} (K.W^{-1}) = 0,87.T^{-0,5} \quad (4.3)$$

Avec de l'indium, la résistance thermique de ce contact serait de $0,016 K.W^{-1}$ à 300 K et de $0,06 K.W^{-1}$ à 50 K.

- Le deuxième contact est entre la ceinture en cuivre et l'écran. Le serrage de la ceinture est effectué par une tige filetée en laiton en M8. A partir du tableau 4.1, nous déterminons la charge maximum du serrage de ce collier qui est de 100 Kg environ en appliquant un facteur 2 sur la charge de rupture du laiton. La charge de rupture du cuivre est de 5 Kg.mm^{-2} . Avec le même facteur de sécurité la section de la ceinture ne devra pas être inférieure à 72 mm^2 .

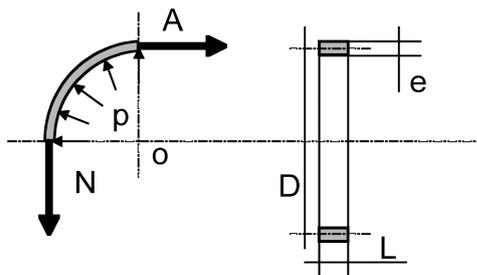


FIG. 4.5: Relation entre la pression sur la paroi d'une enceinte et l'effort de traction dans celle-ci.

La transmission de l'effort de serrage N de la ceinture à la force de contact entre la ceinture et l'écran peut être calculée en déterminant la pression P nécessaire à l'établissement d'un effort de traction équivalent à N . La figure 4.5 schématise la transmission des efforts de la pression pariétale à la traction dans la paroi.

$$\text{Nous obtenons que } N = A = \frac{p.L.\pi.D}{2} = \frac{\text{Effort}_{\text{Pression}}}{2}$$

Pour un effort de serrage de 100 Kg, nous calculons une charge de contact de 200 Kg. Le contact entre la ceinture et l'écran est donc parfaitement effectué. Il est cependant difficile de prévoir sa valeur car la charge n'est pas discrétisée. Nous pouvons retenir le cas pessimiste d'un seul contact. La résistance thermique serait alors définie par l'équation 4.1.

• Conduction thermique

Les masses à refroidir sont de 3,2 Kg d'inox et 12,5 Kg de cuivre². A partir des courbes d'enthalpie [10, 11] du cuivre et de l'inox données en annexe B page 167, nous obtenons les quantités de chaleur à extraire pour refroidir la bride et son écran de 300 K à 50 K. Le premier étage du tube à gaz pulsé s'équilibre à 50 K sur le réfrigérateur COMO. En prenant un refroidissement jusqu'à 50 K la quantité de chaleur à extraire est maximisée. Celle-ci est d'ailleurs déterminée par la température "chaude", et la température finale n'importe que très peu en termes d'énergie.

Nous obtenons donc :

$$\begin{aligned} H_{INOX300K} - H_{INOX50K} &= 110 \text{ J/g} \\ H_{CUIVRE300K} - H_{CUIVRE50K} &= 77 \text{ J/g} \end{aligned}$$

La chaleur à extraire est d'environ 1,3MJ. En comptant 10 heures de refroidissement, nous pouvons calculer une puissance moyenne de refroidissement de 36 W. A partir de cette puissance, nous avons dimensionné le lien thermique entre le tube à gaz pulsé et l'écran. Les calculs ne prennent pas en compte les pertes thermiques qui atteignent 17 W lorsque la bride et l'écran sont à leur équilibre thermique³. La quantité de chaleur à extraire est donc supérieure à celle calculée.

La conductivité du cuivre dépend de la température. Une équation a été ajustée aux valeurs tabulées [14]. Cette expression est présentée en annexe B page 167. L'expression de la conductivité du cuivre entre 300 K et 50 K est donnée par l'équation 4.4.

$$k_{cuivre}(T) = 4 + 47,35 \cdot 10^4 \cdot T^{-3} \text{ en } W \cdot cm^{-1} \cdot K^{-1} \quad (4.4)$$

Les résistances thermiques du montage sont calculées à 50 et 60 K. Ces températures correspondent aux températures du premier étage du réfrigérateur COMO lorsque l'équilibre thermique est atteint.

• Tresses de découplage des vibrations

A partir de l'équation de la chaleur à flux constant, 4.5 nous pouvons dimensionner la section de tresse à utiliser en fonction de leur longueur et de l'écart de température moyen que l'on souhaite obtenir.

$$S_{tresses} = \frac{Q \cdot L}{k \cdot \Delta T} \quad (4.5)$$

La longueur des tresses a été choisie égale à 10 cm. La section de tresses utilisée est de $2,7 \text{ cm}^2$ pour une résistance thermique de $0,92 \text{ K} \cdot \text{W}^{-1}$ à 300 K, de $0,6 \text{ K} \cdot \text{W}^{-1}$ à 60 K et de

2 – la ceinture en cuivre a une masse d'environ 1,8 Kg

3 – Cette puissance est celle obtenue à partir de l'essai réalisé sur COMO en se reportant aux courbes de puissance du premier étage page 52

$0,47 \text{ K.W}^{-1}$ à 50 K . Une section de tresse bien plus conséquente avait été choisie lors de la conception du lien thermique avec des encoches de 10 cm^2 prévues dans la bride en λ et les blocs de serrage représentés en photo sur la figure 4.2. A titre de remarque : une section de $2,7 \text{ cm}^2$ peut passer inaperçue lorsqu'il s'agit d'un barreau de cuivre massif ; mais lorsque cette section est réalisée à partir de tresses, cela apparait tout de suite disproportionné. Les photos de la figure 4.2 avec 109 tresses de $2,5 \text{ mm}^2$ en sont un exemple...

- *Bride en λ*

La bride en λ est d'une épaisseur de 15 mm. Elle est épaisse pour deux raisons. Il s'agit premièrement de ne pas avoir de gradient thermique dans cette bride afin d'étudier spécifiquement le découplage dû aux tresses ; ensuite il est nécessaire de disposer d'une certaine épaisseur pour offrir une distribution homogène de température au niveau de la soudure des tresses.

La distance entre les tresses et les points de contact avec le tube à gaz pulsé ainsi que la section conductive ne sont pas constants dans cette bride. Une section moyenne de 15 cm^2 sur une longueur moyenne de 4 cm, matérialisée en traits gras sur le dessin de la figure 4.7 page 85, permet de calculer approximativement la résistance thermique de la bride. Nous calculons une résistance thermique de $0,07 \text{ K.W}^{-1}$ à 300 K , de $0,045 \text{ K.W}^{-1}$ à 60 K et de $0,036 \text{ K.W}^{-1}$ à 50 K .

- *Ceinture de thermalisation*

La ceinture permet d'effectuer le contact thermique entre les tresses et l'écran et aussi d'uniformiser la température sur le pourtour de la bride inox.

Entre les blocs en cuivre et le point diamétralement opposé, la ceinture absorbe une puissance moyenne " ϕ " de 27 W en prérefroidissement, et de 17 W à l'équilibre. La longueur " L " à considérer est d'un demi périmètre, soit 44 cm .

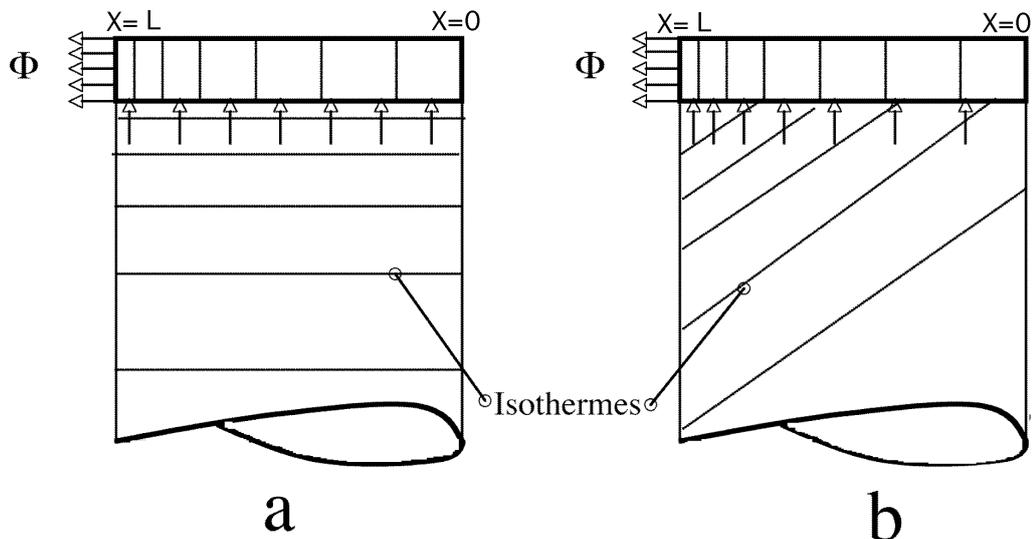


FIG. 4.6: Schématisation du flux de chaleur dans l'écran et dans la ceinture en cuivre. "a" cas d'étude avec flux uniformément réparti, "b" cas réel avec une concentrations du flux aux zones froides de la ceinture.

En considérant que le flux de chaleur est uniforme le long de la ceinture, comme cela est représenté sur le schéma "a" de la figure 4.6, le flux dans la ceinture est donné par l'expression 4.6.

$$\phi(x) = \phi \cdot \frac{x}{L} \quad (4.6)$$

L'équation de la chaleur est donnée par la formule 4.7.

$$k.S.\nabla T = \phi(x) \quad (4.7)$$

En intégrant cette dernière équation, nous obtenons l'expression 4.8 donnant la température le long d'une section constante soumise à un flux radial ϕ/L constant sur une longueur L , avec un flux nul en $x=0$. Il reste à définir la valeur de la conductibilité thermique que nous calculerons toujours à la température du système la plus défavorable du point de vue de la conduction des matériaux employés.

$$T(x) = \frac{\phi}{2.k.S.L} \cdot x^2 + T_0 \quad (4.8)$$

A l'équilibre thermique le tube à gaz pulsé est à 50 K ; nous calculons que les blocs de serrage de la ceinture seront à 60 K à partir des résistances thermiques calculées précédemment. Pour un écart de température maximum de 5 K dans la ceinture, nous calculons à partir de l'équation 4.8 que la section de la ceinture devrait être de 20 cm^2 en prenant la conductivité du cuivre à 65 K.

Cette section est très importante. Le modèle thermique d'une répartition uniforme du flux sur la ceinture n'est pas acceptable. Dans la réalité, le flux de chaleur entre l'écran et la ceinture est proportionnel à la température de la ceinture. Le profil de température de l'écran n'est donc pas celui représenté par les isothermes du cas "a" de la figure 4.6 mais par celles représentées schématiquement par le cas "b". Dans le cas "b", la section de l'écran participe au transport de la chaleur et il est nécessaire de l'intégrer dans le calcul du gradient de température dans la ceinture ; il est donc difficile de calculer véritablement la température dans la ceinture.

Pour nos essais, un méplat de $30 \times 5 \text{ mm}$ a été utilisé. La section⁴ est de 3 cm^2 . La section conductive prend aussi en compte la bride de l'écran de $2,5 \text{ cm}^2$ et $0,72 \text{ cm}^2$ de section de cuivre au contact de la ceinture. *La section totale est de $6,2 \text{ cm}^2$.*

4.1.1.3 Essai de mise en froid SANS superisolation

Un premier essai de refroidissement sans utiliser de superisolation a été effectué afin de connaître empiriquement la charge thermique par rayonnement sur l'écran. Cela permet d'une part de déduire une valeur de l'émissivité du cuivre de l'écran, et d'autre part cela permet d'accentuer les défauts de la thermalisation, du fait que le flux de chaleur dû aux pertes thermiques par rayonnement est plus intense.

Il est important de souligner que les essais de thermalisation de l'écran en cuivre ont été effectués avec un deuxième étage de tube à gaz pulsé non connecté thermiquement. La bride inox

4 – Le chemin thermique est dédoublé ; en effet chaque demi-cercle de la bride conduit la chaleur

du calorimètre était laissée seulement connectée à la bride de l'écran thermique par les tubes inox passe fils et pompage de dilution. La dérive lente en température de cette bride assurait une puissance rayonnante sur le deuxième étage comprise entre 800 mW en début de refroidissement et 120 mW en fin de refroidissement. Lors des essais avec l'écran en cuivre, le deuxième étage du tube à gaz pulsé était en dessous de 15 K en une heure.

La thermométrie était effectuée de sorte à connaître la température de toutes les résistances thermiques du montage. En plus des thermomètres PT1 et PT2, sur les étages du tube à gaz pulsé, des thermomètres ont été montés comme cela est présenté sur la photo de la figure 4.7 ainsi qu'au milieu de la bride inox et sur le bas de l'écran juste en limite du fond.

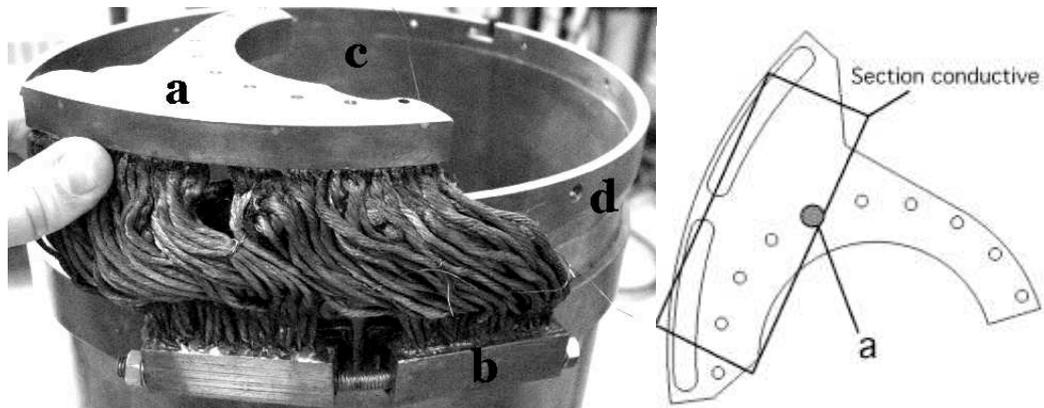


FIG. 4.7: Montage des thermomètres lors des mises en froid "tresses directes" a : Bride en λ ; b : Blocs de serrage; c : Ceinture opposée; d : bride écran

Lors de la réalisation de cet essai, l'enregistrement des données n'a pas été effectué. Nous ne disposons pas d'informations concernant le temps de prérefroidissement.

Les températures et les résistance thermiques du montage à l'équilibre thermique sont regroupées sur le schéma thermique de la figure 4.8 ci-dessous :

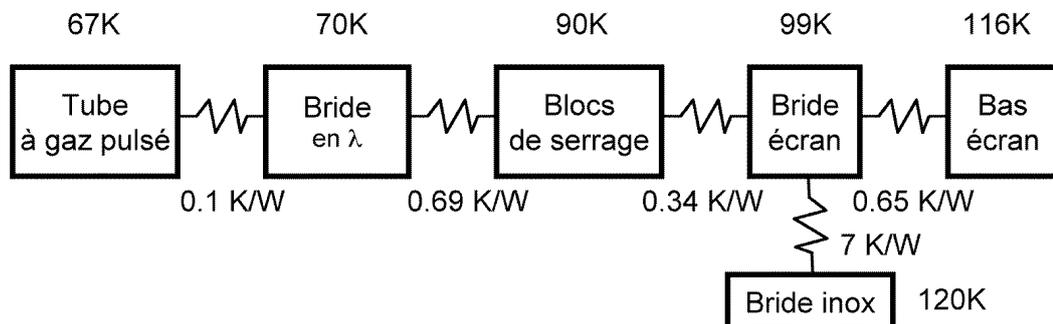


FIG. 4.8: Bilan thermique du montage de thermalisation par tresses directes avec l'écran non superisolé

Sans superisolation, la température du premier étage du tube à gaz pulsé est de 67 K. Cette température correspond à une puissance⁵ de 29 W. L'écran thermique reçoit une quantité non négligeable d'énergie par rayonnement; la protection par superisolation semble donc justifiée.

5 – Cf les courbes de puissance du premier étage page 52

- La surface de l'écran est de 9860 cm^2 . La conduction par les tubes inox entre la bride à 300 K et la bride inox⁶ supportant l'écran thermique est de 3 W. La puissance de rayonnement sur l'écran est donc de 26 W. En effectuant un bilan radiatif de l'écran pris à 110 K, nous en déduisons une émissivité du cuivre égale à 0,065. Cette valeur correspond à celle d'un cuivre poli mécaniquement [14].

- La résistance thermique entre le tube à gaz pulsé et la bride de l'écran thermique est égale à $1,03 \text{ K.W}^{-1}$.

- Le ΔT entre la bride en λ et le tube à gaz pulsé est de 3K. La résistance thermique correspondante est de $0,1 \text{ K.W}^{-1}$. Elle correspond à la résistance thermique de $0,13 \text{ K.W}^{-1}$ calculée à partir de l'équation 4.3 à cette température.

- Le ΔT entre la bride en λ et les blocs de serrage est de 20 K. La résistance thermique correspondante est de $0,69 \text{ K.W}^{-1}$. Elle correspond à la résistance thermique de la bride en λ et des tresses qui est calculée à $0,73 \text{ K.W}^{-1}$ à 70 K.

- Le ΔT entre les blocs de serrage et l'écran est de 10 K. La résistance thermique correspondante est de $0,34 \text{ K.W}^{-1}$. D'après l'équation 4.1, un contact thermique cuivre-Apiezon-cuivre à 67 K vaut $1,1 \text{ K.W}^{-1}$. Le contact entre la ceinture en cuivre et l'écran est donc comparable à trois contacts ponctuels effectués à un serrage optimum.

- La température de la ceinture au point diamétralement opposé⁷ est de 104 K. Le ΔT dans la bride de l'écran est de seulement 5 K. La section de la ceinture en cuivre est donc bien adaptée.

4.1.1.4 Essai de mise en froid AVEC superisolation

La superisolation de l'écran a été réalisée d'une manière particulière. Une "chaussette superisolante" a été mise au point afin de disposer d'un écrantage par super isolant amovible, et donc réutilisable sur d'autres écrans. Des photos de ce montage sont proposées en annexe C page 173.

Lors de ce nouvel essai, nous avons tenté de diminuer la résistance thermique de la thermalisation de l'écran. De l'indium a été ajouté entre la bride du tube à gaz pulsé et la bride en λ . La ceinture en cuivre fut fortement resserrée jusqu'à commencer à déformer l'écran. Les trous taraudés M3 sur la bride inox permettant la fixation de l'écran sur la bride ont été agrandis pour permettre d'utiliser des vis M5.

Températures à l'équilibre thermique

Les températures et les résistances thermiques du montage à l'équilibre thermique sont regroupées sur le schéma thermique de la figure 4.9 ci-dessous :

Nous constatons en premier lieu l'efficacité de la "chaussette superisolante" qui est comparable à une superisolation posée à demeure sur l'écran. En effet la température du premier étage du tube à gaz pulsé de 49,5 K pour 17 W de puissance frigorifique est égale, voire inférieure, à la température d'équilibre du premier étage du réfrigérateur COMO.

6 – Ce calcul est effectué en fin de chapitre dans la partie intitulée "Tables de dimensionnement du cryostat"

7 – Il s'agit du thermomètre "ceinture opposée" sur la figure 4.7

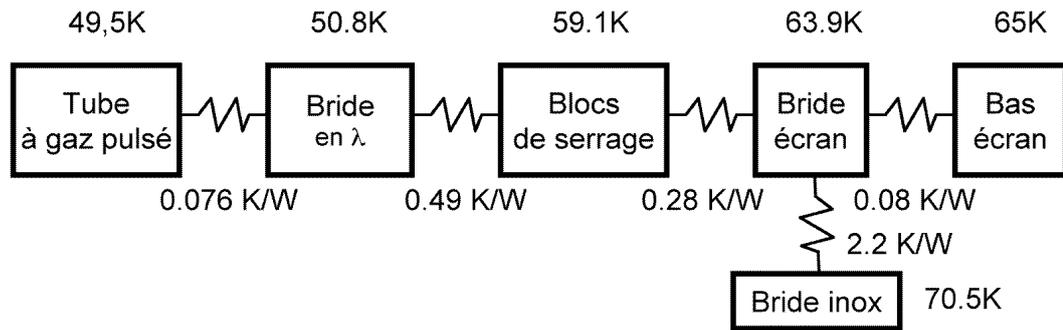


FIG. 4.9: Bilan thermique du montage de thermalisation par tresses directes avec l'écran superisolé

Nous remarquons ensuite que l'écran en cuivre est quasiment isotherme. Cette performance est très bonne et largement suffisante pour notre application. Comme nous le calculerons en fin de chapitre⁸, la température de l'écran peut atteindre 85 à 90 K sans que son rayonnement sur le calorimètre soit pénalisant. Il sera donc possible de revoir l'épaisseur de cet écran de façon à atteindre 85 K en son extrémité. Cela permettra de gagner sur la masse de cuivre à refroidir et donc sur le temps de prérefroidissement.

La résistance thermique entre le tube à gaz pulsé et la bride de l'écran est de $0,85 \text{ K.W}^{-1}$. Elle diminue donc par rapport à l'essai sans superisolation lors duquel la résistance était de $1,03 \text{ K.W}^{-1}$.

- Le contact thermique entre le tube à gaz pulsé et la bride en λ a été amélioré par l'indium et diminue de 0,1 à $0,076 \text{ K.W}^{-1}$, alors que la température de ce contact est plus froide de 17 K. Le contact est amélioré entre les blocs de serrage et l'écran ; la résistance thermique de ce contact diminue de 0,34 à $0,28 \text{ K.W}^{-1}$. Enfin le contact thermique entre l'écran et la bride inox est grandement amélioré par l'augmentation du serrage par les vis de plus fort diamètre.

- La résistance thermique des tresses diminue de 0,69 à $0,49 \text{ K.W}^{-1}$. Cette diminution est parfaitement corrélée à l'augmentation de la conductivité thermique lorsque la conductivité des tresses est calculée à partir de la température la plus froide, à savoir la température de la bride en λ .

Courbes de température de refroidissement

Les courbes de température de refroidissement par tresses directes avec superisolation sont présentées sur le graphique de la figure 4.10.

Nous constatons un refroidissement des blocs de serrage de l'écran à 100 K en 7 heures, à 90 K en 9 heures et à 80 K en 11 heures. Le bas de l'écran atteint ces températures avec un délai de 2 heures. L'écran est donc entièrement sous 80 K en 13 heures. Le temps de prérefroidissement ne semble donc pas avoir été amélioré par ce nouveau montage, même si le découplage thermique a été réduit entre le tube à gaz pulsé et l'écran. Le ΔT généré par les tresses n'excède pas 65 K et le ΔT dû aux contacts thermiques n'excède pas 30 K.

Le graphique de la figure 4.11 nous permet de comparer le refroidissement par tresses

8 – Ce calcul est effectué en fin de chapitre dans la partie intitulée "Tables de dimensionnement du cryostat"

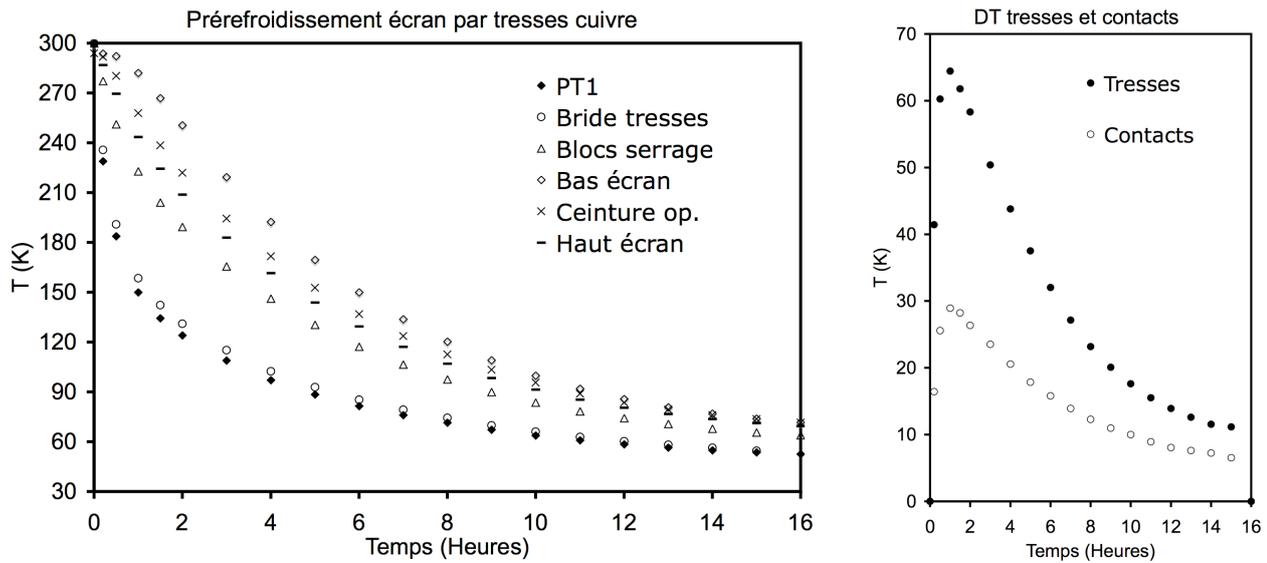


FIG. 4.10: Mise en froid de l'écran avec thermalisation par tresses directes

directes à celui de COMO.

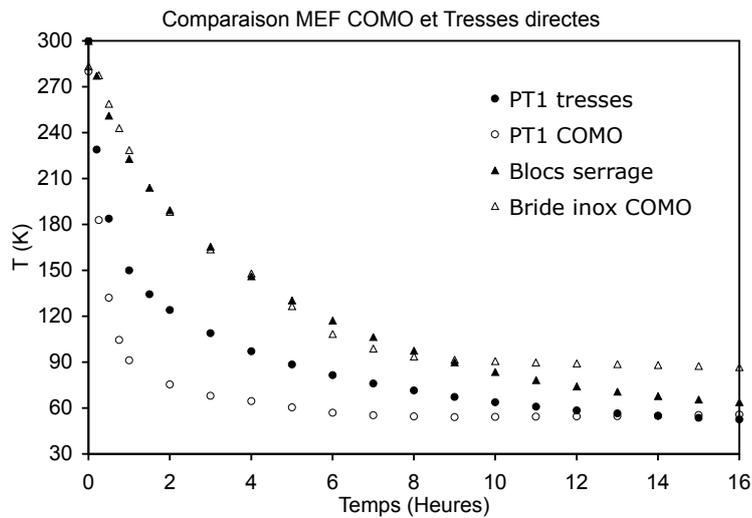


FIG. 4.11: Comparaison des températures de PT1 et du refroidissement de l'écran

Les courbes de température de refroidissement de la bride inox de COMO et de l'écran de notre essai sont identiques pendant 8 heures malgré les conditions différentes de couplage thermique et de température de premier étage de tube à gaz pulsé. Cet effet sera expliqué par une analyse effectuée plus loin dans ce document.

4.1.1.5 Puissance de refroidissement et courbe de puissance 30 K-300 K du premier étage du tube à gaz pulsé

A partir d'une des valeurs de résistance thermique des tresses à l'équilibre thermique⁹ nous pouvons calculer la puissance de refroidissement du tube à gaz pulsé sur toute la durée du refroidissement.

Comme nous l'avons vu précédemment, la résistance thermique des tresses peut être extrapolée à toutes les températures en tenant compte de la variation de la conductibilité thermique du cuivre avec la température définie par l'équation 4.4 page 82.

Une fois la résistance thermique connue, nous avons accès au flux de chaleur à partir de l'écart de température aux bornes des tresses.

La figure 4.12 représente le flux de chaleur dans les tresses au cours du refroidissement ainsi que la courbe de puissance du premier étage du tube à gaz pulsé étendue aux hautes températures, pour une puissance froide sur le deuxième étage inférieure à 1 W.

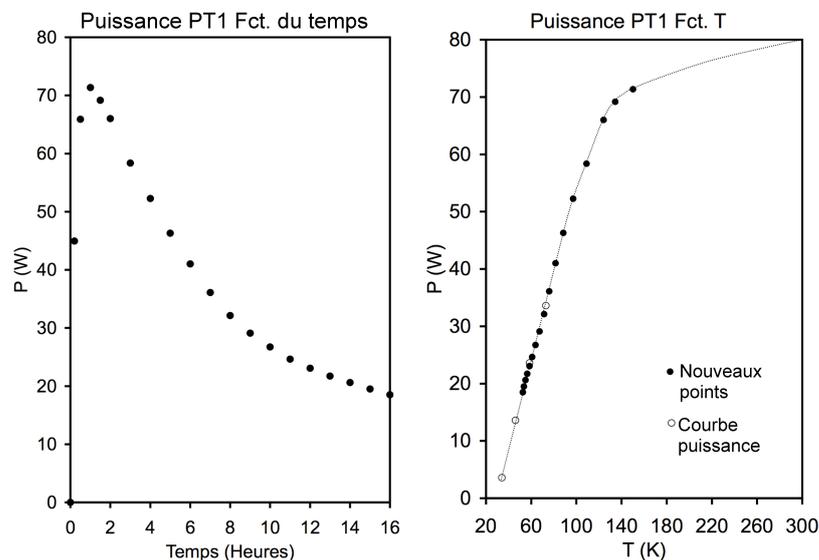


FIG. 4.12: Puissance froide du premier étage au cours du refroidissement et courbe de puissance du PT1 sans charge sur PT2 de 30 K à 170 K

Nous constatons que le refroidissement de l'écran ne débute qu'une fois l'inertie du lien thermique, due à la diffusion de la chaleur, a été absorbée. Le tube à gaz pulsé est alors à 150 K, une heure s'est déjà écoulée. La diffusion à travers le lien thermique est un paramètre important à prendre en compte dans l'efficacité du refroidissement.

En supprimant les deux premiers points, nous pouvons calculer la puissance moyenne de refroidissement du premier étage du tube à gaz pulsé. Celle-ci est calculée à 33 W sur 12 heures de refroidissement efficace nécessaires pour refroidir l'écran sous 85 K. Ramenée à 10 heures de refroidissement, cette puissance moyenne serait d'environ 40 W. Nous avons calculé la puissance frigorifique nécessaire au refroidissement des masses de cuivre et d'inox mises en jeu, et celle-ci s'élève à 36 W. *La contribution des pertes thermiques durant le refroidissement serait donc de 4 W en moyenne et augmenterait ainsi de 10% la puissance moyenne de refroidissement calculée à partir de l'enthalpie des matériaux.*

9- Ces résistances thermiques sont obtenues en connaissant le flux de chaleur à l'équilibre thermique. Celui-ci est donné par les courbes de puissance du tube à gaz pulsé

Concernant la courbe de puissance aux hautes températures, nous constatons tout d'abord que celle-ci prolonge correctement les points réalisés lors de la caractérisation de la machine. Notre approche de détermination de la puissance du tube à gaz pulsé aux hautes températures est donc correcte. D'autre part nous découvrons que *la puissance froide du tube à gaz pulsé commence à saturer à partir de 70 W à la température de 140 K*. Sur les points de la courbe de puissance est représenté en trait fin le prolongement possible de la courbe de puissance de 150 à 300 K. à partir d'environ 170 K. *Dans notre cas d'étude, le premier étage du tube à gaz pulsé sera donc tout aussi puissant à 170 K qu'à 300 K*. Si nous revenons au graphique de la figure 4.11, nous constatons que le tube à gaz pulsé descend très vite en dessous de 170 K que ce soit sur COMO ou bien avec la thermalisation par tresses directes. Si les temps de refroidissement sont comparables et qu'à priori la puissance frigorifique dépend de la température en dessous de 170 K, nous pouvons en conclure que les performances du premier étage du tube à gaz pulsé lors du présent essai étaient moins bonnes que celles du tube à gaz pulsé du réfrigérateur COMO. Nous attribuons cette perte de puissance au fait que le deuxième étage du tube à gaz pulsé soit très vite à la température minimum et que cela diminue de fait le débit de gaz détendu sur le premier étage. Nous vérifions cela lors de l'analyse de la mise en froid de l'écran thermique par un caloduc à azote.

4.1.2 Ecran aluminium et caloduc azote

L'aluminium est un matériau très intéressant de par sa légèreté et sa bonne conductivité. Il est de plus fortement perméable aux neutrons et son émissivité est plus faible que celle du cuivre dans la gamme des infra rouges. Il semble avoir bien des atouts pour être utilisé comme matériau d'écrans thermiques. Nous nous sommes donc intéressés au développement d'un écran en aluminium pour les cryostats refroidis par tubes à gaz pulsé.

L'étude a commencé par l'analyse des propriétés de l'aluminium en les comparant à celles du cuivre. A partir de ce constat, le dimensionnement de l'écran a pu être réalisé conjointement au développement d'un lien thermique adapté.

4.1.2.1 Caractéristiques du cuivre et de l'aluminium

La réalisation d'un écran en aluminium ne devait pas nous faire oublier l'objectif de performances du cryostat. Il s'agissait d'utiliser l'aluminium tout en réussissant à prérefroidir le cryostat en 10 heures. Pour cela il est nécessaire de connaître les propriétés physiques de ce matériau. Dans le tableau de la figure 4.13 sont regroupées les caractéristiques de dimensionnement d'un écran en cuivre et en aluminium.

Comme nous l'avons vu lors de l'étude de l'écran en cuivre, le temps de mise en froid de l'écran thermique est corrélé à la qualité de la thermalisation de l'écran sur la source froide, ainsi qu'à la quantité d'énergie à extraire pour le refroidir.

Nous commençons par nous intéresser aux quantités de chaleur à enlever aux matériaux pour les refroidir de 300 K à 60 K. Nous constatons que la chaleur à évacuer par gramme d'aluminium est supérieure d'un facteur 2,17 à la chaleur à évacuer par gramme de cuivre. Cette propriété de l'aluminium ne va pas dans le sens d'un refroidissement rapide. En comparant les densités des deux matériaux, nous constatons que l'aluminium est moins dense que

Caractéristiques	Cuivre	Aluminium
Chaleur à évacuer $\Delta H = \int_{60}^{300} C_V(T)dT = h(300) - h(60)$	77 J.g ⁻¹	167 J.g ⁻¹
Masse à refroidir $M = \rho \cdot V = \rho \cdot S \cdot L$	8,9 g.cm ⁻³	2,75 g.cm ⁻³
Temps de diffusion $\tau = \frac{1}{D} \left(\frac{x}{4} \right)^2$	9 min	12 min
Gradient thermique $\Delta T = \frac{\dot{Q}L}{kS}$	k = 4 W cm ⁻¹ ;K ⁻¹	k = 2 W cm ⁻¹ ;K ⁻¹

FIG. 4.13: Tableau comparatif des caractéristiques d'écran en cuivre et en aluminium

le cuivre d'un rapport 0,3. Dans un même volume, la chaleur contenue est donc plus faible de 35% dans l'aluminium que dans le cuivre. L'aluminium semble donc être un matériau plus "facile" à refroidir que le cuivre.

Le refroidissement d'un écran dépend non seulement de la quantité de chaleur à évacuer mais aussi de la diffusivité thermique. Le paramètre de diffusion $D = \frac{k}{\rho \cdot C_V}$ exprimé en m²/s est le rapport entre la conductivité et la capacité calorifique d'un matériau. Le coefficient de diffusion est égal à 1,16 cm².s⁻¹ pour le cuivre et 0,4 cm².s⁻¹ pour l'aluminium à 300 K et il devient égal à 2,8 cm².s⁻¹ pour les deux matériaux à 77 K.

Le temps de mise à l'équilibre thermique d'une barre d'axe X, initialement à T₁ que l'on connecte à une source froide infinie à T₀ à l'instant t₀, peut être obtenu en résolvant l'équation de la chaleur 4.9.

$$D \cdot \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{\partial T}{\partial t} \quad (4.9)$$

La solution de ce cas d'étude est donnée par la fonction erreur. On obtient ainsi la solution 4.10 :

$$T(x, t) = T_0(1 - \text{erf}(U)) \text{ avec } \text{erf}(U) = \frac{2}{\pi} \cdot \int_0^U \exp^{-\alpha^2} d\alpha \text{ et } U = \frac{x}{2\sqrt{Dt}} \quad (4.10)$$

La fonction erf(U) est supérieure à 0,99 à partir de U = 2. Nous en déduisons le temps de mise à l'équilibre 4.11, qui pour un écran de 100 cm vaut 9 minutes pour le cuivre et 26 minutes pour l'aluminium en prenant les valeurs de diffusion à 300 K.

$$t \text{ (s)} = \frac{1}{D} \cdot \left\{ \frac{x}{4} \right\}^2 \text{ avec } x \text{ en cm et } D \text{ en cm}^2 \cdot \text{s}^{-1} \quad (4.11)$$

Les temps de mise à l'équilibre sont très courts, que ce soit avec du cuivre ou de l'aluminium. La diffusion de la chaleur n'est donc pas un facteur limitant à un refroidissement rapide d'un écran. Il est néanmoins judicieux de réaliser des systèmes compacts en gagnant notamment sur la longueur des liens thermiques.

La différence cruciale entre le cuivre et l'aluminium se joue sur la conductivité thermique de ces matériaux. Le cuivre conduit en effet deux fois mieux la chaleur que l'aluminium. Dans notre cas d'étude, il s'en suit que pour des gradients de température longitudinaux comparables, un écran en aluminium nécessitera d'avoir une section deux fois plus importante que celle d'un écran en cuivre. En doublant la section, le volume et donc la masse de l'écran sont de fait aussi doublés. La quantité de chaleur à évacuer devient ainsi supérieure de 30 % dans le cas d'un écran en aluminium par rapport à un écran en cuivre. L'écran aluminium restera néanmoins plus léger que l'écran en cuivre.

La solution permettant de contourner la forte épaisseur d'un écran en aluminium est de diviser par deux la longueur sur laquelle le gradient de température s'établit. Autrement dit, il s'agit de refroidir l'écran soit en son milieu, soit en ses extrémités. Dans notre cas d'étude le choix le plus pertinent est d'effectuer le refroidissement par le centre de l'écran.

4.1.2.2 Réalisation technique

Lors de l'étude du refroidissement de l'écran par tresses directes, nous avons constaté qu'il était difficile de réaliser des thermalisations assurant le découplage des vibrations sans engendrer des résistances thermiques importantes qui pénalisent l'efficacité de refroidissement du cryostat. Il devient donc inconcevable d'utiliser des tresses de cuivre pour refroidir un écran aluminium en son milieu.

La solution de délocaliser la source froide par le biais d'un caloduc permet d'obtenir des performances de refroidissement "puissances-températures" égales en deux points distants.

Lorsque nous avons entrepris d'utiliser un caloduc, nous étions motivés par deux aspects :

- La délocalisation de la source froide afin de diviser par deux les gradients de température dans l'écran thermique. Cela semble être la bonne solution.
- L'amélioration des performances du deuxième étage du tube à gaz pulsé en ayant un premier étage froid rapidement sans que cela provoque un fort découplage thermique une fois l'équilibre thermique atteint. Après quelques discussions sur le fonctionnement d'un tube à gaz pulsé bi-étagé, il ne paraît à l'heure actuelle plus aussi évident qu'un premier étage froid améliore les performances du deuxième étage.

La gamme de fonctionnement du premier étage est de 300 K à 50 K. Le gaz le plus approprié et le plus commode d'utilisation pour un caloduc est l'azote. Son diagramme de phase est représenté en Annexe B page 167. L'azote se liquéfie à 77 K sous une atmosphère. En pressurant l'azote, la température de liquéfaction monte rapidement vers 100 K. Sous 3,5 bars l'azote se liquéfie à 90 K, ensuite la pression de vapeur augmente beaucoup par rapport au gain de température de condensation. Le point critique de l'azote est de 126 K sous 33 Bars. Sous une atmosphère la densité de l'azote est de 810 g/L. La chaleur latente de l'azote est de 199 J/g. A l'équilibre thermique, les pertes thermiques sur le premier étage du tube à gaz pulsé sont de 14 W. Le débit de liquéfaction serait alors de 6 cm³ par minute avec un évaporateur d'azote à 77 K.

L'azote se solidifie à 63 K sous 125 mb. Le caloduc sera utilisé jusqu'à 65 K pour éviter de geler le fluide caloporteur.

•Ecran aluminium

L'écran en aluminium a été refroidi en son milieu. A l'équilibre thermique, la charge sur le premier étage du tube à gaz pulsé est de 17 W. 3 W sont dus à la conduction dans les tubes de connexion depuis 300 K. Des tresses en cuivre ont été utilisées pour refroidir la bride inox. Nous considérons que la charge thermique sur l'écran n'est plus que celle due au rayonnement, soit 14 W. Depuis le milieu de l'écran, chaque demi écran reçoit donc 7 W.

La longueur d'un demi écran est de 48,5 cm. Si le caloduc fonctionne à 65 K, nous avons gardé une marge de 5 K entre la température du caloduc et celle du milieu de l'écran. Nous choisissons donc une température de milieu d'écran égale à 70 K. En utilisant l'équation 4.8 page 84 avec une conductivité de 3 W.K⁻¹.cm⁻¹ à 77 K nous calculons une section de l'écran

de $11,3 \text{ cm}^2$ pour que celui-ci ne dépasse pas 85 K en son extrémité. La bride inox ayant un diamètre de 280 mm , il s'en déduit donc une épaisseur de tôle de $1,25 \text{ mm}$, qui porte notre choix sur une épaisseur standard de 1 mm . Nous avons entièrement réalisé cet écran. Il est donc conçu de manière simple. La tôle principale est roulée et vissée et le fond est soudé sous argon. Sa masse est de $2,5 \text{ Kg}$.

• Caloduc

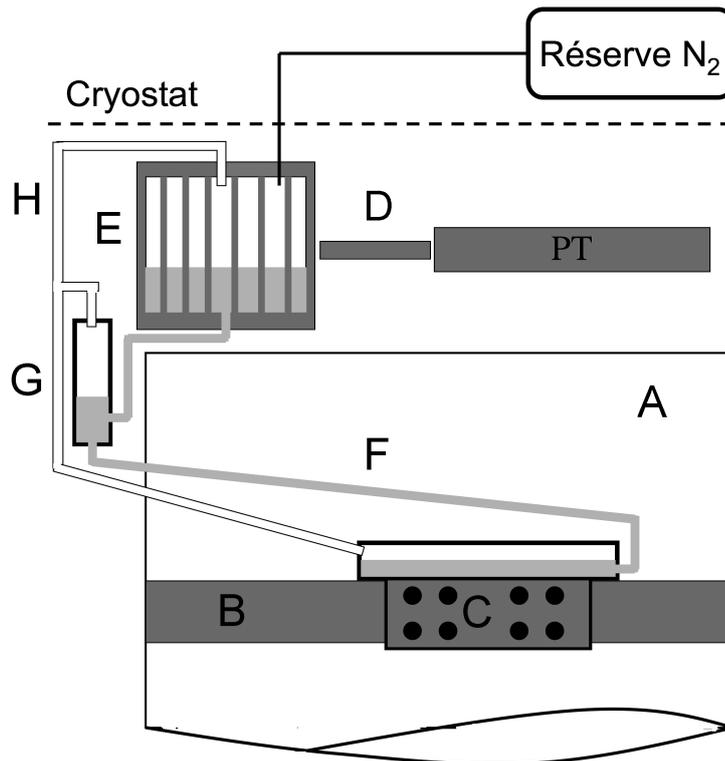


FIG. 4.14: Schéma du caloduc à azote. "A" écran aluminium, "B" ceinture cuivre, "C" évaporateur azote, "D" fuite thermique, "E" condenseur azote, "F" ligne azote liquide, "G" séparateur de phases, "H" ligne azote gazeux

La figure 4.14 présente un schéma du caloduc qui permet d'en comprendre le fonctionnement. Un condenseur "E", connecté au tube à gaz pulsé par une fuite thermique "D", permet de liquéfier l'azote gazeux à pressions de vapeur saturante. Un évaporateur "C" connecté au milieu de l'écran évapore l'azote liquide en fonction de la puissance appliquée par l'écran "A". Le condenseur et l'évaporateur sont à la même température car tout deux contiennent de l'azote liquide à pressions égales. Les circulations de liquide et de gaz entre condenseur et évaporateur sont distinctes. Un premier tube "F" assure la circulation du liquide par gravité jusqu'au condenseur, et un autre tube "H" assure le retour du gaz depuis l'évaporateur.

• Le condenseur

Le condenseur est une boîte permettant la liquéfaction de l'azote à partir de la puissance froide fournie par le tube à gaz pulsé. Il doit être suffisamment couplé au tube à gaz pulsé sans pour autant se refroidir en dessous de 65 K . Dans le cas de notre cryostat pour réfrigérateur à dilution, nous avons choisi un compromis entre le découplage thermique du condenseur

et l'application d'une puissance de chauffage sur celui-ci, de manière à avoir une puissance frigorifique du caloduc suffisamment importante et à garder le premier étage du tube à gaz pulsé suffisamment froid à l'équilibre thermique pour ensuite permettre la thermalisation de l'injection d' ^3He . Nous avons pour cela utilisé une fuite thermique à résistance ajustable. Une photo de cette pièce est proposée sur la gauche de la figure 4.15. La fuite thermique est située entre les deux séries de trous de fixation. Une forme en H est fraisée à travers la plaque en cuivre et supprime ainsi la conduction dans la partie centrale de la pièce. Les deux bras du H ont été dimensionnés en longueur afin d'assurer un ΔT de 15 K sous 19 W dans du cuivre à 50 K, soit une résistance thermique de $0,79 \text{ K}\cdot\text{W}^{-1}$. La partie centrale de la fuite thermique est munie de 5 perçages M3 permettant de venir court-circuiter la fuite à l'aide de blocs de cuivre vissés.

Le condenseur est réalisé en cuivre d'épaisseur 5 mm pour assurer une bonne homogénéité de température. Sa surface est augmentée par l'ajout de barreaux en cuivre $\phi 5 \text{ mm}$. La surface de condensation est calculée à 207 cm^2 . La résistance de Kapitza est faible à cette température ; cela joue peu sur l'efficacité du refroidissement. Il devient par contre pénalisant d'avoir une couche d'azote liquide entre la surface du condenseur et l'azote gazeux. Le liquide crée une résistance thermique dont nous pouvons nous passer.

Le condenseur comporte une évacuation basse par laquelle coule l'azote liquide, une entrée haute pour le retour du gaz et un capillaire qui le relie à la réserve de gaz. Une photo du montage est proposée au centre de la figure 4.15.



FIG. 4.15: Illustration du caloduc à azote

• Les lignes de circulation

Le condenseur et l'évaporateur sont reliés par deux flexibles métalliques de 10 mm. Nous avons choisi d'utiliser deux lignes distinctes de circulation pour permettre une bonne circulation de l'azote liquide et ainsi une bonne efficacité du caloduc en prérefroidissement de l'écran. En amont du tube de circulation liquide est monté un séparateur de phases qui évite d'éventuelles remontées de bulle de gaz dans le condenseur. Les deux photos de droite de la figure 4.15 représentent en partie les lignes de circulation ainsi que le séparateur de phases.

• L'évaporateur et la thermalisation de l'écran

L'évaporateur est une boîte où l'azote liquide est évaporé. Nous avons réalisé la construction de cet ensemble ; sa conception est donc plus simple que celle du condenseur. L'évaporateur est constitué d'un tube en cuivre $\phi 30 \text{ mm}$ ovalisé pour une question d'encombrement.

Son volume est de 20 cm^3 pour une surface de 80 cm^2 . Le tube est horizontal. La ligne azote arrive en partie basse du tube et la ligne gaz en partie haute ; les vapeurs sont ainsi incitées à s'échapper par la ligne qui leur est dédiée.

Le couplage thermique de l'évaporateur à l'écran devait être démontable. Le tube en cuivre a été soudé sur une plaque en cuivre de 1,5 mm permettant son vissage sur l'écran par 8 vis M6 en laiton. La résistance thermique de contact est estimée à $0,31 \text{ K.W}^{-1}$. A l'équilibre thermique le ΔT dû au contact devrait être d'environ 4 K avec 14 W de rayonnement. L'écran, quant à lui, est muni d'une ceinture en cuivre identique à celle utilisée lors du refroidissement pas tresses directes¹⁰. Cette ceinture est vissée sur l'écran en aluminium par 10 vis M8. Nous n'avons pas de données concernant la résistance thermique d'un contact cuivre-aluminium à basse température mais notre montage assure 10 contacts effectués à un serrage important, Le ΔT ne devrait donc pas excéder quelques kelvins. La ceinture comporte un secteur angulaire où sont percés 8 trous. Dans l'écran, 8 écrous sont soudés sur une tôle en cuivre pour permettre la fixation de l'évaporateur. Sa masse est de 1 Kg.

• La réserve de gaz

Le caloduc est une enceinte close. Afin d'obtenir un volume suffisant de liquide caloporteur, il est nécessaire de disposer d'une quantité de gaz suffisante à condenser. Le caloduc ayant un volume relativement faible¹¹, il s'offre deux possibilités pour contenir suffisamment de gaz. Soit le caloduc est pressurisé à quelques dizaines de bars, soit un volume de grande capacité est rajouté au caloduc et permet de stocker beaucoup de matière à de plus faibles pressions.

Dans un premier temps nous avons choisi de travailler en pression afin de condenser l'azote à plus hautes températures. La réalisation technique d'un tel montage nous a détournés de cette voie. En effet il devient dangereux d'utiliser des gaz pressurisés et notre laboratoire n'est pas qualifié pour développer des installations de ce type.

La solution retenue fut donc d'utiliser une réserve d'azote gazeux à température ambiante hors du cryostat. Dans un premier temps la réserve a été de 10 L puis elle a été augmentée à 30 L en couplant une réserve supplémentaire. Pour que le caloduc fonctionne à des températures assez hautes, il est en effet nécessaire d'avoir un *volume* de stockage important de façon à pouvoir garder une pression de vapeur assez haute après avoir condensé la quantité d'azote nécessaire au couplage thermique de l'évaporateur et du condenseur.

4.1.2.3 Mise en froid

Lors de cet essai, le deuxième étage du tube à gaz pulsé refroidissait le nouveau calorimètre ainsi que la dilution¹². Plusieurs essais ont été nécessaires afin d'obtenir les performances de la mise en froid présentée ici. Les améliorations ont consisté à augmenter la quantité d'azote gazeux afin de faire travailler le caloduc à des températures proches de 80 K et à court-circuiter la fuite thermique pour donner plus de puissance au condenseur. La résistance thermique entre le condenseur et le tube à gaz pulsé a été réduite à $0,3 \text{ K.W}^{-1}$ à 58 K.

10 – Il s'agit d'un méplat de $30 * 5 \text{ mm}$

11 – Entre le condenseur, les lignes et l'évaporateur, le volume est estimé à 200 cm^3

12 – Soit 5,7 Kg d'inox et 3,8 Kg de cuivre

Le tableau 4.2 et la figure 4.16 donnent les températures de l'écran à l'équilibre thermique ainsi que les courbes de température d'un refroidissement classique.

PT ₁	PT ₂	Condenseur	Evaporateur	Bas écran	Bride _{inox}
58 K	3,5K	65 K	69 K	82 K	79 K

TAB. 4.2: Températures d'équilibre de l'écran aluminium avec caloduc azote

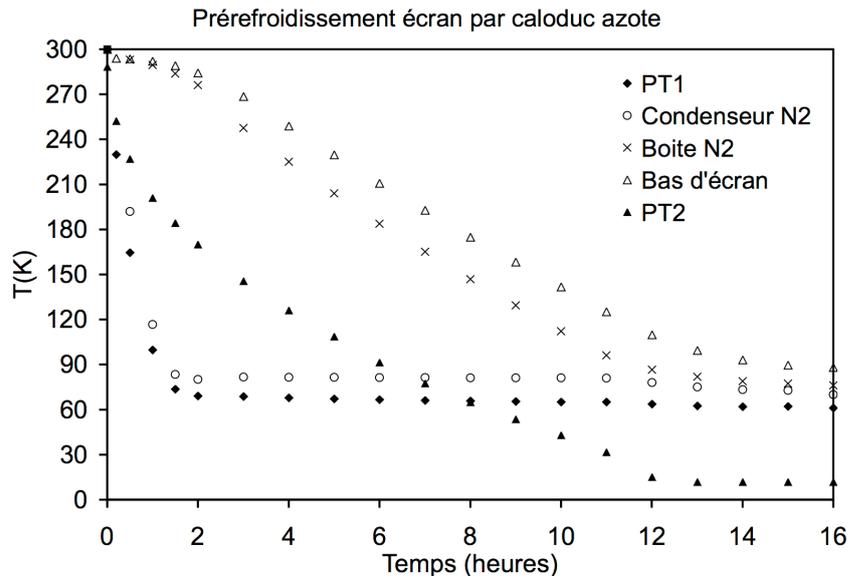


FIG. 4.16: Mise en froid de l'écran thermique en aluminium

Nous constatons que l'écran en aluminium de 1 mm d'épaisseur est bien thermalisé dans le sens où il est entièrement sous 85 K. La résistance thermique de la fuite thermique ayant été diminuée, il est nécessaire de chauffer le condenseur pour éviter qu'il ne gèle. Le courant de chauffage est de 260 mA sur une résistance de 72 Ω . La charge thermique ajoutée par effet joule est de 4,8 W. La puissance froide du premier étage est de 23 W à 58 K. Les pertes thermiques sur l'écran sont de 18,2 W, soit légèrement plus que lors de l'utilisation d'un écran en cuivre.

L'écran est refroidi sous 90 K en un temps d'environ 14 heures. Nous constatons que le caloduc n'est efficace que lorsque l'azote est liquéfié. Dans un premier temps, le mouvement de convection naturelle du gaz n'a aucun pouvoir caloporteur et ne refroidit pas l'écran. Le refroidissement ne débute donc que 2 heures après la mise en fonctionnement du tube à gaz pulsé.

Entre la troisième et la onzième heure de refroidissement le caloduc est en régime nominal de refroidissement de l'écran. La pression dans les réserves est de 1500 mB, le condenseur est à 81,5 K. Le volume d'azote liquide est alors de 23 cm³. *Durant cette période, la température du premier étage du tube à gaz pulsé décroît seulement de 69 à 65 K alors que le deuxième étage chute de 180 K à 10 K.*

Cette configuration de refroidissement est intéressante. Elle permet en effet d'étudier la variation de la puissance froide du caloduc et donc du premier étage, lorsque la température du deuxième étage varie sur une large gamme de température. La connaissance du ΔT entre

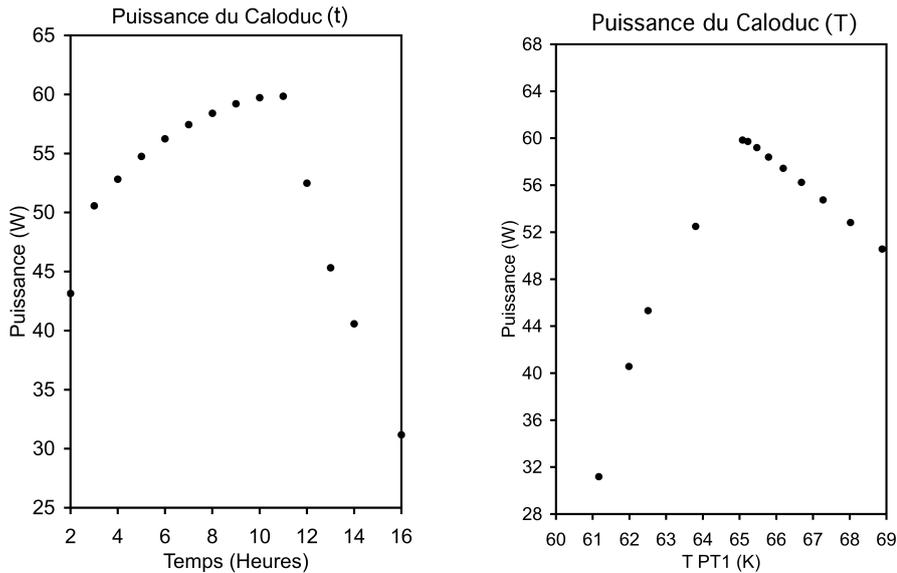


FIG. 4.17: Puissance froide du Caloduc en fonction de T_{PT1} et du temps de refroidissement

le condenseur et le tube à gaz pulsé permet de calculer la puissance froide du caloduc, sachant que nous avons accès à la résistance thermique réelle lorsque l'équilibre thermique est atteint et que les courbes de puissance du tube à gaz pulsé sont utilisables.

La puissance du caloduc *augmente de 10 W* entre la troisième et la onzième heure de refroidissement alors que le tube à gaz pulsé *se refroidit de 69 à 65 K*. Les puissances de 60 W à 65 K et 50 W à 69 K sont plus importantes que celles des courbes de puissance¹³ lorsque le deuxième étage est sous 6 K. Nous constatons que la puissance du caloduc, et donc en partie la puissance du premier étage du tube à gaz pulsé, diminue fortement à partir de 11 heures de refroidissement, lorsque le deuxième étage atteint une trentaine de kelvins.

Il semblerait donc que les performances du premier étage augmentent avec le refroidissement du deuxième étage jusqu'à ce que ce dernier atteigne environ une trentaine de kelvins. Les performances décroissent alors très vite pour atteindre celles que l'on connaît à partir des courbes de puissance. Nous en déduisons que la chaleur de l'écran doit être évacuée par le premier étage avant que le deuxième étage ne se refroidisse sous 30 K, sous peine de voir le temps de refroidissement fortement augmenter.

Ce résultat permet de répondre au problème que nous avons soulevé en comparant le refroidissement de l'écran thermique avec COMO et avec notre montage de thermalisation par tresses directes.

13 – En effet les puissance frigorifiques du premier étage correspondant à 69 à 65 K sont de 28 et 31 W selon les courbes de puissance du premier étage page 52

4.2 Travaux sur le calorimètre

Le développement du nouveau calorimètre a été effectué avec comme objectif de marier rapidité de mise en froid et volume expérimental important. Pour cela il fut impératif d'optimiser la tenue mécanique et la thermalisation du calorimètre afin de réduire au strict nécessaire la masse à refroidir sur le deuxième étage du tube à gaz pulsé. Le calorimètre utilise pour cela différents matériaux dont l'usage réfléchi tire parti de leurs meilleures caractéristiques. La rigidité de l'acier inoxydable est utilisée pour assurer la tenue mécanique de l'enceinte et la conductivité du cuivre assure sa thermalisation.

Le calorimètre du réfrigérateur COMO présente une augmentation de diamètre de 147 à 218 mm en partie basse afin d'offrir un volume expérimental de 200 mm de diamètre à l'intérieur de l'écran thermalisé sur la plaque froide de la dilution. Cet élargissement du calorimètre avait été réalisé à la demande des clients qui souhaitaient disposer d'un volume expérimental conséquent pour réaliser leurs expériences.

Le calorimètre réalisé pendant cette thèse a un diamètre intérieur de 198 mm constant sur 750 mm de long. Un écran de diamètre 180 mm est thermalisé sur l'évaporateur de la dilution. La longueur de cet écran dépend de la distance entre la bride du calorimètre et l'évaporateur. L'augmentation du diamètre du calorimètre autour de la dilution permet d'avoir une bride plus spacieuse et offre un passage aisé autour de la dilution, ce qui ouvre les possibilités d'aménagement du réfrigérateur et le rend de ce fait plus attrayant.

Le diamètre du calorimètre a été légèrement réduit, par rapport au diamètre de 218 mm que le réfrigérateur COMO offre sous la boîte à mélange, afin de limiter pour l'instant les apports de chaleur par rayonnement sur celui-ci. La surface extérieure du nouveau calorimètre est déjà de 5442 cm^2 comparativement à 2360 cm^2 sur COMO.

Nous présentons dans un premier temps les travaux effectués sur la tenue mécanique et la thermalisation du calorimètre. La mise en froid du calorimètre est ensuite étudiée.

4.2.1 Tenue mécanique

4.2.1.1 Bride du calorimètre

La bride du calorimètre est reliée à l'ambiante par des tubes inox permettant le passage des fils, le pompage du gaz d'échange ainsi que le pompage de circulation ^3He de la dilution. Du point de vue de la fiabilité du montage, il paraît nécessaire de réaliser cette bride en inox afin de pouvoir souder TIG les tubes de raccordement.

La bride du calorimètre du réfrigérateur COMO a une masse de 2 Kg pour un diamètre de 166 mm avec un diamètre d'enceinte égal à 147 mm. Pour atteindre 200 mm, il faudrait augmenter le diamètre de bride de 166 à 219 mm. La masse de cette bride serait de 2,6 Kg. Il paraissait donc nécessaire de repenser la fonctionnalité de cette bride afin d'imaginer un design moins lourd.

La bride de COMO a une épaisseur constante de 15 mm car elle doit assurer la fixation des thermalisations avec le tube à gaz pulsé et le transfert du flux de chaleur en provenance de l'enceinte du calorimètre. La bride développée pendant cette thèse a été limitée à assurer les liaisons étanches du calorimètre avec les tubes de connection ainsi que la tenue mécanique de

l'enceinte en partie haute. Le nouveau diamètre de bride est de 230 mm. Le serrage du joint indium de l'enceinte est réalisé par 16 boulons M6.

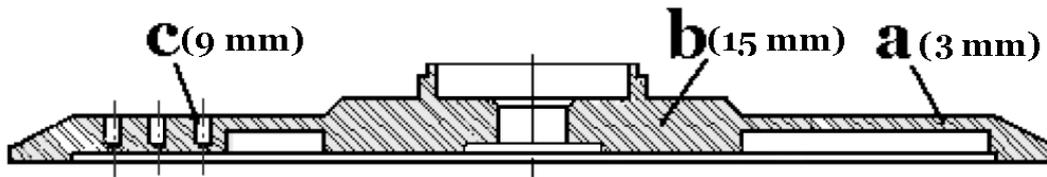


FIG. 4.18: Vue en coupe de la bride du calorimètre

La figure 4.20 présente une coupe de la bride permettant de distinguer les épaisseurs d'inox de ce nouveau design. Le centre de la bride (en "b" sur la coupe) est épais de 15 mm sur $\phi 84$ mm. Dans cette épaisseur sont réalisés les trous taraudés permettant diverses fixations dont celle de la dilution. Entre $\phi 84$ et $\phi 202$ mm, (en "a" sur la coupe) la bride n'est épaisse que de 3 mm et ne permet aucune fixation. Quatre "doigts" (en "c" sur la coupe) ont été laissés en sur-épaisseur de 9 mm et offrent 4 rayons de 4 trous M4 chacun sur la face supérieure de la bride. Sur la figure 4.19 deux photos représentent la bride en cours d'assemblage.

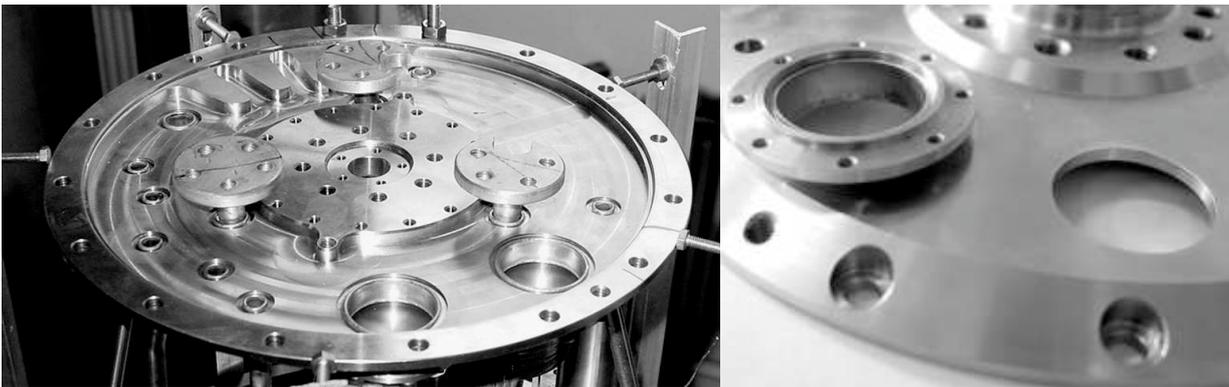


FIG. 4.19: Photo de la bride inox du calorimètre avec ses pieds de thermalisation en cuivre

La bride dispose de 3 passages étanches de diamètre 6 mm et de deux brides à joint indium offrant des ouvertures de 28 mm. Sa masse est de 1,75 Kg.

4.2.1.2 Enceinte du calorimètre

Dans le cas des enceintes cylindriques dont le rapport L/D est inférieur à 10, l'épaisseur ϵ peut se calculer à partir de la pression critique extérieure de flambement des parois, de L , de D , du module de Young E en utilisant l'équation 4.12 suivante.

$$\frac{\epsilon}{D} = 0,7 \left[\frac{P_c L}{E D} \right]^{2/5} \quad (4.12)$$

Cette équation ne comporte pas de coefficient de sécurité.

Dans le cas des enceintes à vide, la pression critique est prise à une atmosphère, soit environ 10^5 Pascal. Pour l'acier inoxydable et l'aluminium, des abaques[12] permettent de déterminer les épaisseurs nécessaires en fonction de la longueur et du diamètre des enceintes. Ces abaques contiennent un facteur de sécurité égal à 3 sur la pression critique de flambement. Ces abaques sont fournis en annexe B page 167. Pour le cuivre et le laiton il n'y a pas d'abaque

disponible. L'équation 4.13 est dérivée de l'équation 4.12 et permet de déterminer l'épaisseur ϵ d'enceinte en cuivre ou laiton avec le même coefficient de sécurité que les abaques mentionnés ci-dessus. Cette équation n'est valable que pour du cuivre non recuit.

$$\frac{\epsilon}{D} = 5,5 \cdot 10^{-3} \left(\frac{L}{D}\right)^{0,4} \quad (4.13)$$

Pour une enceinte à vide de diamètre 200 mm et de longueur 750 mm, les épaisseurs de paroi nécessaires à la tenue mécanique de l'enveloppe sont données en millimètres dans le tableau 4.3. Dans le tableau sont aussi indiquées les épaisseurs de paroi lorsque des nervures sont ajoutées sur le profil de l'enveloppe. Une nervure est à considérer comme un point fixe sur la longueur de flambement. Par exemple, une nervure réalisée au milieu d'une longueur L va réduire d'un facteur 2 la longueur à prendre en compte pour le calcul de résistance au vide. Dans le tableau 4.3, la longueur associée au calcul est notée à côté du nombre de nervures. Les nervures sont soit réalisées par moletage, soit par usinage à partir d'une ébauche creuse.

Nbre nervures/ Matériau	INOX	Aluminium	Cuivre
0 (750 mm)	1,3	2	1,86
1 (375 mm)	1	1,4	1,4
2 (250 mm)	0,9	1,15	1,2
3 (188 mm)	0,8	1	1,1
4 (150 mm)	0,7	0,95	1
5 (125 mm)	0,7	0,9	0,9

TAB. 4.3: Epaisseurs de paroi de l'enveloppe du calorimètre en fonction du matériau et du nombre de nervures

L'acier inoxydable, de par sa rigidité importante, permet de réaliser les enveloppes les plus fines. Le cuivre et l'aluminium ont des rigidités équivalentes et nécessitent des épaisseurs comparables. La réalisation de cinq nervures sur l'enveloppe permet de diviser par deux l'épaisseur de paroi, et donc de diminuer d'un facteur deux la masse à refroidir par le tube à gaz pulsé.



FIG. 4.20: Photo du calorimètre inox et de sa thermalisation cuivre

Dans le cadre de cette thèse, nous avons tout de suite évincé l'aluminium et le cuivre. Nous n'avions pas encore imaginé la possibilité d'usiner l'enveloppe et il était donc nécessaire de la réaliser par mécano-soudage. Dans le cas de l'aluminium, les soudures étanches sont difficiles

à réaliser avec des tôles de faible épaisseur, et dans le cas du cuivre une soudure même TIG recuit en partie l'enveloppe et la rend de ce fait beaucoup moins résistante mécaniquement. L'acier inoxydable est le meilleur candidat pour la réalisation d'un calorimètre mécano-soudé.

Si les moyens permettent de réaliser l'enceinte du calorimètre par usinage à partir d'une ébauche creuse, l'aluminium puis le cuivre sont les meilleurs matériaux. Avec cinq nervures les épaisseurs de paroi sont presque les mêmes et ces matériaux ont l'avantage d'assurer aussi la thermalisation de l'ensemble. Au CRTBT plusieurs enceintes de calorimètre ont été réalisées en aluminium sans que cela ait posé de problème concernant les dilatations différentielles entre la bride en inox et l'enceinte moyennant le respect de certains critères de conception. Les épaisseurs mises en oeuvre pour assurer la tenue mécanique de l'enceinte sont, comme nous allons le voir, bien supérieures aux épaisseurs nécessaires à sa thermalisation.

L'enceinte du calorimètre est réalisée à partir d'une tôle d'inox de 0,8mm roulée et soudée à un fond bombé d'épaisseur 1,5 mm. 4 nervures réalisées par moletage rigidifient l'ensemble¹. L'enceinte et sa bride ont une masse de 3,55 Kg. La figure 4.20 propose des photos de la réalisation de l'enceinte du calorimètre.

4.2.2 Thermalisation

La thermalisation du calorimètre a été conçue en considérant d'une part la phase de pré-refroidissement sous gaz d'échange et d'autre part la phase d'équilibre thermique une fois le gaz d'échange pompé.

Dans un souci de limiter la masse de cuivre à utiliser pour thermaliser le calorimètre, une étude de l'apport de chaleur par rayonnement du calorimètre sur l'écran de l'évaporateur a été menée afin de déterminer la température maximum que pourrait atteindre le calorimètre sans dégrader le fonctionnement de la dilution. Cette étude montre qu'avec une émissivité de 0.1, un écran de diamètre 180 mm, de longueur 750 mm, refroidi à 600 mK, ne reçoit que $100 \mu\text{W}$ lorsque le calorimètre est à 15 K et $500 \mu\text{W}$ lorsque le calorimètre est à 23 K. Ces puissances sont inférieures aux puissances appliquées usuellement sur l'évaporateur pour générer le débit d' ^3He d'un réfrigérateur à dilution. Ce résultat nous a incités à développer un calorimètre qui permettrait le refroidissement à 4 K de la dilution par gaz d'échange, et dont l'enveloppe, légèrement thermalisée, se réchaufferait jusqu'à une vingtaine de Kelvin (23 K pour nos calculs) une fois le gaz d'échange pompé. Pour ce faire, le calorimètre comporte deux voies de thermalisation distinctes permettant de coupler d'une part le gaz d'échange au tube à gaz pulsé, et d'autre part, d'assurer un équilibre thermique de l'enveloppe acceptable lorsque le calorimètre est sous vide. La figure 4.21 présente un schéma de la thermalisation spécifique du calorimètre.

Une bride en cuivre, que nous appellerons "bride centrale" (en "a" sur la figure 4.21) est vissée au centre de la bride du calorimètre et assure la thermalisation de l'enveloppe du calorimètre lorsque celui-ci est sous vide. Le centre de la bride, où est connectée la dilution et où sont disponibles des trous de fixation, est maintenu à 4 K.

¹ – L'espace entre les nervures est de 120 mm. Les deux dernières nervures sont espacées de 150 mm car la moleteuse ne disposait pas de bras suffisamment longs pour réaliser des nervures équidistantes sur toute la longueur de l'enceinte

Le gaz d'échange est refroidi par un dispositif qui lui est spécialement dédié. L'objectif était de lier le gaz d'échange au tube à gaz pulsé sans subir la résistance thermique de la bride en inox. La conductibilité de l'inox diminue en effet d'un facteur 20 entre 60 K et 4 K, et devient 1000 fois moins bonne que celle du cuivre.

Dans notre système, trois barres en cuivre traversent la bride du calorimètre et refroidissent un disque en cuivre situé dans le calorimètre. Ce disque en cuivre d'un diamètre de 180 mm, que nous appelons "plaque 4 K", assure le refroidissement du gaz d'échange lors du prérefroidissement et fournit une plaque de thermalisation efficace à 4 K dans un calorimètre "chaud", une fois le gaz d'échange pompé.

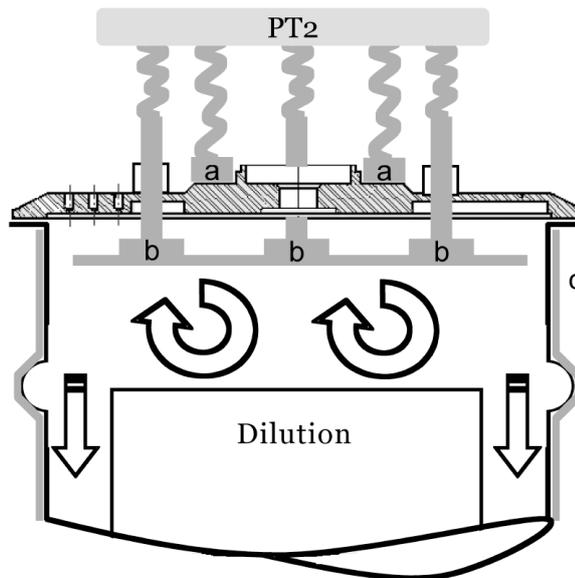


FIG. 4.21: Schéma de la thermalisation du calorimètre. En "a" la bride centrale de thermalisation 4 K, en "b" la plaque 4 K et en "c" la thermalisation de l'enceinte du calorimètre

4.2.2.1 Dimensionnement des liens thermiques PT-Calorimètre

Le calorimètre avec sa dilution comporte 5,7 Kg d'inox (bride, enceinte et échangeur vapeur) et 3,1 Kg de cuivre (dilution, écran évaporateur et thermalisation enceinte).

Les courbes d'enthalpie du cuivre et de l'inox proposées en annexe B page 167 sont données entre 20 K et 300 K. Lors du calcul de la chaleur à évacuer pour prérefroidir le calorimètre de 300 K à 4 K nous avons considéré que le calorimètre avait une enthalpie nulle à 4 K. Cette approximation est possible car à 4 K l'enthalpie contenue dans le cuivre et l'inox est inférieure de plusieurs ordres de grandeur à celle contenue dans ces matériaux à 300 K.

Les enthalpies à considérer sont donc les suivantes :

$$H_{INOX300K} = 111 \text{ J/g}$$

$$H_{CUIVRE300K} = 70 \text{ J/g}$$

La quantité de chaleur à extraire est d'environ 850 KJ. En comptant 10 heures de refroidissement, nous calculons une puissance moyenne de refroidissement égale à 23,6 W. Ce calcul ne prend pas en compte les pertes thermiques par rayonnement et conduction sur le calorimètre. Ces pertes sont moins importantes que dans le cas de l'écran thermique, car le rayonnement

est négligeable. En effet, lors du refroidissement, l'écran et le calorimètre ont des températures proches ; le bilan radiatif est donc presque nul.



FIG. 4.22: Détails de la thermalisation du calorimètre, avec de gauche à droite : la thermalisation centrale de la bride, les connexions magnétoformées et brasées des tresses en cuivre et la thermalisation du disque 4 K

• *thermalisation de la bride centrale*

Le lien est soumis au flux de chaleur causé par les pertes thermiques sur le calorimètre. La charge thermique par conduction dans les tubes inox de connexion entre la bride de l'écran thermique à 80 K et le calorimètre est calculée² à 130 mW.

La puissance rayonnée³ par l'écran thermique à 85 K sur le calorimètre à 4 K est de 150 mW avec une émissivité de 0,1.

La charge thermique sur le calorimètre est calculée à 280 mW, la température du deuxième étage du tube à gaz pulsé correspondante est d'environ 3,6 K.

Une photo du montage réalisé est proposée sur la figure 4.28. La thermalisation du centre de la bride est constituée de deux liens de 13 cm de longueur 5 cm réalisés à partir d'un rond en cuivre de diamètre 14 mm. Ensuite des tresses en cuivre sont utilisées de façon à découpler le calorimètre des vibrations du tube à gaz pulsé. Les tresses sont magnétoformées⁴ puis soudées sur des plots en cuivre de 12 mm de diamètre. Ces plots sont ensuite soudés à l'étain sur une bride prévue à cet effet. Des photos présentent la réalisation de ce raccordement sur la figure 4.23. La bride en cuivre utilise la totalité des 13 trous de diamètre 4 mm disponibles sur la bride du tube à gaz pulsé.

La résistance thermique de contact d'un lien cuivre-Apiezon-cuivre à 3,6 K est d'environ $2,5 \text{ K} \cdot \text{W}^{-1}$. Avec 13 contacts établis avec des vis M4, nous avons estimé la résistance thermique de contact à $0,2 \text{ K} \cdot \text{W}^{-1}$ entre le tube à gaz pulsé et la bride où sont soudés les liens thermiques. Sous un flux de 280 mW, le ΔT est calculé à 0,1 K.

2 – Le calcul de la conduction des tubes de raccordement est donné en fin de chapitre

3 – Cette puissance diminue d'une fraction de mW lorsque le calorimètre est à 20 K.

4 – Il s'agit d'un procédé de mise en forme des matériaux par force de répulsion magnétique. Dans le cas présent, cela nous permet d'écraser des bagues en cuivre sur les tresses afin d'établir un contact avec le mandrin placé au centre. Nous disposons de cet appareillage spécialisé au CRTBT.



FIG. 4.23: Détails du raccordement par soudure étain des liens thermiques sur la bride de thermalisation au tube à gaz pulsé

Nous avons utilisé 40 tresses de $2,5 \text{ mm}^2$, ce qui correspond à une section totale de 1 cm^2 . Nous calculons que ces tresses créent un ΔT de $0,6 \text{ K}$ sous un flux de 280 mW .

En supposant que la température à la jonction entre les ronds en cuivre et les tresses est de $3,6+0,1+0,6=4,3 \text{ K}$, nous calculons que les ronds en cuivre créent un ΔT de $0,1 \text{ K}$.

Le lien thermique constitué par les ronds en cuivre, les tresses et la bride de connexion des liens thermiques est ainsi dimensionné de sorte à avoir une résistance thermique de $2,85 \text{ K.W}^{-1}$ lorsque le tube à gaz pulsé est à $3,6 \text{ K}$, ce qui porte la température de la bride centrale à $4,4 \text{ K}$ lorsque le gaz d'échange sera pompé.

La bride centrale en cuivre est aussi liée thermiquement à la plaque 4 K dans le calorimètre par l'une des barres de thermalisation de cette plaque. Le calcul de la résistance thermique globale n'est pas effectué car cela présente peu d'intérêt.

• *thermalisation de la plaque 4 K*

La plaque 4 K a été thermalisée par trois barres en cuivre de 7 cm de long et $0,9 \text{ mm}$ de diamètre. La thermalisation la plus éloignée du tube à gaz pulsé est refroidie par la bride centrale en cuivre. Les deux autres barres sont refroidies par des tresses en cuivre de section égale à 1 cm^2 et de 8 cm de longueur. La résistance thermique de ce lien est de $3,6 \text{ K.W}^{-1}$ à 300 K et de $4,8 \text{ K.W}^{-1}$ à $3,6 \text{ K}$.

• *Couplage thermique de la plaque 4 K avec le réfrigérateur à dilution*

Le couplage thermique entre la plaque 4 K et le calorimètre est complexe puisqu'il fait intervenir le gaz d'échange comme vecteur de chaleur. La source froide constituée par la plaque 4 K étant en partie haute du calorimètre, l'échange de chaleur par le gaz d'échange peut être de deux natures suivant les conditions du milieu. Soit l'échange est purement conductif à travers le gaz d'échange statique, soit l'échange est un couplage de conduction et de convection naturelle.

La conductivité thermique de l' ^3He ne dépend que très peu de la pression tant que celle-ci reste au dessus de 1 mB . En revanche elle dépend de la température comme cela est repré-

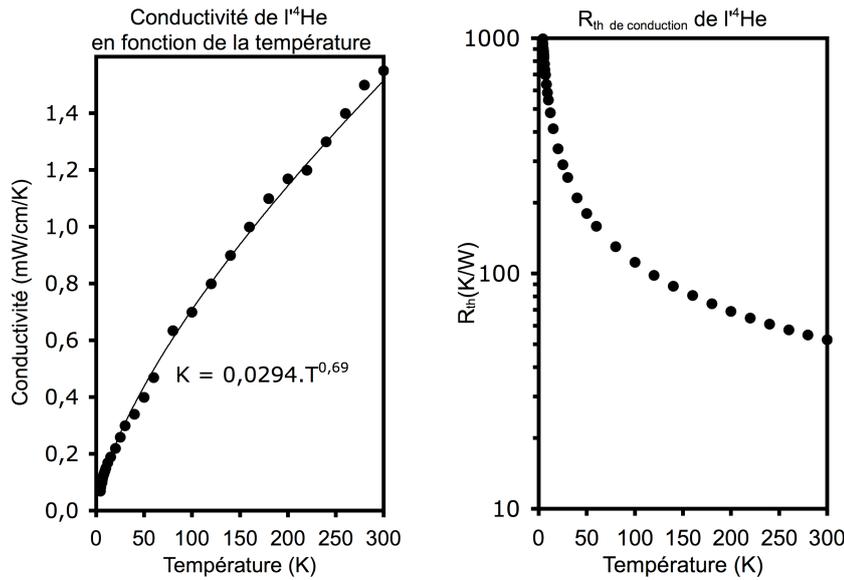


FIG. 4.24: Le graphique de gauche présente la conductivité de l'⁴He à 400 mB en fonction de la température en $\text{mW} \cdot \text{cm}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$. Le graphique de droite représente la résistance thermique entre la plaque 4 K et l'évaporateur en absence de convection

senté sur le graphique de la figure 4.24.

Le diamètre de la plaque 4 K, de 180 mm, est égal au diamètre de la bride vissée sur l'évaporateur. La distance est fixée à 200 mm par les dimensions de l'échangeur JT du réfrigérateur à dilution.

Dans le cas d'un échange purement conductif, la résistance thermique entre la plaque 4 K et l'évaporateur du réfrigérateur à dilution est donnée par la formule 4.14. Une représentation graphique est donnée sur la figure 4.24.

$$R_{th\ gaz} (K/W) = \frac{L}{S \cdot 2,94 \cdot 10^{-5} \cdot T^{0,69}} = 2673 \cdot T^{-0,69} \quad (4.14)$$

L'échange thermique par conduction uniquement donnerait lieu à une très forte résistance thermique. Celle-ci est grandement améliorée lorsque de la convection se crée entre la plaque 4 K froide et l'évaporateur chaud. Il est cependant difficile de calculer précisément l'évolution de la résistance thermique car l'échange par convection dépend de la température et de la pression du gaz ainsi que des dimensions géométriques du système.

4.2.2.2 Gradient de température radial dans la bride inox

Le calcul des gradients de température dans l'enveloppe inox du calorimètre sont effectués en partant de la source froide constituée par la bride centrale "a" visée autour du tube de pompage de la dilution.

Le flux de chaleur considéré⁵ est de 250 mW entre la jonction du joint indium de l'enceinte au diamètre de 200 mm et la bride centrale en cuivre d'un diamètre de 84 mm. L'équation 4.15

⁵ – Nous avons déduit de la charge thermique totale de 280 mW les pertes dues au tube de pompage du calorimètre au centre de la bride

permet de calculer un flux de chaleur \dot{Q} dans un disque d'épaisseur ϵ entre les rayons R_1 à T_1 et R_2 à T_2 .

$$\dot{Q} = \frac{2\pi\epsilon}{\ln \frac{R_2}{R_1}} \int_{T_1}^{T_2} k(T) dT \quad (4.15)$$

Une équation de l'intégrale de conductibilité de l'inox (donnée en annexe B) a été déterminée à partir de valeurs tabulées [14] et permet de résoudre l'équation 4.15 afin de déterminer la température en périphérie de la bride du calorimètre pour un flux de 250 mW. L'épaisseur de la bride est de 3 mm. Nous calculons ainsi que la température de la bride à la jonction avec l'enceinte est de 18 K lorsque la bride centrale est à 4,4 K.

4.2.2.3 Gradient de température dans l'enceinte inox

Le gradient de température dans l'enceinte est calculé à partir de l'équation 4.8 page 84 en prenant la conductibilité de l'inox à 18 K [14] (voir Annexe B).

Le calorimètre est protégé du rayonnement à 85 K par 15 couches de superisolation.

Avec une puissance reçue par rayonnement de 150 mW, l'extrémité de l'enceinte du calorimètre est à 36 K. Il est donc nécessaire de thermaliser l'enceinte avec du cuivre.

Toujours en utilisant l'équation 4.8, nous calculons que la section de cuivre nécessaire à l'établissement d'un gradient de température de 18 à 23 K sur une longueur de 750 mm est de 0,1 cm² en prenant la conductivité du cuivre à 18 K égale à 9 W.cm⁻¹.K⁻¹.

Nous avons réalisé un premier essai de thermalisation en recouvrant l'inox d'une peau en cuivre de 0,05 mm, pour ce faire nous avons utilisé des bandes adhésives en cuivre. La section de cette peau sur un calorimètre de diamètre 201,6 mm est de 0,3 cm². Nous avons ensuite utilisé des barres en cuivre dont section totale égale à 1,8 cm².

4.2.3 Mise en froid du calorimètre

Trois résistances Allen Bradleys 68 Ω ont été étalonnées entre 100 K et 1,4 K afin de mesurer les ΔT aux températures avoisinant 4K. La pression du gaz d'échange est de 400 mB à température ambiante.

4.2.3.1 Températures d'équilibre sous gaz d'échange et sous vide

• Enceinte thermalisée par du ruban adhésif

Nous donnons dans le tableau 4.4 les températures d'équilibre du calorimètre ainsi que les températures du tube à gaz pulsé et de l'écran thermique.

PT ₁	PT ₂	Ecran _{th.}	Dilution	Bride _{centrale}	Plaque 4 K	fond calo
58 K	3,5 K	87 K	4,6 K	3,9 K	4,1 K	5,1 K

TAB. 4.4: Températures d'équilibre du calorimètre sous gaz échange (couplage par plaque gaz)

A partir de la température du deuxième étage du tube à gaz pulsé et des courbes de puissance page 53 nous obtenons que la charge thermique sur le calorimètre est de 250 mW. Ceci

est inférieur à la charge de 280 mW que nous avons calculée. Le calorimètre et la dilution sont refroidis convenablement sous 5 K.

Le graphique de la figure 4.25 présente l'évolution des températures du calorimètre lorsque le gaz d'échange est pompé. Nous constatons que la diminution de la pression du gaz d'échange change l'équilibre thermique du calorimètre. Le réfrigérateur à dilution se trouve découplé de la plaque 4 K mais reste couplé à l'enceinte du calorimètre. Le rapport d'aspect $\frac{L}{S}$ entre l'écran thermalisé sur l'évaporateur et l'enceinte est en effet dix fois plus grand qu'entre la plaque 4 K et l'évaporateur.

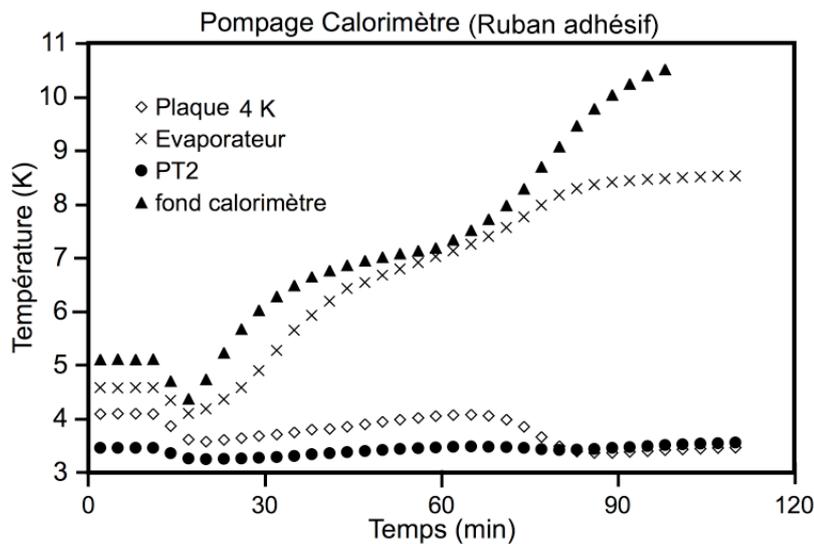


FIG. 4.25: Pompage du calorimètre avec l'enceinte thermalisée par du ruban adhésif en cuivre

La pression descend sous 10^{-4} mB après environ une heure de pompage. L'échange de chaleur par conduction à travers le gaz d'échange est stoppé. Nous le constatons sur les évolutions de température par un réchauffement plus rapide de l'enceinte du calorimètre et la stabilisation de la température de l'évaporateur du réfrigérateur à dilution vers 9 K. La calibration du thermomètre situé au fond du calorimètre n'était plus valable au dessus de 9 K. Ce thermomètre était destiné à vérifier l'homogénéité de la température du calorimètre sous gaz d'échange. Nous n'avons donc pas de mesure de la température d'équilibre du fond du calorimètre sous vide.

Le réchauffement de la dilution pénalise le début de la condensation du mélange car les impédances Z_1 et Z_2 sont très peu passantes du fait que le mélange est gazeux. Nous constaterons cela dans le chapitre consacré à la dilution.

• *Enceinte thermalisée par des barres en cuivre*

Pour pallier à ce réchauffement nous avons amélioré la thermalisation de l'enceinte du calorimètre. Pour cela nous avons remplacé les rubans adhésifs en cuivre par six méplats en cuivre (30×1 mm). Une photo de cette nouvelle thermalisation est proposée sur la figure 4.20 page 101. La section de cuivre a ainsi été multipliée pas 6 et atteint $1,8 \text{ cm}^2$. Le ΔT que nous avons calculé à 5 K pour la thermalisation par adhésif en cuivre est donc ainsi réduit à 0,8 K.

La résistance thermique de cette thermalisation est donc de $5,3 \text{ K.W}^{-1}$. Le graphique de la figure 4.26 présente l'évolution des températures du calorimètre avec la thermalisation de l'enceinte par les méplats en cuivre. Nous constatons que le réchauffement du calorimètre a été le même.

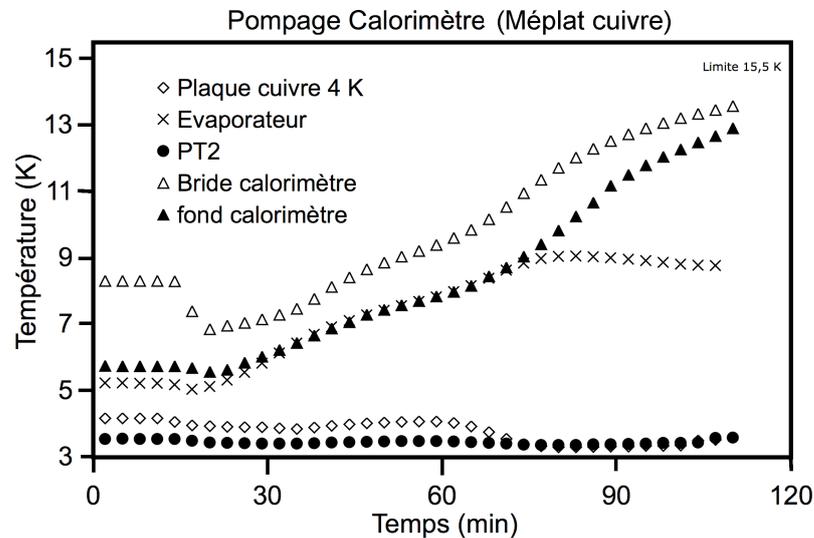


FIG. 4.26: Pompage du calorimètre avec l'enceinte thermalisée avec des méplats en cuivre

Les températures du calorimètre sous vide ainsi que les résistances thermiques de sa thermalisation sont données sur le schéma thermique de la figure 4.27.

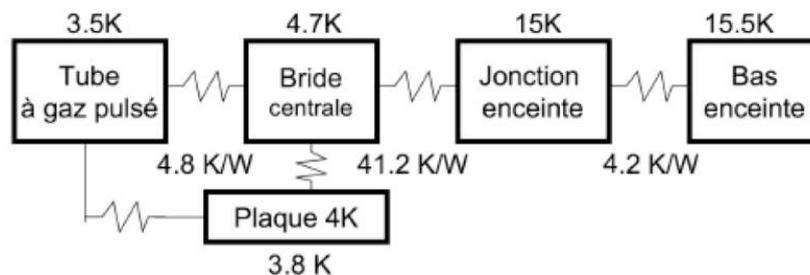


FIG. 4.27: Bilan thermique du calorimètre sous vide, thermalisé par la bride centrale

Nous constatons que la résistance thermique entre le tube à gaz pulsé et la bride centrale de $4,8 \text{ K.W}^{-1}$ est supérieure à la résistance de $2,85 \text{ K.W}^{-1}$ que nous avons calculée. Le contact thermique doit être sous estimé. Nous constatons par ailleurs qu'une partie de la charge thermique totale transite par la plaque 4 K dont la température est supérieure de $0,3 \text{ K}$ à celle du tube à gaz pulsé. Cette diminution du flux dans la bride centrale a néanmoins été négligée lors du calcul des résistances thermiques.

A partir de la charge thermique de 250 mW , nous avons estimé que la charge par conduction était de 130 mW comme nous l'avons calculé et que la charge thermique par rayonnement était donc réduite à 120 mW . A partir de ce flux, la résistance thermique de la thermalisation de l'enceinte par les barres en cuivre est calculée à $4,2 \text{ K.W}^{-1}$. Cette valeur est comparable aux $5,3 \text{ K.W}^{-1}$ que nous avons calculés.

• ***Enceinte thermalisée par des barres en cuivre connectées au tube à gaz pulsé***

Les 6 barres de thermalisation de l'enceinte du calorimètre ont été thermalisées au tube à gaz pulsé en utilisant deux tresses de section $0,9\text{ cm}^2$ de 12 cm de long. Leur résistance thermique est calculée à $2,2\text{ K/W}$ à $3,5\text{ K}$. Ces tresses sont brasées sur deux méplats en cuivre ($15 \times 5\text{ mm}$) qui sont soudés à l'étain aux barres de l'enceinte. La liaison au tube à gaz pulsé est réalisée par deux contacts cuivre-Apiezon-cuivre dont le serrage est effectué par des boulons M8 en cuivre. La résistance thermique de ce contact est de $1,25\text{ K.W}^{-1}$. La pièce permettant le vissage des boulons M8 est vissée sur la bride de connexion des liens thermiques par 6 vis M4. La résistance thermique de ce contact est de $0,8\text{ K.W}^{-1}$ et celle de la bride et de connexion est de $0,2\text{ K.W}^{-1}$. La résistance thermique du lien permettant la thermalisation des barres en cuivre de l'enceinte est ainsi calculée à $4,5\text{ K.W}^{-1}$ à $3,5\text{ K}$. La réalisation de ce montage est représentée en photo sur la figure 4.28.



FIG. 4.28: Détails de la thermalisation de l'enceinte du calorimètre au tube à gaz pulsé

PT_1	PT_2	Ecran _{th.}	Dilution	Bride _{centrale}	Plaque 4 K	fond calo
58 K	3,5 K	85 K	4,5 K	4 K	3,9 K	5 K

TAB. 4.5: Températures d'équilibre du calorimètre sous gaz échange (couplage par plaque gaz et enceinte thermalisée au tube à gaz pulsé)

Les températures du calorimètre à l'équilibre thermique sous gaz d'échange sont données dans le tableau 4.5. Nous constatons que le réfrigérateur à dilution est plus froid car l'enceinte du calorimètre, refroidie par le tube à gaz pulsé, crée une charge thermique moins importante sur celui-ci.

L'évolution des températures du calorimètre lors du pompage du gaz d'échange est donnée par le graphique de la figure 4.29. Le pompage est commencé à la vingtième minute environ. Nous constatons que les températures restent stables pendant la durée de l'abaissement de la pression, ce qui n'était pas le cas dans les essais précédents. A la centième minute, la pression étant descendue sous 10^{-4} mB , nous avons débuté la condensation du mélange, ce qui explique le réchauffement puis le refroidissement à $3,5\text{ K}$ de l'évaporateur. Le fond du calorimètre s'équilibre en dessous de 6 K .

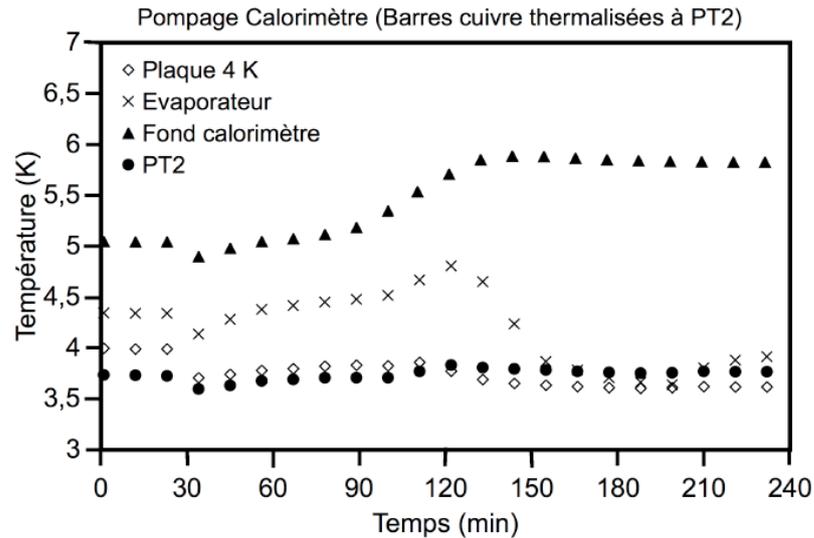


FIG. 4.29: Pompage du calorimètre avec l'enceinte thermalisée avec des méplats en cuivre et connectée thermiquement au tube à gaz pulsé

Les températures mesurées avec le calorimètre sous vide ainsi que les résistances thermiques sont données sur le schéma thermique de la figure 4.30. Il s'agit du montage final permettant de commencer la condensation du mélange $^3\text{He}/^4\text{He}$ rapidement lorsque le gaz d'échange est pompé.

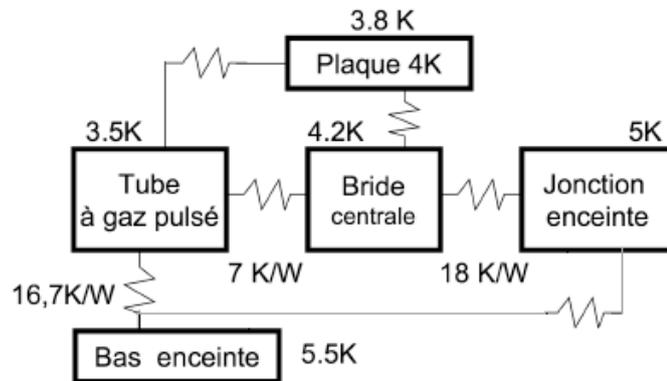


FIG. 4.30: Schéma thermique du calorimètre sous vide avec thermalisation de la bride centrale et de l'enceinte sur le tube à gaz pulsé.

Les résistances thermiques sont établies en supposant que les pertes par conduction sur la bride (130 mW) sont absorbées par la bride centrale et que les pertes par rayonnement sur l'enceinte (120 mW) sont absorbées par le lien thermique entre celle-ci et le tube à gaz pulsé. Nous supposons donc que le flux entre l'enceinte et la bride du calorimètre est nul, ce qui en réalité ne doit pas être le cas.

La résistance thermique de la thermalisation de l'enceinte est de $4,2 \text{ K} \cdot \text{W}^{-1}$ à 15 K. En extrapolant cette résistance thermique à 5 K en tenant compte de la diminution de la conductibilité du cuivre entre 15 et 5 K d'un facteur 3.5, nous calculons que cette résistance thermique devrait être augmentée à $14,7 \text{ K} \cdot \text{W}^{-1}$. Le lien thermique entre l'enceinte et le tube à gaz pulsé est calculé à $4,5 \text{ K} \cdot \text{W}^{-1}$. La résistance thermique entre le tube à gaz pulsé et le bas de l'écran est donc calculée à $19,2 \text{ K} \cdot \text{W}^{-1}$. Nous avons mesuré une résistance de $16,7 \text{ K} \cdot \text{W}^{-1}$. Cette valeur de résistance est plus faible que celle calculée car elle ne prend pas en compte la

résistance thermique entre les barres de thermalisation et la bride du calorimètre sur laquelle est vissé le thermomètre "jonction enceinte".

La résistance thermique du lien entre la bride centrale et le tube à gaz pulsé augmente de 4,8 à 7 K.W⁻¹. Cela s'explique par la diminution de la conductibilité du cuivre entre 4,7 et 4,2 K.

4.2.3.2 Courbes de températures de refroidissement

• Refroidissement par la plaque 4 K seule

Le graphique de la figure 4.31 donne l'évolution des températures du calorimètre dans le cas où le gaz d'échange est refroidi seulement par la plaque 4 K.

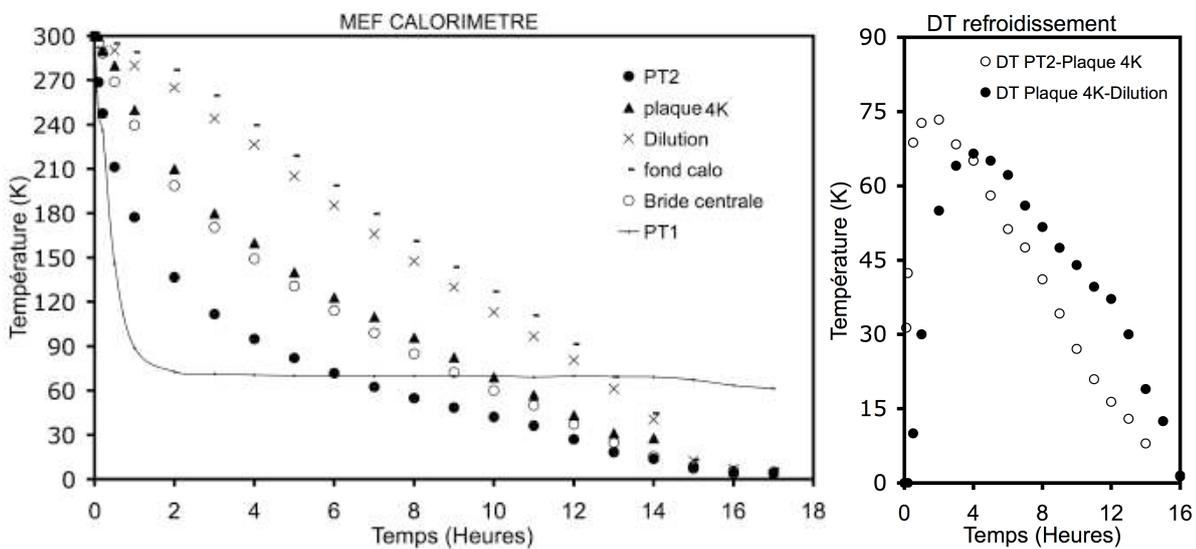


FIG. 4.31: Mise en froid du calorimètre avec refroidissement par la plaque 4 K seule

Nous constatons que le temps de prérefroidissement du calorimètre est de 16 heures. Cette performance est meilleure que celle du réfrigérateur COMO (20 heures) mais reste décevante par rapport à l'objectif de prérefroidir le cryostat en une dizaine d'heures.

Le refroidissement du calorimètre est pénalisé par deux découplages thermiques importants. Le premier est entre la source froide du tube à gaz pulsé et la plaque 4 K de refroidissement du gaz d'échange, et le deuxième est entre la plaque 4 K et le réfrigérateur à dilution. Sur la figure 4.31 est donné un graphique permettant de se rendre compte des écarts de température entre ces trois entités. Nous constatons qu'un refroidissement du calorimètre uniquement fondé sur l'évacuation de la chaleur par le gaz d'échange entraîne de forts gradients de température entre le tube à gaz pulsé et le réfrigérateur. L'écart maximum de température est de 130 K, ce qui est très pénalisant lorsque l'on sait que la puissance frigorifique du tube à gaz pulsé décroît rapidement avec la température.

Il paraît néanmoins possible de limiter le découplage en augmentant significativement la conductance des liens thermiques de la plaque 4 K. Notre montage initial est trop légèrement conçu et la résistance thermique entre la plaque 4 K et le tube à gaz pulsé intervient pour la moitié du découplage total. Nous remarquons que la bride centrale et la plaque 4 K ont la même allure de refroidissement.

• Refroidissement par la plaque 4 K et enceinte thermalisée

La thermalisation de l'enceinte du calorimètre au tube à gaz pulsé améliore les performances de refroidissement du cryostat. Les graphiques de la figure 4.32 présentent les courbes de températures du calorimètre ainsi que les valeurs des découplages thermiques entre le tube à gaz pulsé, la plaque 4 K et le réfrigérateur à dilution.

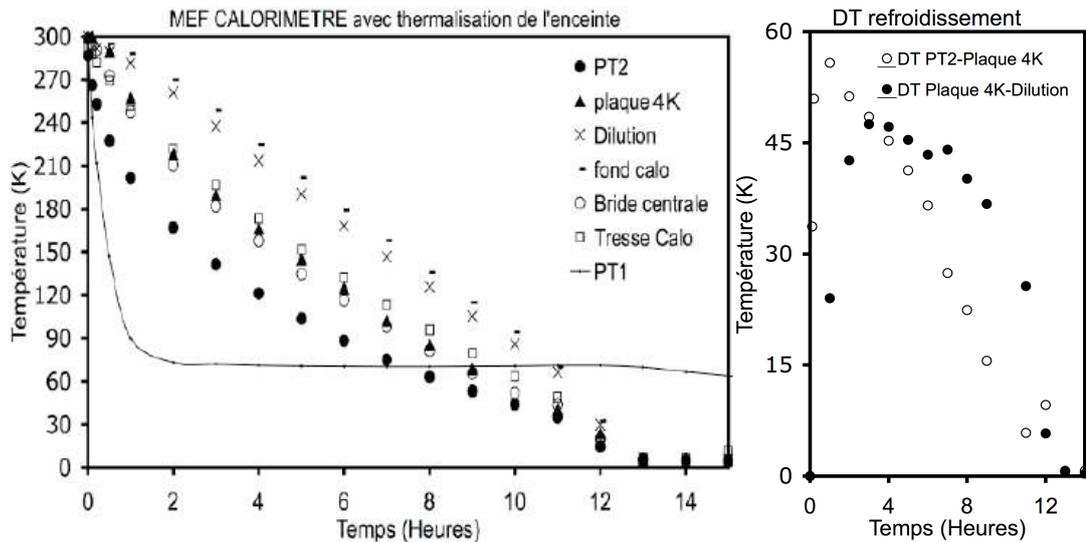


FIG. 4.32: Mise en froid du calorimètre avec refroidissement par la plaque 4 K et par les tresses en cuivre de l'enceinte. Le thermomètre "tresses calo" est placé à la liaison entre les tresses de thermalisation de l'enceinte et le méplat en cuivre soudé aux barres en cuivre de l'enceinte.

Nous constatons que le calorimètre est prérefroidi sous 5 K en environ 13 heures. La thermalisation de l'enceinte du calorimètre a permis de diminuer de près de 20% le temps de mise en froid du cryostat. Le graphique de la figure 4.33 représente la réduction, en pourcentage, des découplages observés lors des mises en froid sans thermalisation de l'enceinte. La comparaison des écarts de température est effectuée sur les deux premiers tiers du refroidissement car ensuite les puissances frigorifiques et la quantité de chaleur restant dans les matériaux ne sont plus du même ordre de grandeur. Nous constatons que les découplages thermiques sont réduits de 30%.

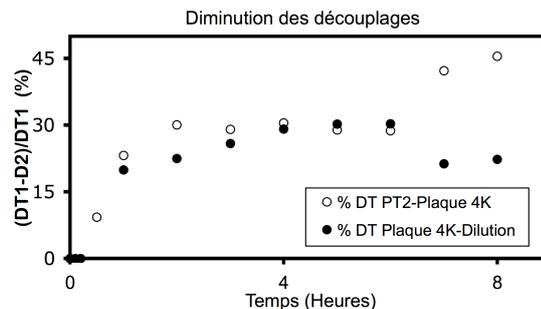


FIG. 4.33: Réduction des découplages thermiques lors du prérefroidissement du calorimètre grâce à la thermalisation du calorimètre

La température des étages du tube à gaz pulsé évolue différemment suivant leur couplage thermique avec les masses à refroidir. Nous nous en rendons de nouveau compte ici en comparant les mises en froid avec et sans thermalisation de l'enceinte du calorimètre à partir des deux graphiques de la figure 4.34.

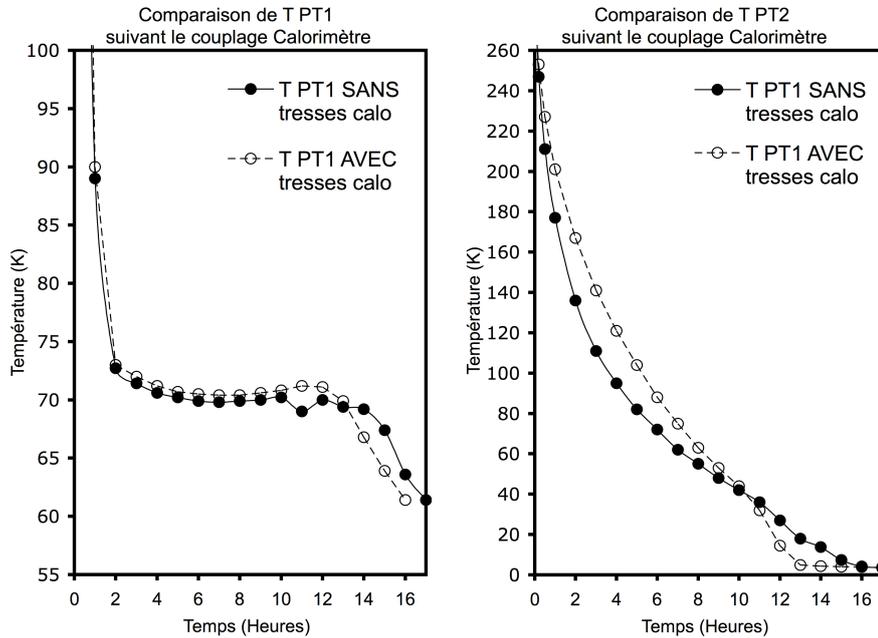


FIG. 4.34: Comparaison des températures des étages du tube à gaz pulsé entre les mises en froid avec et sans tresses de thermalisation sur l'enceinte du calorimètre

L'amélioration du couplage thermique du deuxième étage du tube à gaz pulsé avec le calorimètre a permis d'utiliser ce dernier pour le prérefroidissement sur une gamme de température plus haute, ce qui signifie une augmentation de la puissance froide de réfrigération qui se traduit par un refroidissement plus rapide.

Les performances du premier étage sont améliorées lorsque le deuxième étage fonctionne à des températures plus chaudes. Nous remarquons que le temps de refroidissement de l'écran thermique est diminué d'une heure.

4.3 Tables de dimensionnement du cryostat

Nous proposons ici des calculs permettant de dimensionner l'écran thermique et le calorimètre en fonction des températures d'équilibre du tube à gaz pulsé.

Concernant l'écran thermique, nos calculs sont recalés par rapport aux données du test de l'écran en cuivre superisolé. L'usage commercial du réfrigérateur oriente en effet notre choix vers un écran en cuivre, pouvant disposer, si besoin est, d'une fenêtre en aluminium.

Concernant le calorimètre, les calculs sont recalés à partir des essais effectués avec notre calorimètre d'étude et l'écran aluminium.

4.3.1 Conduction des tubes de connexion au calorimètre entre 300 K et $T_{\text{bride écran}}$

La distance¹ entre la tête du tube à gaz pulsé et le premier étage est de 146 mm.

Les deux réfrigérateurs existants sont munis d'une bride rigide qui surélève le tube à gaz pulsé par rapport à la bride 300 K. Cette bride peut être remplacée par un système de découplage des vibrations. Celui-ci est composé d'un soufflet métallique souple et d'amortisseurs en élastomère. La distance entre la bride 300 K et la bride de l'écran "azote" est donc réduite à 96 mm.

Les deux brides sont liées par 6 tubes en acier inoxydable qui se prolongent jusque sur la bride du calorimètre. Ces tubes assurent la tenue mécanique des différents ensembles entre eux.

De ces 6 tubes nous notons :

- 4 tube coudés ϕ 6/7 mm, L=110 mm pour le passages de fils depuis l'ambiante jusqu'au calorimètre.
- 1 tube coudé ϕ 11/12 mm, L=110 mm pour le pompage du calorimètre.
- 1 tube droit ϕ 87/89 mm L=173 mm assurant le pompage du réfrigérateur à dilution. Ce tube est muni en plus d'un soufflet permettant le découplage thermique et mécanique de cette forte section droite. Les cotes de ce soufflet en développé sont : ϕ 88 mm L=6 cm ep=0,3 mm.

Tube	4 tubes ϕ 6/7	1 tube ϕ 11/12	1 tubes ϕ 87/89 avec soufflet
Charge	1,04 W	0,46 W	1,5 W

TAB. 4.6: Charge thermique de conduction entre les brides 300 K et 60 K

Le calcul a été effectué en prenant une température de bride égale à 60 K en négligeant le lien thermique de celle-ci avec le calorimètre. La charge thermique de conduction est donnée pour chaque type de tube dans le tableau 4.6 suivant. Concernant la conduction dans le soufflet et le tube inox 87/89, la conductivité thermique de l'inox ne variant pas beaucoup entre 300 K et 60 K, nous avons calculé le rapport section/longueur pour le tube et le soufflet et nous avons ensuite réalisé le calcul de conduction pour une section moyennée.

La charge thermique par conduction sur la bride de l'écran thermique est de 3 W.

Ces pertes par conduction sont acceptables. Nous pensons néanmoins que si la bride de découplage ne s'avère pas être nécessaire, il serait agréable de disposer de plus d'espace entre

1 – Nous retrouvons les cotes du PT-405 en Annexe A page 165

la bride 300 K et la bride de support de l'écran thermique, notamment pour accéder aux trous de fixation sur le tube à gaz pulsé.

4.3.2 Diamètre de l'écran thermique et charge thermique de rayonnement

A l'équilibre thermique, la charge thermique sur le premier étage est de 17 W. La charge thermique due à la conduction dans les tubes de connexion au calorimètre est de 3 W. 14 W sont ainsi dus au rayonnement à 300 K. La surface de l'écran est de 9860 cm². **Nous calculons une émissivité fictive correspondant à l'écran en cuivre superisolé de 0,031 à 63 K.** Cela diminue de moitié l'émissivité que nous avons calculée pour un écran sans superisolation page 86.

A partir de cette valeur d'émissivité nous avons établi la table 4.35 permettant de déterminer la charge radiative sur l'écran en fonction de son diamètre et de sa température. La longueur de l'écran est prise égale à un mètre.

ϕ	cm	28	30	32	34	36	38	40	42	44
T	K									
50		14,3	15,4	16,6	17,8	19,0	20,2	21,5	22,7	24,0
100		14,1	15,2	16,4	17,6	18,8	20,0	21,2	22,5	23,7

FIG. 4.35: Rayonnement thermique sur l'écran (W) en fonction de son diamètre et de sa température

Nous constatons que la charge thermique ne dépend pas de la température de l'écran quand celle-ci est en dessous de 100 K et qu'il est envisageable d'augmenter le diamètre de l'écran de quelques centimètres sans que la charge sur le tube à gaz pulsé soit trop importante. La table de la figure 4.36 donne la température du premier étage du tube à gaz pulsé en fonction du diamètre de l'écran. Les températures de la machine sont connues à partir des courbes de puissance page 52.

ϕ	cm	28	30	32	34	36	38	40	42	44
T	K	50,0	51,0	52,5	55,5	57,0	58,0	60,5	61,5	63,0

FIG. 4.36: Température (K) du premier étage du tube à gaz pulsé en fonction du diamètre de l'écran thermique d'une longueur de un mètre lorsque le deuxième étage est chargé avec moins de 750 mW

Le premier étage du tube à gaz pulsé peut fonctionner jusqu'à 65 K sans dégrader les performances du deuxième étage. Comme nous allons le voir dans le chapitre suivant, le pré-refroidissement de l'injection d'³He consomme au maximum 3 W sur le premier étage. Le premier étage doit donc être à 61 K lorsque l'équilibre thermique du cryostat est atteint et avant que la condensation n'ait commencé. Cela correspond à une puissance frigorifique de 25 W, ce qui laisse une part de 22 W au rayonnement sur l'écran thermique, une fois les pertes par conduction retranchées. **Le diamètre de l'écran est ainsi limité à 42 cm pour une longueur de 100 cm.**

4.3.3 Conduction des tubes de connexion au calorimètre entre $T_{\text{bride écran}}$ et 4 K

La distance² entre le premier et le deuxième étage est de 188 mm. La distance entre les deux brides est de 200 mm .

Le calorimètre est relié à la bride de l'écran thermique par 6 tubes en acier inoxydable. Ces tubes assurent la tenue mécanique du calorimètre.

De ces 6 tubes nous notons :

- 4 tube coudés ϕ 6/7 mm, L=170 mm pour le passage de fils depuis l'ambiante jusqu'au calorimètre.
- 1 tube coudé ϕ 11/12 mm, L=170 mm pour le pompage du calorimètre.
- 1 tube coudé ϕ 44/45 mm L=173 mm assurant le pompage du réfrigérateur à dilution. Ce tube est muni en plus d'un soufflet permettant le découplage thermique et mécanique de cette importante section. Les cotes de ce soufflet sont : ϕ 44 mm L=16 cm ep=0,1 mm. Le calcul ne prend en compte que le soufflet ; le reste du tube de pompage peut donc être d'une épaisseur importante.

Nous avons effectué le calcul pour différentes températures de bride d'écran. La température de la bride du calorimètre importe peu dans ce calcul, elle est donc fixée à 4 K. Les résultats sont donnés dans le tableau 4.37 suivant :

$T_{\text{Bride écran}} \text{ (K)}$	50	55	60	65	70	75	80
4 tubes 6*7	24	30	36	43	51	60	69
tube 11*12	11	13	16	19	23	27	31
soufflet	10	13	15	18	22	25	29
Charge _{Total} (mW)	45	56	68	81	96	112	130

FIG. 4.37: Charge thermique de conduction (mW) sur la bride du calorimètre en fonction de la température de la bride de l'écran thermique

Nous constatons qu'il est important de thermaliser efficacement la bride de l'écran thermique. Entre 90 et 50 K, une centaine de milliwatts environ peut être épargnée. Cela correspond à un écart de température sur le deuxième étage d'environ 250 mK.

Nous pensons que dans le cas d'un écran en cuivre, il serait judicieux de remplacer la bride en inox par une bride en cuivre qui permettrait d'une part de conserver la rigidité des tubes de connexion au calorimètre et d'autre part de réaliser un bon lien thermique avec l'écran. Ce dernier pourrait être bridé sur la bride avec des écrous de diamètre M6 en laiton afin d'assurer un serrage optimum. Les tresses en cuivre de découplage peuvent être réduites à moins de 5 cm de longueur. Cela paraît amplement suffisant pour permettre un bon découplage des vibrations.

4.3.4 Rayonnement sur le calorimètre en fonction de son diamètre et de $T_{\text{écran}}$

Nous donnons ici une table permettant de calculer la charge thermique par rayonnement sur le calorimètre en fonction de son diamètre et en fonction de la température de l'écran thermique.

A l'équilibre thermique, la température du deuxième étage du tube à gaz pulsé est de 3,5 K. Cela correspond à une puissance frigorifique de 250 mW. La bride de l'écran thermique est thermalisée à 79 K. La charge thermique due à la conduction dans les tubes inox est donc d'environ 125 mW. Nous en déduisons que la charge thermique due au rayonnement de l'écran à 82 K (au plus chaud) est de $250-125=125$ mW. La surface du calorimètre est de 5442 cm^2 . Comme dans le cas de l'écran thermique, nous pouvons calculer une valeur de l'émissivité du calorimètre superisolé. **Nous calculons une émissivité pour le calorimètre en inox superisolé de 0,09 à 5 K. Cela correspond à l'émissivité de l'inox sans superisolation.**

Le diamètre du calorimètre est limité par celui de l'écran thermique. La bride du calorimètre a un diamètre plus important de 30 mm. Le diamètre du calorimètre est ainsi limité à 38 cm.

ϕ cm	16	18	20	22	24	26	28	30	32	34	36	38
T K												
50	14	15	17	19	21	23	25	28	30	32	34	36
55	20	23	25	28	31	34	37	40	43	47	50	53
60	28	32	36	40	44	48	53	57	62	66	71	75
65	39	44	50	55	61	67	73	79	85	91	97	104
70	52	59	67	74	82	90	98	106	114	122	131	140
75	69	78	88	98	108	118	129	139	150	161	173	184
80	89	101	114	127	140	153	167	180	195	209	224	238
85	113	129	145	161	178	195	212	230	248	266	285	304
90	142	162	182	203	224	245	267	289	312	335	358	382
95	177	201	226	252	278	304	331	359	387	415	445	474
100	217	247	278	309	341	373	407	440	475	510	546	582

FIG. 4.38: Charge thermique par rayonnement (mW) sur le calorimètre de longueur 75 cm, en fonction de son diamètre et de la température de l'écran thermique

Nous constatons que la température de l'écran thermique peut être jusqu'à 85 ou 90 K sans que la charge thermique sur le calorimètre soit démesurée. A ces températures, le deuxième étage du tube à gaz pulsé reste sous 4,2 K même lorsque le calorimètre a un diamètre de 38 cm sur une longueur de 75 cm. L'écran en aluminium a été dimensionné de façon à atteindre au maximum des températures de cet ordre.

Il est envisageable de refroidir des calorimètres de fort diamètre. Lors de telles conceptions, il se poserait alors le problème du temps de prérefroidissement. Sur de gros cryostats la solution adoptée et de doter la bride de l'écran thermique et celle du calorimètre d'une circulation d'azote liquide permettant de refroidir rapidement le cryostat vers 80 K.

4.3.5 Epaisseur de tôle d'un écran thermique en cuivre en fonction de sa température et de son diamètre

Nous donnons ici deux tables permettant de calculer l'épaisseur de tôle d'un écran en cuivre de un mètre de longueur dont l'émissivité serait celle que nous avons mesurée ($\epsilon=0,031$) pour différents gradients de température. La table est donnée pour un ΔT de 5 K avec le tube à gaz pulsé. Le calcul est effectué à partir de l'équation 4.8 page 84. La conductivité du cuivre est prise au plus pessimiste en la calculant à la température la plus chaude de l'écran.

ϕ cm	28	30	32	34	36	38	40	42
T K								
60	0,91	1,15	1,86	-	-	-	-	-
65	0,49	0,55	0,67	1,13	1,70	2,59	-	-
70	0,35	0,38	0,43	0,57	0,68	0,79	1,23	1,59
75	0,28	0,29	0,32	0,39	0,44	0,48	0,61	0,69
80	0,23	0,24	0,26	0,30	0,33	0,35	0,42	0,45
85	0,20	0,21	0,22	0,25	0,27	0,28	0,32	0,34
90	0,17	0,18	0,19	0,21	0,22	0,24	0,26	0,27

FIG. 4.39: Epaisseur (mm) de tôle d'un écran en cuivre de longueur 1 m en fonction de son diamètre et de sa température maximum admissible. Le ΔT entre le haut de l'écran et le premier étage du tube à gaz pulsé est pris égal à 5 K dans tous les cas.

Nous constatons que l'épaisseur d'un écran thermique en cuivre est réduite. Il semble très prometteur pour les futures réalisations que l'écran thermique puisse être refroidi en très peu de temps du fait de la réduction de la masse de celui-ci. Nous rappelons que l'épaisseur de l'écran en cuivre testé sur notre cryostat d'étude et utilisé sur le cryostat de COMO, est de 1,2 mm. En conservant un diamètre de 28 cm, l'épaisseur peut être diminuée d'un facteur 6. Il semble par contre peu évident d'arriver à réaliser un écran de dimensions importantes avec une tôle de 200 μm . Une tôle de 0,5 mm peut être utilisée à condition de réaliser quelques nervures de rigidification.

4.4 Conclusion du chapitre "Cryostat d'étude"

Le cryostat d'étude, que nous avons réalisé, a été développé dans le but d'utiliser au mieux les ressources frigorifiques du tube à gaz pulsé. Il permet de prérefroidir en 13 heures un calorimètre de 200 mm de diamètre et 750 mm de longueur comportant un réfrigérateur à dilution. Cette performance est comparable à celle atteinte par Uhlig en 2002 avec un cryostat de plus faibles dimensions. La conception de notre cryostat est donc satisfaisante en ce sens.

- *Nous avons orienté la conception de manière à réduire les quantités de chaleur à évacuer lors du refroidissement du cryostat.* Lors du développement d'un écran thermique en aluminium, un caloduc à azote a été mis en oeuvre de manière à délocaliser la source froide du tube à gaz pulsé au milieu de l'écran, permettant ainsi d'en réduire l'épaisseur. De même, lors de la conception du calorimètre la quantité de chaleur a été minimisée en réalisant la tenue mécanique de l'enceinte avec une enveloppe fine en acier inoxydable et en réalisant sa thermalisation avec du cuivre, tout d'abord en expérimentant un nouveau concept de calorimètre se réchauffant après le pompage du gaz d'échange, puis en thermalisant plus efficacement celui-ci pour les besoins du réfrigérateur à dilution.

- *Nous avons cherché à réduire les résistances thermiques des thermalisations de l'écran et du calorimètre au tube à gaz pulsé,* de manière à ce que celui-ci soit utilisé dès les plus hautes températures. Un écran thermique en cuivre, semblable à celui du réfrigérateur COMO, a été thermalisé par des tresses de cuivre directement connectées au tube à gaz pulsé. La thermalisation du calorimètre a été imaginée de manière à s'affranchir des résistances thermiques importantes de l'acier inoxydable.

A travers nos essais nous avons établi que les performances du premier étage du tube à gaz pulsé s'améliorent avec le refroidissement du deuxième étage jusqu'à une température d'environ 30 K pour ensuite diminuer et atteindre les performances du tube à gaz pulsé que nous connaissons au travers des courbes de puissance établies et proposées dans le second chapitre. Nous avons par ailleurs obtenu une courbe de puissance de 30 à 170 K du premier étage, avec un deuxième étage en dessous de 15 K, démontrant que la puissance du premier étage pouvait approcher 80 W à 300 K.

L'établissement de courbes de puissance du tube à gaz pulsé aux hautes températures paraît nécessaire à la compréhension du fonctionnement de la machine et permettrait de pouvoir en tirer le meilleur parti lors du prérefroidissement du cryostat.

Les essais menés avec un calorimètre à environ 16 K, une fois le gaz d'échange pompé, nous ont montré qu'il était nécessaire de prévoir l'évolution des couplages thermiques pendant le pompage du gaz d'échange afin d'éviter le réchauffement du réfrigérateur à dilution à 9 K. La réalisation d'une enceinte de calorimètre fine et parfaitement thermalisée au tube à gaz pulsé semble être la solution la plus efficace au refroidissement du calorimètre et de son contenu.

Il est envisageable de réduire le temps de mise en froid du cryostat en augmentant drastiquement la conductance des liens thermiques même si cela nécessite d'augmenter la masse de ceux-ci.

RÉFRIGÉRATEUR À DILUTION

L' intégration du réfrigérateur à dilution dans notre cryostat d'étude a exigé de développer un système de condensation adapté à un prérefroidissement par tube à gaz pulsé. Au début de cette thèse, l'objectif était de réaliser la condensation du mélange $^3\text{He}/^4\text{He}$ en une dizaine d'heures. Nos résultats concernant la puissance frigorifique accessible sur les échangeurs du régénérateur du tube à gaz pulsé nous ont permis d'envisager de réduire le temps de condensation à quelques heures, ce qui constitue une performance comparable aux réfrigérateurs à dilution classiques.

Dans ce chapitre nous présentons tout d'abord la conception de l'intégration du réfrigérateur COMO, puis les performances obtenues quant au temps de condensation et aux températures minimales atteintes.

Par la suite nous abordons les travaux que nous avons effectués. En premier lieu, il s'agit de la conception du système de prérefroidissement de l'injection d' ^3He de 300 K à la température de l'évaporateur, avec d'une part le système 300 K-4 K qui constitue la partie spécifiquement adaptée au tube à gaz pulsé, et d'autre part le développement d'un échangeur JT.

Nous décrivons ensuite le système de pompage utilisé ainsi que les moyens mis en oeuvre pour mesurer le débit de circulation. Les performances du système de pompage sont présentées à travers un test de circulation d' ^4He .

Enfin nous donnons les performances que nous avons obtenues quant aux débits de condensation et aux températures atteintes avec un échangeur continu, puis avec le même échangeur continu et deux échangeurs discrets.

Dans ce chapitre nous abordons des notions de mécanique des fluides couplées aux échanges thermiques que nous tenons pour acquises. Il est possible d'obtenir plus d'informations dans des ouvrages spécialisés [23].

5.1 Analyse des performances du réfrigérateur COMO

5.1.1 Description de la ligne d'injection ^3He

5.1.1.1 Prérefroidissement 300 K-4 K

Comme nous l'avons déjà expliqué en présentant la réalisation du cryostat, la conception du réfrigérateur COMO a été adaptée à partir d'un modèle classique de réfrigérateur à bains de fluides cryogéniques.

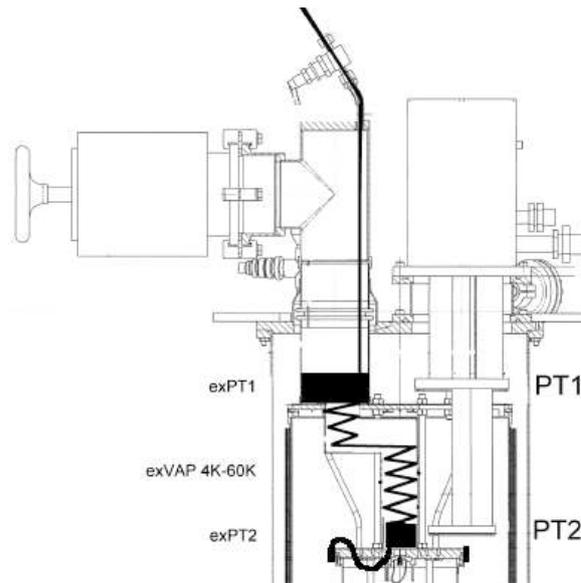


FIG. 5.1: Schématisation de la thermalisation du capillaire d'injection sur le réfrigérateur COMO

Le schéma de la figure 5.1 présente le système de prérefroidissement de l'injection d' ^3He du réfrigérateur. La ligne d'injection 300 K-4 K a été très peu modifiée par rapport au réfrigérateur classique. Le capillaire d'injection en inox (1×1.5 mm) est inséré dans la ligne de pompage du réfrigérateur afin d'utiliser au mieux les vapeurs d' ^3He pour prérefroidir l'injection et de ce fait moins charger les étages du tube à gaz pulsé.

L' ^3He est thermalisé tout d'abord dans les vapeurs d' ^3He entre 300 K et la température de la bride inox à 70 K, puis au contact de la bride de l'écran thermique (2,6 m). Le capillaire est ensuite thermalisé dans les vapeurs d' ^3He entre 70 K et la bride du calorimètre à 4,7 K, et enfin au contact de la bride du calorimètre (2 m). Seul un échangeur, composé d'un capillaire inox ($0,5 \times 0,9$ mm) de 15 m de long, a été ajouté sur la bride du calorimètre afin d'améliorer la thermalisation.

Dans le cas d'un cryostat classique, cette configuration est efficace car les échangeurs situés au niveau des brides, dans le tube de pompage en inox, sont bien thermalisés au contact des fluides cryogéniques environnants. En gardant cette conception avec le tube à gaz pulsé, ces échangeurs se trouvent par contre fortement découplés thermiquement. La bride du calorimètre étant recouverte d'une épaisseur de cuivre, le fait d'ajouter un nouvel échangeur au contact de la bride a permis d'améliorer l'efficacité du montage et d'arriver à condenser le mélange.

5.1.1.2 Echangeur JT

L'échangeur JT du réfrigérateur COMO est représenté en photo sur la figure 5.2. Le tube de pompage est composé d'un tube en inox (15*17 mm) de 1 m de longueur. Ce tube est enroulé en spirale afin de réduire son encombrement à 21 cm. Le capillaire d'injection en inox (1*1,5 mm) d'une longueur de 15 m est doublement enroulé en spirale et inséré dans le tube de pompage.



FIG. 5.2: COMO : Photos de l'échangeur spiralé

Nous avons calculé la conductance du tube de pompage sans le capillaire d'injection à la température de 4,7 K et sous une pression de $5 \cdot 10^{-2}$ mB. Il s'agit de la température d'équilibre de la bride du calorimètre du réfrigérateur COMO et de la pression de pompage d'un évaporateur à 600 mK. *Nous obtenons une conductance égale à $1,3 \text{ L s}^{-1}$.* A titre d'exemple, cela crée une perte de charge de 0,02 mB avec un débit de $100 \mu\text{mole} \cdot \text{s}^{-1}$.

L'impédance Z1 a une valeur de $1,5 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-3}$, ce qui correspond à un débit de $0,6 \text{ cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$ selon les conditions définies page 10.

L'impédance Z2 a une valeur de $1,3 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-3}$, ce qui correspond à un débit de $0,7 \text{ cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$ selon les conditions définies page 10.

5.1.2 Performances du réfrigérateur

Nous présentons ici les essais menés par le CRTBT et l'Air Liquide. Les paramètres d'injection sont ceux ayant permis une condensation optimum. Le système de pompage est composé d'une pompe primaire de $40 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ et d'une pompe turbomoléculaire de $700 \text{ L} \cdot \text{s}^{-1}$ reliée au cryostat par un flexible métallique de 2 mètres en DN100.

5.1.2.1 Condensation du mélange $^3\text{He}/^4\text{He}$

La pompe primaire permet de garder une pression basse en aval des impédances Z1 et Z2 pendant la condensation du mélange.

Avec une pression d'injection de 1,6 bars, le débit de condensation est de $35 \mu\text{mole} \cdot \text{s}^{-1}$. Le réfrigérateur à dilution comporte 4 échangeurs discrets. Le volume de mélange est de 150 L CNTP. Le temps de condensation est de 50 heures. Cette contre performance est le point le plus pénalisant dans la mise froid du réfrigérateur. Cela n'est par contre pas un problème pour les utilisateurs du réfrigérateur qui effectuent des expériences de longue durée aux basses températures. L'autonomie du réfrigérateur et l'absence de fluides cryogéniques sont les principaux atouts de ce réfrigérateur.

5.1.2.2 Courbes de puissance

Nous ne disposons que de deux courbes de puissance mesurées à des débits d' ^3He de 270 et 350 $\mu\text{mole.s}^{-1}$. Lors de ces essais la température de l'évaporateur était de 800 et 850 mK, ce qui est acceptable à ces débits et valide donc le dimensionnement du système de pompage. Les pressions d'injection étaient de l'ordre de 700 mB. Les courbes de puissance sont données sur la figure 5.3. En traits pleins sont représentées les courbes théoriques en $82.\dot{n}.T^2$ correspondant aux débits de 270 et 350 $\mu\text{mole.s}^{-1}$ de circulation d' ^3He .

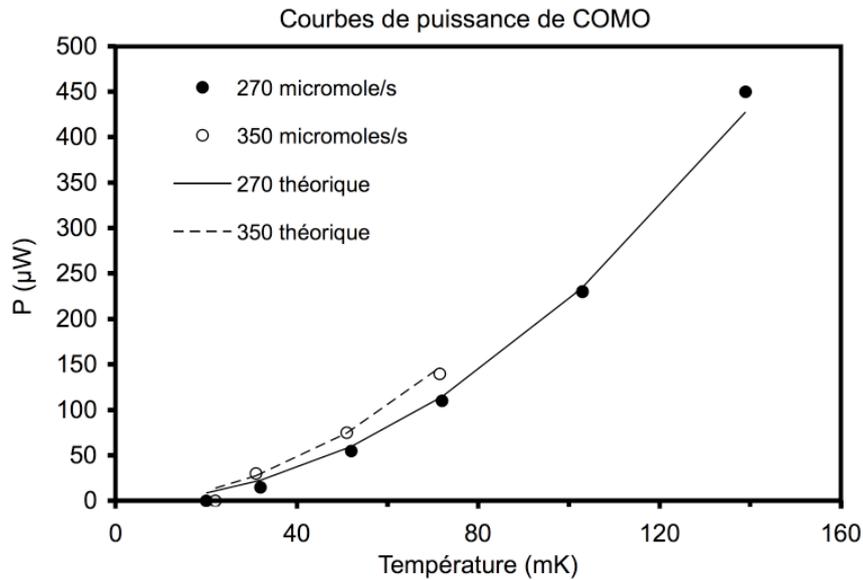


FIG. 5.3: Courbes de puissance du réfrigérateur COMO

La température minimum atteinte est de 8,6 mK. Cette température a été mesurée avec un CMN. La conception du réfrigérateur COMO avait pour objectifs de répondre à la demande du client mais aussi de faire office de démonstrateur en tant que réfrigérateur à dilution prérefroidi par tube à gaz pulsé permettant d'atteindre des températures inférieures à 10 mK. Cet objectif a été atteint.

5.2 Prérefroidissement 300 K - 3,5 K

Le système de prérefroidissement de l'injection d' ^3He entre la température ambiante et la température d'entrée dans l'échangeur JT constitue la partie spécifique de l'intégration d'un réfrigérateur à dilution dans un cryostat prérefroidi par un tube à gaz pulsé. Dans le premier chapitre, nous avons pu voir à travers la revue bibliographique que les échangeurs étaient toujours situés sur les étages des machines frigorifiques. Cela paraît en effet la solution la plus évidente lorsqu'il s'agit de concevoir un système neuf.

Nous présentons ici notre réalisation. Elle a cela de novateur, qu'elle utilise en plus des échangeurs placés sur le régénérateur du deuxième étage du tube à gaz pulsé, dont nous avons mesuré l'efficacité pour la première fois pendant cette thèse. Le système d'injection ainsi conçu permet, comme nous allons le voir, de circuler de l' ^3He à des débits importants tout en gardant une température basse sur le deuxième étage du tube à gaz pulsé.

Nous avons dimensionné les échangeurs à partir des caractéristiques de l' ^4He car les débits maximum sont obtenus lors de la condensation du mélange et dans ce cas le mélange est plus riche en ^4He . A hautes températures, les caractéristiques de l' ^3He sont similaires.

Pour des raisons de fiabilité et de simplicité de mise en oeuvre, nous avons pris le parti de réaliser tous les échangeurs à partir d'enroulements de capillaires thermalisés aux différents étages du tube à gaz pulsé. L'objectif est d'utiliser à terme sur les modèles commerciaux un seul et même capillaire d'injection jusqu'à l'échangeur JT. Le diamètre de capillaire jusqu'alors utilisé comme standard entre 300 K et 4,2 K est un capillaire inox ($1 * 1,5$ mm).

Nous avons choisi de calculer le débit maximum à une pression de 5 bars. Ceci pour deux raisons : cela permet de réduire l'enthalpie de l' ^4He à la température du premier échangeur sur le régénérateur et cela correspond à la pression maximum de refoulement du compresseur sur la ligne d'injection qui nous a permis, comme nous le verrons, d'atteindre les débits de condensation les plus importants. Par ailleurs, les échanges thermiques sont meilleurs avec une haute pression d'injection car le fluide circule à vitesse réduite.

5.2.1 Méthode de calcul des échangeurs

Les notations que nous utilisons pour nommer les échangeurs sur le régénérateur et leur température correspondent à celles déjà employées dans le chapitre 2. Pour plus de clarté, il est possible de se référer au schéma de synthèse 2.14 page 57. Nous appelons par ailleurs PT1 et PT2 les étages du tube à gaz pulsé avec TPT1, TPT2 et PPT1, PPT2 leurs températures et les charges thermiques qu'ils reçoivent.

5.2.1.1 Débit maximum

A l'équilibre thermique de notre cryostat, les températures des deux étages du tube à gaz pulsé sont de 58 K et 3,5 K. La température du premier étage est relativement élevée car nous

sommes obligés de chauffer le condenseur à azote du caloduc utilisé avec un écran en aluminium pour que l'azote ne gèle pas. Dans le cas d'un écran en cuivre la température du premier étage s'équilibre à 50 K.

Nous avons calculé le débit maximum en fonction des performances des échangeurs sur le régénérateur avec une température de deuxième étage comprise entre 3,5 K et 4 K.

Lorsque le deuxième étage du tube à gaz pulsé est entre 3,5 K et 4 K, les puissances des échangeurs EX1 et EX2 sur le régénérateur, données en page 59, sont de 800 mW et 700 mW. Comme nous l'avons constaté, ces puissances ne sont pas cumulatives. En fonction de la répartition de la puissance sur les deux échangeurs, nous savons que la puissance totale est comprise entre 700 mW et 800 mW.

Aux puissances maximum admissibles, la température des échangeurs sur le régénérateur est de 18 K sur EX1 et de 4,8 K sur EX2 .

• *Calcul des charges thermiques sur les échangeurs*

La puissance nécessaire pour refroidir un débit de gaz \dot{n} de T_1 à T_2 se calcule à partir de l'expression 5.1.

$$\dot{Q} (W) = (H_{T_1} - H_{T_2}).\dot{n} \text{ avec } H \text{ en } J.mole^{-1} \text{ et } \dot{n} \text{ en moles} \quad (5.1)$$

A 5 bars, l' 4He est un gaz parfait de 300 K à 60 K.

A partir de l'expression de l'enthalpie pour un gaz parfait, donnée en 1.11 page 14, la puissance dissipée sur un échangeur, à température supérieure à 60 K, peut se calculer à partir de la formule 5.2.

$$\dot{Q} (W) = \frac{5}{2}.R.\Delta T.\dot{n} \text{ avec } \dot{n} \text{ en moles} \quad (5.2)$$

En dessous de 60 K l' 4He n'est plus un gaz parfait et le rapport $PV/RT=\alpha$ n'est plus égal à 1. Des valeurs de α sont tabulées pour l' 4He [8]. Une représentation graphique des valeurs de α est donnée sur la figure 5.4 pour l' 4He à une pression de 5 bars.

En connaissant le rapport PV/RT il est possible de calculer l'enthalpie de l' 4He aux températures inférieures à 60 K. Nous obtenons ainsi l'expression 5.3 permettant de calculer la charge thermique sur les échangeurs situés sur EX1, EX2 et PT2.

$$\dot{Q} (W) = \left(\frac{3 + 2.\alpha_{T_1}}{2}.R.T_1 - \frac{3 + 2.\alpha_{T_2}}{2}.R.T_2 \right).\dot{n} \text{ avec } \dot{n} \text{ en moles} \quad (5.3)$$

• *Charge thermique sur PT1*

Il est nécessaire de connaître la température du premier étage du tube à gaz pulsé en fonction du débit circulé afin de déterminer la charge thermique sur l'échangeur EX1.

D'après l'équation 5.2 la charge sur le premier étage du tube à gaz pulsé, de température T_1 , en fonction du débit est donnée par la formule 5.4.

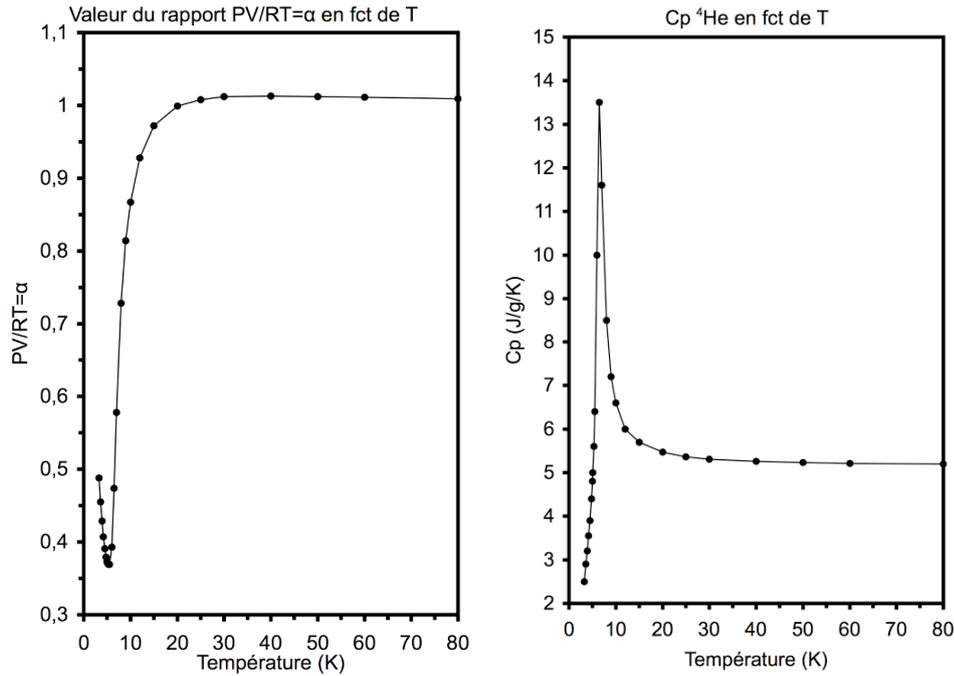


FIG. 5.4: valeurs de $\alpha=PV/RT$ et de C_p pour l' ^4He à une pression de 5 bars [8]

$$\dot{Q}_{PT1} (W) = \frac{5}{2} \cdot R \cdot (300 - T_{PT1}) \cdot \dot{n} \quad \text{avec } \dot{n} \text{ en moles.s}^{-1} \quad (5.4)$$

En utilisant les courbes de puissance du premier étage du tube à gaz pulsé page 52, nous établissons l'équation 5.5 permettant de calculer la température du premier étage en fonction de la charge thermique due au prérefroidissement de l' ^3He et de la température du premier étage à débit nul T_{PT1_0} .

$$T_{PT1} = 1,3 \cdot P_{PT1} + T_{PT1_0} \quad \text{avec } P_{PT1} \text{ en } W \quad (5.5)$$

A partir des équations 5.4 et 5.5, nous avons calculé la température du premier étage du tube à gaz pulsé en fonction du débit de circulation. Nous obtenons ainsi la formule 5.6 pour $T_{PT1_0}=58 \text{ K}$, qui correspond à notre cas d'étude avec l'écran en aluminium, et la formule 5.7 pour $T_{PT1_0}=50 \text{ K}$, qui correspond à l'équilibre thermique d'un écran en cuivre (cas d'une réalisation commerciale).

$$T_{PT1_0} = 58 \text{ K} : \quad T_{PT1} = \frac{-8,95 \cdot 10^6}{\dot{n} + 3,7 \cdot 10^4} + 300 \quad \text{avec } \dot{n} \text{ en } \mu\text{moles.s}^{-1} \quad (5.6)$$

$$T_{PT1_0} = 50 \text{ K} : \quad T_{PT1} = \frac{-9,25 \cdot 10^6}{\dot{n} + 3,7 \cdot 10^4} + 300 \quad \text{avec } \dot{n} \text{ en } \mu\text{moles.s}^{-1} \quad (5.7)$$

Les graphiques de la figure 5.5 donnent la charge thermique sur le premier étage du tube à gaz pulsé ainsi que la température de celui-ci en fonction du débit d' ^4He .

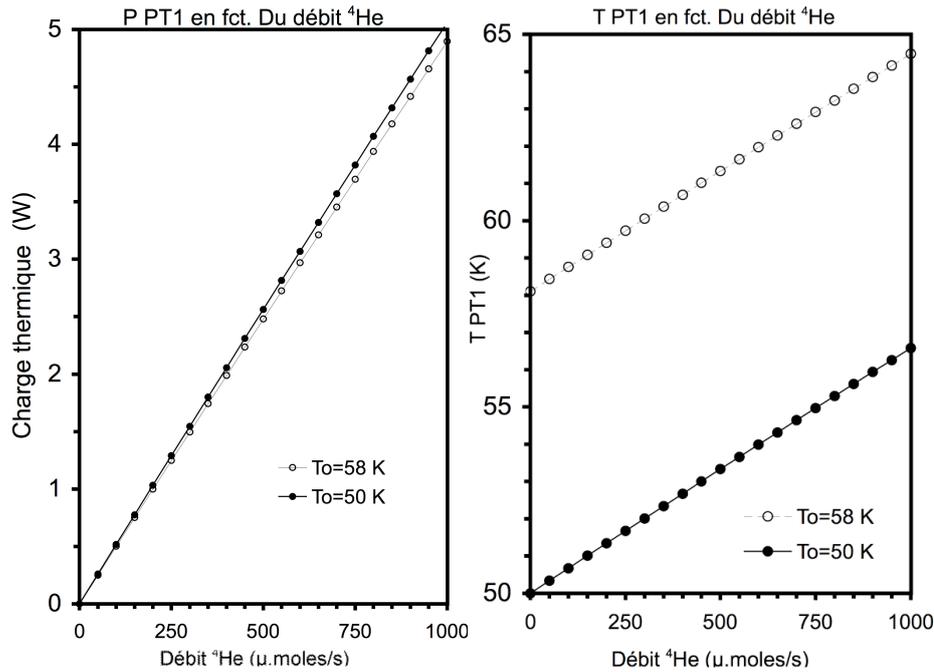


FIG. 5.5: Charge thermique sur le premier étage et sa température en fonction du débit d'⁴He

• Charge thermique sur les échangeurs EX1 et EX2

Au débit de circulation maximum les échangeurs sur le régénérateur sont exploités à pleine puissance. Leurs températures sont de 18 K pour TEX1 et 4,8 K pour TEX2. A partir de l'équation 5.3, nous avons déterminé les charges thermiques sur chaque échangeur (entre TPT1 et 18 K pour EX1 et entre 18 K et 4,8 K pour EX2) en fonction du débit de circulation d'⁴He. Les résultats sont présentés à travers le graphique de la figure 5.6. Nous donnons les charges thermiques sur EX1 pour $T_{PT1_0}=58\text{ K}$ et $T_{PT1_0}=50\text{ K}$.

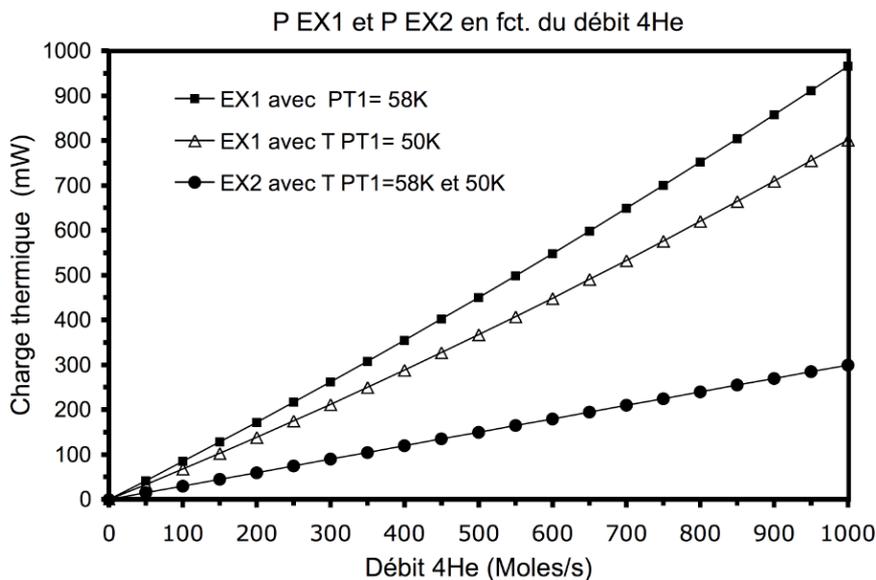


FIG. 5.6: Charge thermique sur l'échangeur EX1 à 18 K et sur l'échangeur EX2 à 4,8 K en fonction du débit d'⁴He

En sommant les charges thermiques appliquées sur EX1 et EX2, nous obtenons que :

Pour un premier étage du tube à gaz pulsé initialement à 58 K, la puissance totale est comprise entre 700 et 800 mW pour des débits compris entre 580 et 660 $\mu\text{moles.s}^{-1}$.

Pour un premier étage du tube à gaz pulsé initialement à 50 K, la puissance totale est comprise entre 700 et 800 mW pour des débits compris entre 660 et 750 $\mu\text{moles.s}^{-1}$.

• **Charge thermique sur PT2**

A partir de l'équation 5.3, nous pouvons calculer la charge thermique (entre 4,8 K et 3,5 K) sur le deuxième étage du tube à gaz pulsé en fonction du débit d' ^4He . Nous obtenons l'expression 5.8.

$$\dot{Q}_{PT2} (W) = 11.10^{-6} \cdot \dot{n} \quad \text{avec } \dot{n} \text{ en } \mu\text{moles.s}^{-1} \quad (5.8)$$

Nous calculons qu'aux débits maximum définis précédemment la charge thermique est inférieure à 10 mW. Le tube à gaz pulsé ne subit donc presque aucune charge thermique et reste ainsi à 3,5 K. Les puissances frigorifiques des échangeurs EX1 et EX2 ne sont donc pas affectées par une éventuelle montée en température du deuxième étage du tube à gaz pulsé. Les débits maximum définis précédemment sont donc confirmés. Nous avons dimensionné les échangeurs de manière à ce que ceux-ci puissent thermaliser correctement de l' ^4He jusqu'à un débit de 700 $\mu\text{moles.s}^{-1}$.

Pour un premier étage initialement à 58 K, la répartition de puissance sur les échangeurs sera de 650 mW sur EX1 et 210 mW sur EX2.

Pour un premier étage initialement à 50 K, la répartition de puissance sur les échangeurs sera de 530 mW sur EX1 et 210 mW sur EX2.

5.2.1.2 Echanges thermiques

Les échangeurs sont de type tubulaire à parois isothermes. Nous avons pris le parti de calculer la longueur des échangeurs par éléments finis de longueur égale à 1 cm et de section S en cm^2 . Le schéma de la figure 5.7 présente le principe de notre calcul.

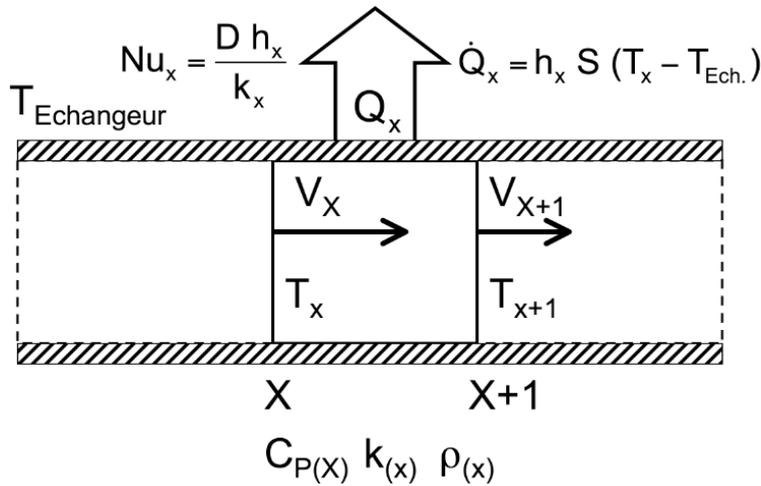


FIG. 5.7: Schéma de principe du calcul par éléments finis de la température dans les échangeurs

Nous calculons les échanges thermiques sur un élément dX à partir des propriétés du fluide à l'abscisse X (Nombre de Nusselt Nu_x , conductibilité thermique de l' ^4He k_x en $\text{W.cm}^{-1}.\text{K}^{-1}$, et coefficient d'échange h_x en $\text{W.cm}^{-2}.\text{K}^{-1}$) et nous en déduisons le flux de chaleur \dot{Q}_x .

Le nombre de Nusselt dépend du régime de l'écoulement que l'on détermine en calculant le nombre de Reynolds (Re). Pour chaque élément DX nous calculons un Re_x défini pour une section circulaire par l'équation 5.9.

$$Re_x = 5,1 \frac{\dot{n}_4}{D \mu_x} \quad (5.9)$$

Avec : D le diamètre de la conduite en cm , \dot{n}_3 le débit d' ^4He en $\mu\text{mole.s}^{-1}$, μ la viscosité dynamique de l' ^4He en μpoises qui est donnée sur la figure 5.10.

Pour des conduites de longueur importante, le nombre de Nusselt en régime laminaire ($Re < 2000$) est constant et égal à 3,65.

En régime turbulent, le nombre de Nusselt se calcule à partir de la formule de Colburn 5.10.

$$Nu = 0,023 * \left(1 + \frac{D^{0,7}}{L}\right) * Re^{0,8} * Pr^{0,33} \quad (5.10)$$

En fonction de la vitesse V_x , calculée à partir du débit massique \dot{m} en g.s^{-1} et de ρ_x en g.cm^{-3} , nous calculons le temps de passage t_x en secondes du fluide dans l'élément dX et nous en déduisons la quantité de chaleur échangée Q_x en joules. Le ΔT_X en kelvins est ensuite calculé à partir de l'expression 5.11 en effectuant le rapport entre la quantité de chaleur échangée

dans une cellule DX et masse $m_x = \rho_x \cdot S \cdot DX$ d' ^4He contenue dans la cellule avec une chaleur spécifique C_{P_x} en $\text{J} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$.

$$\Delta T_X (K) = \frac{Q_x}{C_{P_x} \cdot m_x} \quad (5.11)$$

Nous calculons ensuite $T_{X+1} = T_X - \Delta T_X$ pour effectuer le même calcul en X+1 à la température T_{X+1} .

5.2.2 Thermalisation 300 K - T PT1 : Echangeur sur PT1

Nous avons calculé le profil de température pour un débit de $700 \mu\text{moles} \cdot \text{s}^{-1}$ d' ^4He sous une pression de 5 bars dans l'échangeur situé sur PT1 en fonction de la longueur de capillaire. La température de l'échangeur est déterminée à partir des graphiques de la figure 5.5. Nous avons choisi d'effectuer nos calculs en considérant la température de PT1 la plus froide, c'est à dire celle correspondant au cas d'un écran en cuivre. Cela valide de fait la longueur de capillaire à utiliser à une température de PT1 plus chaude. Nous avons donc une température de PT1 égale à 55 K. L' ^4He est un gaz parfait entre 300 K et 60 K. La chaleur spécifique ^4He C_{P_x} est donc constante et vaut $5,19 \text{ J} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$. Nous avons pris une chaleur spécifique constante jusqu'à 55 K car la variation par rapport au gaz parfait est minime.

Le graphique de la figure 5.8 présente les résultats de nos calculs pour un diamètre de 1 et 1,5 mm.

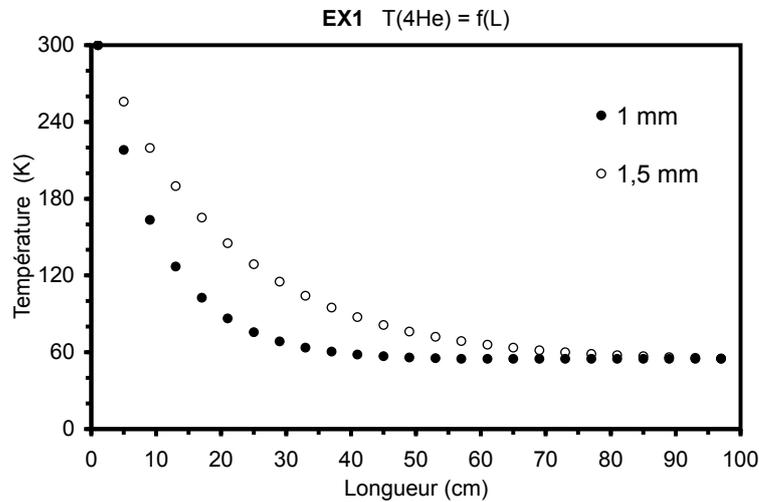


FIG. 5.8: Profils de température de l' ^4He dans l'échangeur situé sur PT1

Nous constatons que la longueur de thermalisation augmente avec le diamètre du capillaire. Cela est dû au fait que pour les petits diamètres l'écoulement est légèrement turbulent ($Re < 5500$), ce qui favorise l'échange thermique gaz/paroi. En augmentant le diamètre, l'écoulement se stabilise et devient laminaire, ce qui limite la qualité de l'échange. Lors du dimensionnement de l'échangeur, le calcul comportait des erreurs, ce qui nous a amené à tester un échangeur de 15 m de long en CuNi(1 * 1,5 mm) offrant une parfaite thermalisation du gaz. Les résultats obtenus après correction du calcul nous montrent qu'une longueur de 60 cm

suffirait. Il faut cependant faire attention ; le calcul est réalisé en supposant que la paroi interne du capillaire est isotherme à 55 K. Dans un cas réel, des gradients de température vont apparaître dans la section du capillaire.

5.2.3 Thermalisation T PT1 - 18 K : Echangeur sur EX1

Nous avons calculé le profil de température pour un débit de $700 \mu\text{moles.s}^{-1}$ d' ^4He sous une pression de 5 bars dans l'échangeur situé sur EX1 en fonction de la longueur de capillaire. La température de l'échangeur est déterminée à partir des graphiques de la figure 5.5. Nous avons choisi d'effectuer nos calculs en considérant la température de PT1 la plus chaude, c'est à dire celle correspondant au cas d'un écran en aluminium. Cela valide de fait la longueur de capillaire à utiliser pour une température de PT1 plus froide. Nous avons donc une température de PT1 égale à 63 K au débit de circulation maximum.

Le graphique de la figure 5.9 présente les résultats de nos calculs pour un diamètre de 1 et 1,5mm.

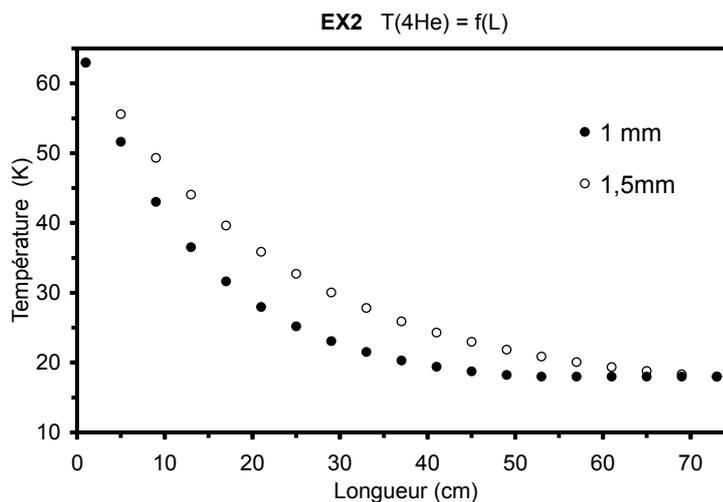


FIG. 5.9: Profils de température de l' ^4He dans l'échangeur situé sur EX1

La turbulence de l'écoulement augmente dans l'échangeur situé sur EX1. Nous avons calculé des nombres de Reynolds de 10000 pour un capillaire de 1 mm et de 7000 pour un capillaire de 1,5 mm. L'échangeur que nous avons réalisé utilise un capillaire CuNi(1 * 1,5 mm) de 5 m de long. Le calcul montre qu'une longueur de 60 cm suffirait en choisissant un capillaire de 1 mm. Nous faisons la même remarque que précédemment et pensons qu'une longueur de 2 m serait en pratique nécessaire pour thermaliser le gaz.

5.2.4 Thermalisation 18 K - 4,8 K : Echangeur sur EX2

Il devient difficile d'effectuer un calcul d'échanges thermiques pour l'échangeur situé sur EX2 car l' ^4He devient diphasique dans cette gamme de températures lorsque la pression d'injection est de 5 bars. Nous avons donc raisonné en termes de puissance de refroidissement.

Sur l'échangeur situé sur EX1, pour une puissance de 650 mW, nous avons calculé une longueur de capillaire de 0,6 à 0,8 m avec du capillaire de 1 et 1,5 mm. L'échange était caractérisé par un Reynolds de 7000 à 10000.

Sur l'échangeur EX2, nous avons calculé que la puissance dissipée sur celui-ci serait de 210 mW, soit un tiers de la puissance dissipée sur EX1. En calculant le Reynolds de l'écoulement à 4,8 K, nous obtenons une valeur de 9600. L'échange thermique est donc équivalent au cas de l'échangeur sur EX1. Qualitativement on peut estimer que la longueur nécessaire à la thermalisation du gaz est de l'ordre de celle calculée pour l'échangeur sur EX1. Dans cette thèse nous avons réalisé un échangeur CuNi(1 * 1,5 mm) de 4 m de longueur.

5.2.5 Thermalisation 4,8 K - 3,5 K : Echangeur sur PT2

Pour ce dernier échangeur, la puissance dissipée est faible et il est donc possible de n'utiliser qu'une faible longueur de capillaire. La puissance échangée est inférieure à 10 mW comme nous l'avons calculé précédemment. Cependant il est important d'avoir une bonne thermalisation à ce niveau, car la température en sortie de cet échangeur conditionne le débit de condensation du mélange. Nous avons utilisé une longueur de 4 m de capillaire de 1 mm de diamètre.

5.2.6 Pertes de charge dans les échangeurs situés sur PT1 et EX1

Pour ces deux échangeurs nous avons calculé les pertes de charge qu'occasionnent les longueurs de capillaire de diamètre 1 mm avec un débit d' ^4He de $700 \mu\text{moles.s}^{-1}$.

Nous avons utilisé l'équation 5.12 permettant de calculer les pertes de charge régulières dans une conduite.

$$\Delta P_x = \frac{1}{2} \rho_x \cdot \lambda_x \cdot \frac{dX}{S} V_x^2 \quad (5.12)$$

Le coefficient de pertes de charge en régime laminaire est donné par l'équation 5.13

$$\lambda_x = \frac{64}{Re_x} \quad (5.13)$$

En régime turbulent, le coefficient de pertes de charge est donné par l'équation 5.14

$$\lambda_x = \frac{0,316}{Re^{1/4}} \quad (5.14)$$

Nous calculons des pertes de charge de quelques mB pour chaque échangeur. Il est donc envisageable d'augmenter les longueurs de thermalisation sans diminuer la pression d'injection. Une mesure de la pression d'injection en amont de l'impédance Z1 nous a permis de vérifier ce calcul. A la précision du manomètre 0-5 bars à aiguille, nous n'avons pas mesuré de pertes de charge sur la ligne d'injection.

5.3 Echangeur Joule-Thomson

5.3.1 Conception de l'échangeur JT

Jusqu'à maintenant les échangeurs JT des réfrigérateurs utilisaient le capillaire d'injection lui-même comme surface d'échange avec les vapeurs d' ^3He . Sur le réfrigérateur COMO, la longueur de capillaire atteint 15 m. Uhlig [25] utilise des longueurs plus courtes de l'ordre de 4 m et utilise le flux d' ^3He sur toute la section du tube de pompage en mettant en forme le capillaire.

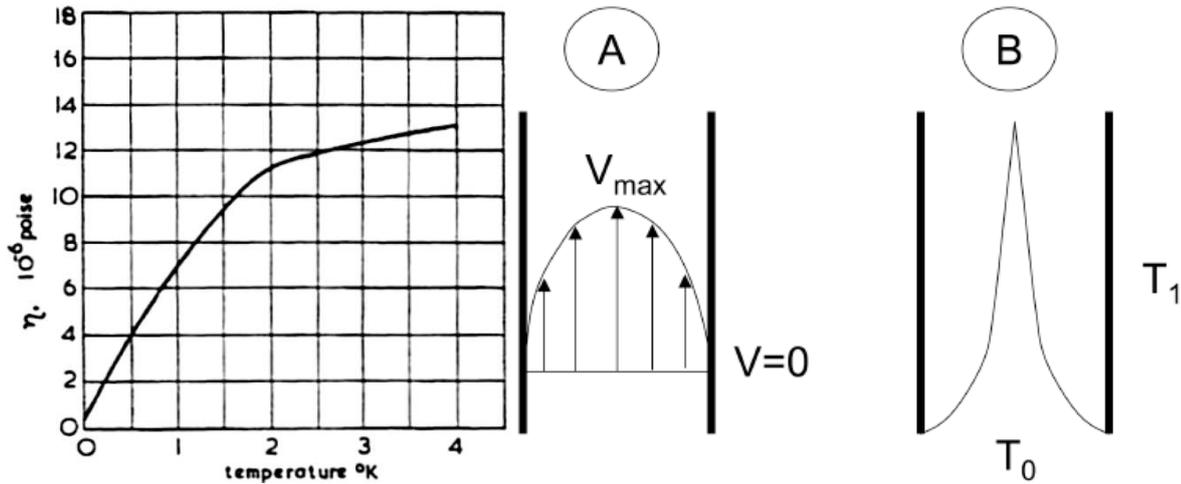


FIG. 5.10: Viscosité des vapeurs d' ^3He et schématisation d'un écoulement et d'un échange de chaleur dans une conduite cylindrique en écoulement laminaire

Aux températures et pressions des vapeurs dans l'échangeur JT, l'écoulement est de type visqueux. Nous avons calculé le nombre de Reynolds en utilisant la formule 5.9 afin de caractériser l'écoulement dans l'échangeur.

Pour une section circulaire, le nombre de Reynolds peut s'écrire selon la formule 5.15 pour de l' ^3He .

$$Re = 3,8 \frac{\dot{n}_3}{D\mu} \quad (5.15)$$

Avec : D le diamètre de la conduite en cm, \dot{n}_3 le débit d' ^3He en $\mu\text{mole}\cdot\text{s}^{-1}$, μ la viscosité dynamique de l' ^3He en μpoises qui est donnée sur la figure 5.10.

Pour une conduite de 1 cm de diamètre à un débit d' ^3He de $700 \mu\text{mole}\cdot\text{s}^{-1}$, le nombre de Reynolds est de l'ordre de 2. L'écoulement est donc laminaire, et en extrapolant cette valeur à des diamètres de 1 mm ou 10 cm, nous constatons que cela est toujours le cas.

Un écoulement laminaire ne permet pas d'effectuer des échanges thermiques efficaces. Nous l'avons constaté en dimensionnant les capillaires d'injection ^3He des échangeurs sur PT1 et EX1. L'écoulement laminaire dans une conduite circulaire, dit écoulement de Poiseuille, a un profil de vitesse parabolique comme cela est schématisé en "A" sur la figure 5.10. La majorité du débit a lieu au centre de la conduite et celui-ci est refroidi par conduction dans l'épaisseur de gaz radiale. Du point de vue thermique, il en résulte le développement d'une couche limite thermique (gradient de température) entre la paroi à T_1 et le fluide à T_0 . Nous

avons schématisé ce phénomène en "B" sur la figure 5.10. La qualité de l'échange thermique décroît peu à peu avec l'augmentation de la couche limite. Lorsque celle-ci atteint le centre de la conduite, la qualité de l'échange thermique se stabilise. Le nombre de Nusselt qui exprime le rapport entre la convection et la conduction dans le fluide est alors égale à 3,65. Cette valeur est celle que nous avons utilisée lors du calcul des échangeurs sur PT1 et EX1.

Afin d'obtenir des échanges thermiques performants, il est nécessaire :

- de réduire la distance entre la surface d'échange et l'endroit où le débit des vapeurs est maximum.
- de créer des perturbations dans l'écoulement afin d'homogénéiser la température des vapeurs et de ce fait obtenir des températures plus froides au contact de la surface d'échange.

Dans cette thèse nous avons conçu un échangeur appliquant ces règles. Nous avons utilisé une surface d'échange rapportée au capillaire d'injection. Cela nous a permis d'effectuer un montage dimensionnable. Des photos de notre échangeur sont présentées sur la figure 5.11.



FIG. 5.11: Photos de l'échangeur vapeur type "calibré"

Le schéma de la figure 5.13 donne une vue en coupe de l'échangeur.

Le tube de pompage en inox a un diamètre de 14 mm en entrée et sortie de l'échangeur. La partie du tube au niveau de l'échangeur est réalisée à partir d'un tube inox (44 * 45 mm) de 80 mm de longueur. Celui-ci est séparable en deux et permet l'accès à volonté à l'échangeur. La longueur totale de l'échangeur est réduite à 13 cm.

8 disques en cuivre de diamètre 43 mm et d'épaisseur 5 mm sont insérés dans le tube de pompage. Les disques en cuivre sont solidarisés par une tige filetée M3 en laiton. L'entretoise entre les disques est réalisée par un écrou M3 de 2,4 mm d'épaisseur. La longueur totale de l'échangeur est donc de 57 mm. Le disque le plus froid est maintenu à environ 10 mm de l'élargissement de section du tube de pompage pour permettre l'homogénéisation du flux d'³He et ainsi exploiter la totalité de la section de l'échangeur. Le disque le plus chaud est aussi disposé à une dizaine de millimètres du rétrécissement de section du tube de pompage, cela de façon à limiter la perte de charge.

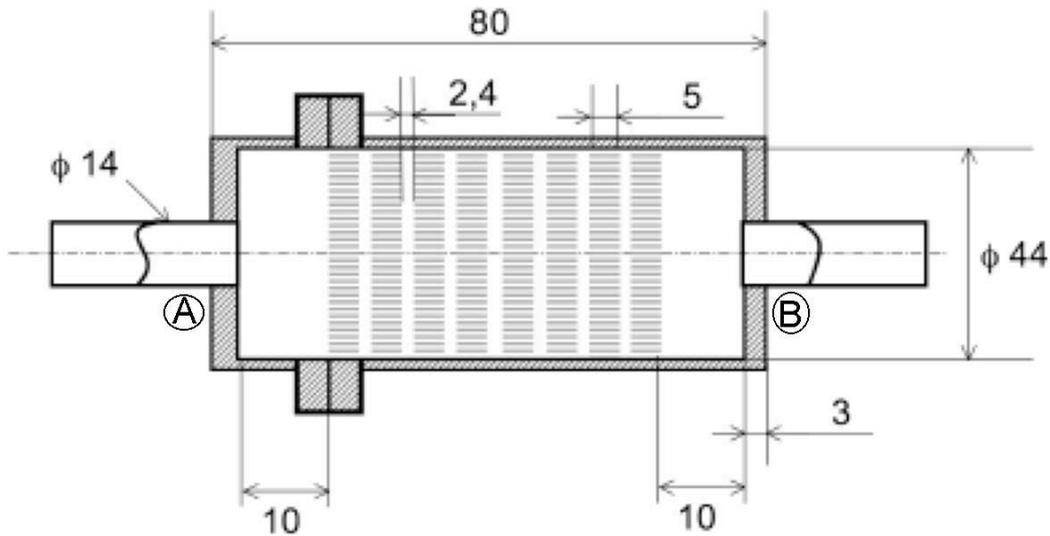


FIG. 5.12: Schéma coté de l'échangeur type "calibré"

Dans chaque disque sont percés¹ 170 trous de 2 mm de diamètre uniformément répartis sur toute la section. La réduction des sections de passage permet de réduire les gradients de température dans l'écoulement. Les disques sont disposés angulairement sur la tige filetée de manière à ce que les trous des disques voisins ne soient pas en regard. Cela permet entre chaque disque de casser la couche limite thermique développée dans la section de chaque trou et ainsi d'homogénéiser la température des vapeurs entre chaque disque.

Un capillaire CuNi ($0,3 * 0,5$ mm) de 4 m de longueur a été utilisé. Ces dimensions sont celles données par Uhlig [25]. Il est difficile de calculer précisément la longueur de capillaire à utiliser du fait que l'³He est condensé partiellement dans celui-ci.

Le capillaire est soudé à l'étain sur le pourtour des disques dans une encoche profonde de 0,7 mm prévue à cet effet. L'étain est supraconducteur à ces températures. Il est préférable de les braser à l'argent. Dans notre cas nous devions pouvoir changer le capillaire si cela s'avérait nécessaire.

5.3.2 Pertes de charge dans l'échangeur JT

La conductance de l'échangeur est calculée à la température d'entrée de l'³He dans l'échangeur², soit 3,5 K, pour différentes pressions de pompage. Nous utilisons les équations définies dans le premier chapitre page 8.

Nous avons effectué le calcul en considérant un tube de 2 mm de diamètre sur une longueur égale à 4 cm correspondant à la somme des huit disques, puis nous avons multiplié la valeur

1 – La réalisation technique de ces disques n'est pas aussi évidente que cela laisse paraître. Les trous sont effectués sur une machine à commande numérique. Il s'est avéré que les forets de 2 mm cassaient avant d'avoir accompli les 170 perçages et abîmaient ensuite la pièce. L'usinage par partie des disques, avec contrôle régulier de l'état du foret, a donc demandé un temps de machine plus important que celui prévu initialement.

2 – En choisissant la température la plus chaude de l'échangeur nous obtenons une valeur minimale de la conductance, ce qui permet de valider la conductance aux températures plus froides pour lesquelles la conductance est supérieure

de conductance obtenue par le nombre de trous de l'échangeur.

Le graphique de la figure 1.4 donne les valeurs de pertes de charge créées par l'échangeur en fonction du débit de circulation d' ^3He en $\mu\text{mole.s}^{-1}$. Les résultats sont donnés aux pressions de vapeur saturante de l'évaporateur lorsque la boîte à mélange est très froide (voir page 7).

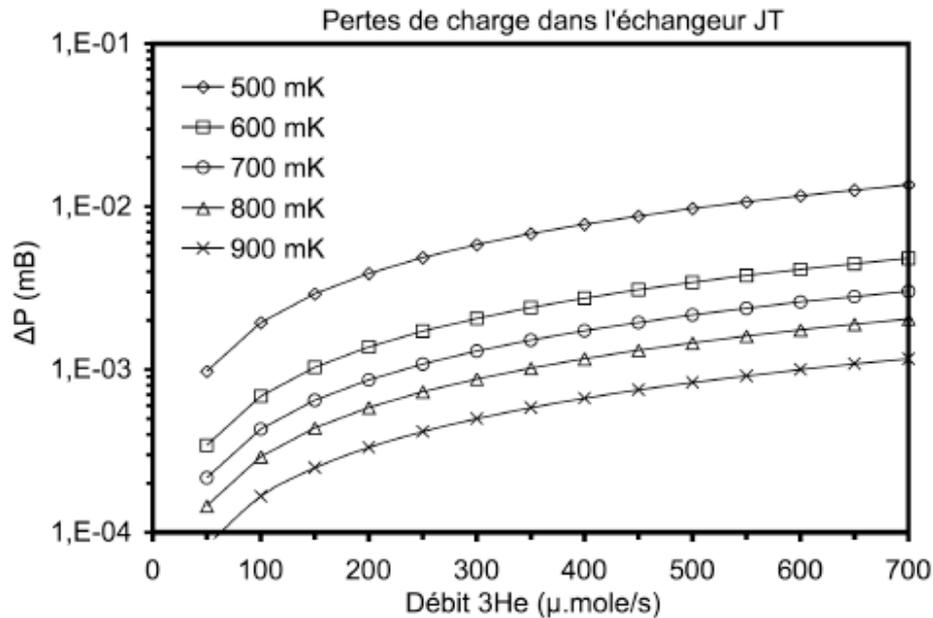


FIG. 5.13: Pertes de charge calculées pour l'échangeur JT en fonction du débit d' ^3He et de la pression de pompage correspondant à différentes températures d'évaporateur

Nous constatons que l'échangeur ne crée que très peu de pertes de charge même à forts débits. En utilisant un groupe de pompage adapté il est donc possible de maintenir l'évaporateur à des températures basses. Ce calcul ne prend pas en compte les phénomènes de pertes de charge en entrée et sortie des disques. Nous constaterons que celles-ci s'avèrent être non négligeables.

5.3.3 Conduction thermique dans l'échangeur JT

Il est important de connaître la charge thermique par conduction sur l'évaporateur à travers le tube de pompage de l'échangeur. Cela permettra d'estimer la majeure partie des pertes thermiques et de pouvoir déterminer le débit minimum de circulation du réfrigérateur en fonction des paramètres d'injection et de pompage du réfrigérateur à dilution.

L'échangeur est connecté à la bride du calorimètre qui est à 4,2 K lorsque le gaz d'échange est pompé. Nous considérons que l'évaporateur est à 600 mK.

Les tubes d'entrée et sortie de l'échangeur sont en inox (14×15 mm) d'une longueur de 25 mm chacun. En effectuant le calcul de la charge thermique par conduction sans considérer le tube inox (44×45 mm) de longueur 80 mm nous obtenons une charge thermique de $200 \mu\text{W}$. Ce flux est sur-estimé mais nous pouvons déjà conclure au fait que l'échangeur n'apporte que très peu de chaleur sur l'évaporateur malgré sa faible longueur.

Nous en concluons que les pertes thermiques sur l'évaporateur seront inférieures à $200 \mu\text{W}$.

5.4 Système de pompage

Nous décrivons ici le système de pompage utilisé en détaillant les spécificités d'utilisation des pompes turbomoléculaires. Nous donnons ensuite les valeurs de pertes de charge dans la ligne de pompage entre la sortie de l'échangeur JT et la pompe turbomoléculaire, ce qui nous permettra de calculer la pression de pompage sur l'évaporateur en fonction du débit de circulation d' ^3He .

Enfin, nous présentons les mesures de débit et nous donnons les résultats d'un essai effectué par circulation d' ^4He qui nous a permis de vérifier notre méthode de mesure du débit et de connaître les performances du système de pompage.

5.4.1 Pompage primaire

Le dimensionnement de la pompe primaire est déterminé à partir du débit de circulation maximum supporté par le réfrigérateur ainsi que par le type de pompe secondaire utilisée.

En utilisant une pompe turbomoléculaire il est nécessaire de garder une pression de refoulement inférieure à 2 mB sous peine, non pas de détériorer les performances de pompage comme avec une pompe roots, mais de faire surchauffer la pompe et d'en provoquer l'arrêt et une usure prématurée.

Les performances d'une pompe turbomoléculaire sont indépendantes de la pression de refoulement dans une certaine mesure.

En collaboration avec l'Air Liquide nous utilisons des pompes à palettes Edwards E2M18. Pour de l' ^4He leur caractéristique de pompage est donnée sur la figure 5.14.

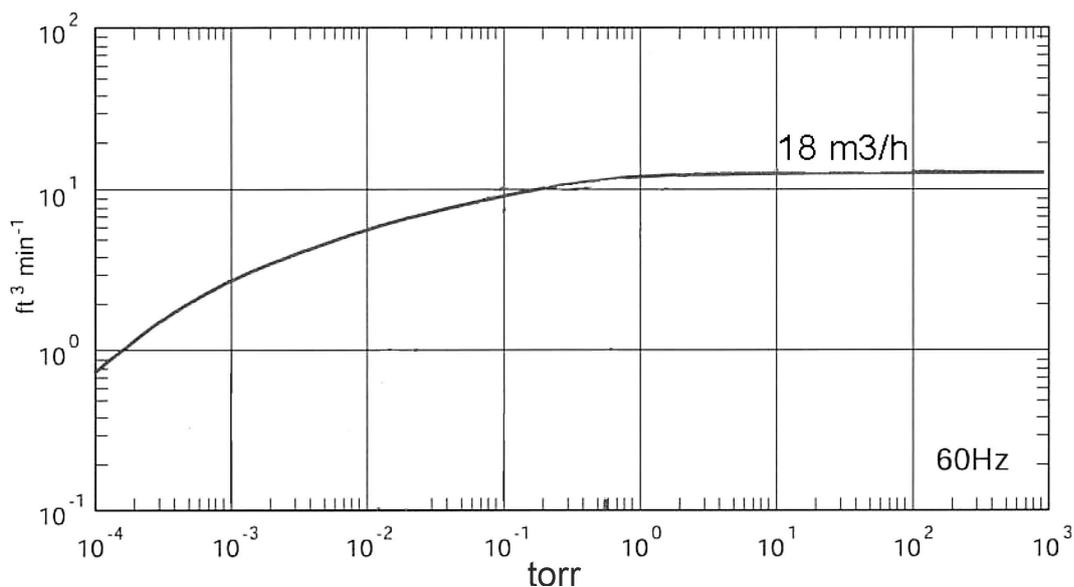


FIG. 5.14: Caractéristiques de la pompe à palettes Edwards E2M18

Pour des pressions supérieures à 1 torr le débit de pompage est constant et égal à $18 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$. Pour notre réfrigérateur le débit de circulation maximum est calculé à $700 \mu\text{mole} \cdot \text{s}^{-1}$. Nous avons calculé qu'en utilisant deux pompes de $18 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ en parallèle la pression de refoulement

ment de la pompe turbomoléculaire sera maintenue à 1,7 mB, ce qui est acceptable pour le fonctionnement de la pompe turbomoléculaire et celui des pompes à palettes. Il est toute fois impératif de refroidir la pompe turbomoléculaire par un système efficace de circulation d'eau.

5.4.2 Pompage secondaire

Pendant cette thèse, nous avons utilisé deux pompes turbomoléculaires Leybold de capacité de pompage différente. A partir des caractéristiques de pompage en $L.s^{-1}$ des pompes nous avons déduit les débits de pompage en $\mu mole.s^{-1}$. Le graphique de la figure 5.15 donne les pressions d'aspiration des pompes Leybold TW300H et TW701 en fonction du débit en $\mu mole.s^{-1}$. Les caractéristiques de pompage d' 4He sont celles données par Leybold et les caractéristiques de pompage d' 3He ont été extrapolées à partir des caractéristiques de pompage d' 4He et d' H_2 .

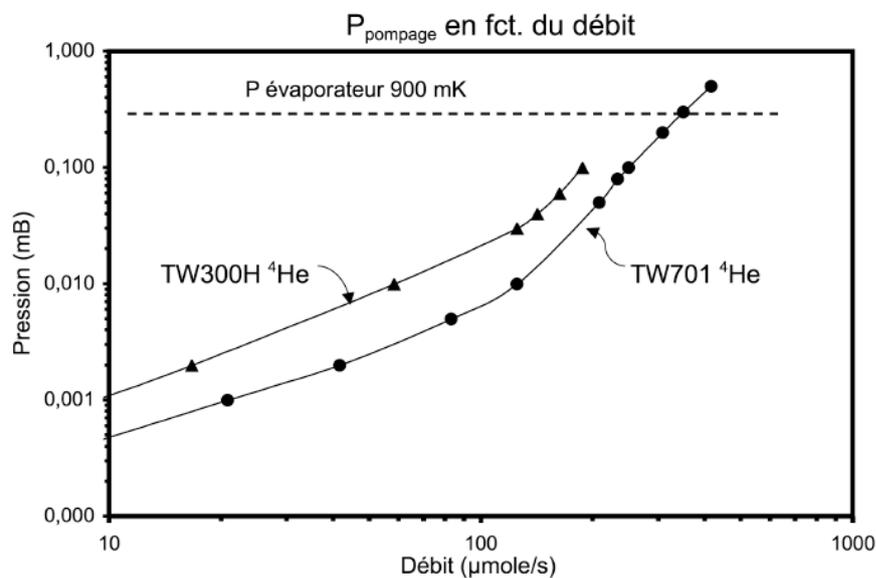


FIG. 5.15: Caractéristiques des pompes turbomoléculaires Leybold TW300H et TW701 pour de l' 4He

Nous constatons que sans pertes de charge dans la ligne de pompage, la pompe TW300H permet de circuler des débits allant jusqu'à $150 \mu mole.s^{-1}$ avec un évaporateur à 900 mK sachant qu'à cette température la proportion d' 4He circulée est de 18 %. Concernant la pompe TW701, celle-ci permet de circuler des débits allant jusqu'à $200 \mu mole.s^{-1}$.

Nous remarquons qu'aux forts débits une pompe turbomoléculaire devient moins efficace qu'une pompe roots. Par ailleurs, le coût et la durée de vie d'une telle pompe font que son usage sur un réfrigérateur à dilution doit être justifié, comme le montage de la pompe sur le cryostat de manière à réduire la section des tubes de pompage à 300 K. Il est sinon préférable d'utiliser une pompe roots dont les performances à forts débits et la longévité ne sont plus à démontrer.

5.4.3 Mesure du débit de circulation

Nous avons mesuré le débit de circulation à partir de la pression sur les pompes primaires. Pour cela, nous avons effectué un étalonnage de la jauge mesurant la pression sur les pompes primaires contre la mesure d'un débit établi à partir de la baisse de pression sur la réserve de mélange $^3\text{He}/^4\text{He}$. Nos mesures sont présentées graphiquement sur la figure 5.16.

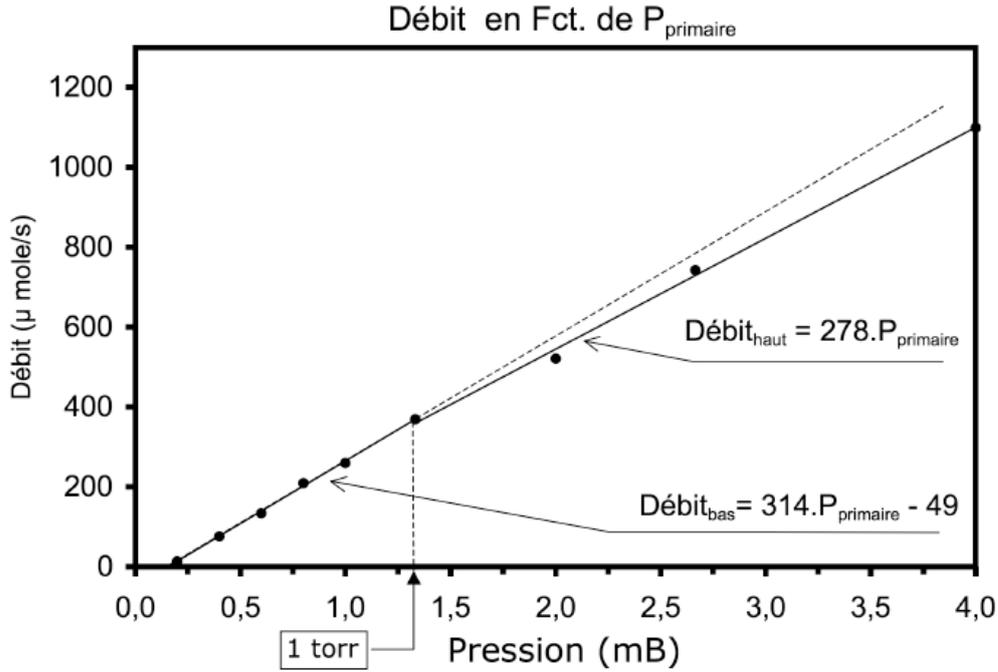


FIG. 5.16: Etalonnage de la jauge de pression Pirani

Nous avons établi deux lois d'étalonnage pour les hauts et les bas débits. Cet étalonnage a été réalisé avec le mélange de la dilution que nous estimons à 25% d' ^3He .

Pour des pressions comprises entre 1,3 mB et 4 mB le calcul du débit s'effectue en utilisant la formule 5.16.

$$\dot{n} (\mu\text{moles.s}^{-1}) = 314.P_{\text{jauge}} - 49 \text{ avec } P_{\text{jauge}} \text{ en mB} \quad (5.16)$$

Pour des pressions comprises entre 0,2 mB et 1,3 mB le calcul du débit s'effectue en utilisant la formule 5.17.

$$\dot{n} (\mu\text{moles.s}^{-1}) = 278.P_{\text{jauge}} \text{ avec } P_{\text{jauge}} \text{ en mB} \quad (5.17)$$

En nous servant de ces deux lois, il est possible de mesurer le débit de circulation entre 14 et 1100 $\mu\text{moles.s}^{-1}$ environ.

5.4.4 Caractérisation du système par circulation d' ^4He

La température de l'évaporateur est mesurée par un thermomètre à résistance de carbone Allen Bradley 47 Ω étalonnée (B47Bleu). Le thermomètre est thermalisé à l'évaporateur sur la bride de connexion avec l'échangeur continu. Une résistance de chauffage de 100 Ω permet d'appliquer de la chaleur sur l'évaporateur.

Le test a consisté à condenser de l' ^4He jusqu'à ce que l'évaporateur soit plein. Nous avons vidangé le capillaire d'injection et pompé celui-ci en connectant l'injection à la ligne de pom-

page. Dans ce contexte, nous avons pu effectuer nos mesures en nous affranchissant des effets de la condensation.

L'essai est mené avec le groupe de pompage composé des deux pompes à palettes fournissant un débit de pompage de $36 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ et la pompe turbomoléculaire Leybold TW701. L'enceinte du calorimètre n'était pas thermalisée et sa température était donc de 16 K environ.

5.4.4.1 Vérification de la mesure du débit

En fonction de la puissance de chauffage appliquée sur l'évaporateur nous avons relevé sa température et noté la pression sur les pompes primaires. Il est ainsi possible de mesurer le débit de deux façons différentes : soit à partir de la jauge Pirani, soit en calculant un débit théorique que l'on obtient à partir de la puissance appliquée et de la chaleur latente [14] de l' ^4He à la température de l'évaporateur. Nous avons pu confronter notre étalonnage de la jauge à une méthode de mesure du débit totalement différente. Nos mesures sont présentées sur le graphique de la figure 5.17.

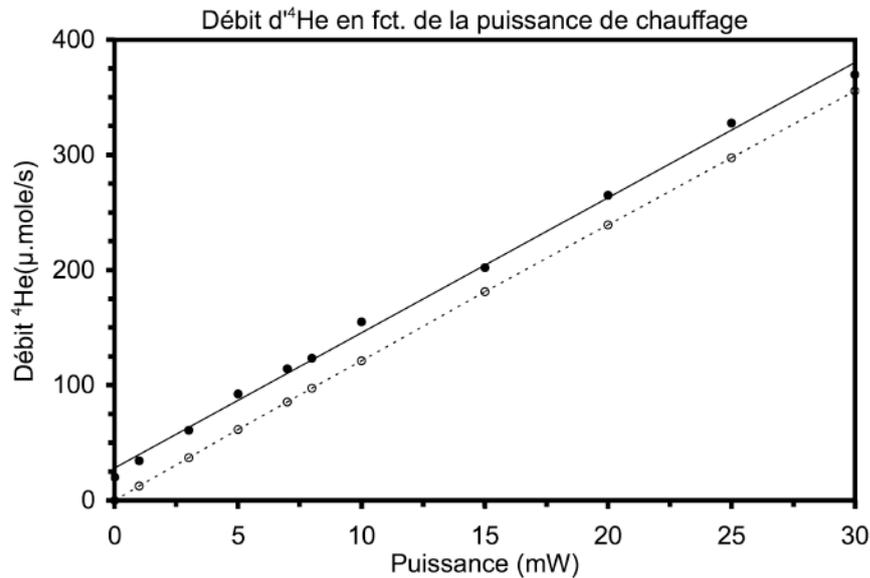


FIG. 5.17: Comparaison du débit mesuré à partir de la pression sur les pompes primaires avec le débit théorique calculé en fonction de la puissance appliquée sur l'évaporateur et de la chaleur latente de l' ^4He à $T_{\text{évaporateur}}$

Nous constatons que les deux mesures du débit sont cohérentes. Le décalage entre les deux mesures provient des pertes thermiques sur l'évaporateur. Ces pertes sont de trois natures : la conduction dans le tube de pompage de l'échangeur (inférieure à $200 \mu\text{W}$), le rayonnement du calorimètre sur l'écran de l'évaporateur ($120 \mu\text{W}$ lorsque le calorimètre est à 16 K) et la conduction par le film superfluide.

Le débit généré par les pertes est de $20 \mu\text{moles} \cdot \text{s}^{-1}$

Le diamètre du diaphragme de l'évaporateur est de 2 mm. A partir de l'équation 1.3 page 7 nous calculons que le débit d' ^4He dû au film superfluide est d'environ $5 \mu\text{moles} \cdot \text{s}^{-1}$. $23 \mu\text{moles} \cdot \text{s}^{-1}$ de débit sont dus aux pertes thermiques par conduction et rayonnement.

La température minimum de l'évaporateur est de 850 mK. A cette température la chaleur latente de l' ^4He est de $78 \text{ J} \cdot \text{mole}^{-1}$. Nous calculons ainsi que la charge thermique sur l'évaporateur est de 1,6 mW. Cette valeur est bien supérieure à celle que nous avons calculée.

Lors d'un même essai avec l'enceinte du calorimètre thermalisée sur le tube à gaz pulsé, le débit était inférieur à celui mesuré ici. La pression sur les pompes primaires était en effet de 0,1 mB, ce qui réduit significativement le débit des pompes. Nous n'avons pas d'étalonnage de la jauge à cette pression, mais nous voyons que celui-ci sera raisonnablement en accord avec les pertes thermiques que nous avons calculées. En régime de dilution, des essais complémentaires avec et sans écran thermique sur l'évaporateur ont permis de mesurer une augmentation de $30 \mu\text{moles.s}^{-1}$ du débit de circulation. Enfin, lorsque l'écran est monté, le débit augmente de $60 \mu\text{moles.s}^{-1}$ quand l'enceinte du calorimètre n'est pas thermalisée au tube à gaz pulsé. Nous pensons que lors de ce test, un contact entre l'écran et l'enceinte apportait une puissance parasite. Celle-ci est faible, car l'écran est muni d'un ruban adhésif en kapton, précisément pour limiter les risques de contact.

5.4.4.2 Pression de pompage sur l'évaporateur

A partir de la température de l'évaporateur nous avons déduit la pression de pompage sur celui-ci à partir des tables de pression de vapeur de l' ^4He . Les graphiques de la figure 5.18 donnent la température de l'évaporateur et les pressions de pompage correspondantes.

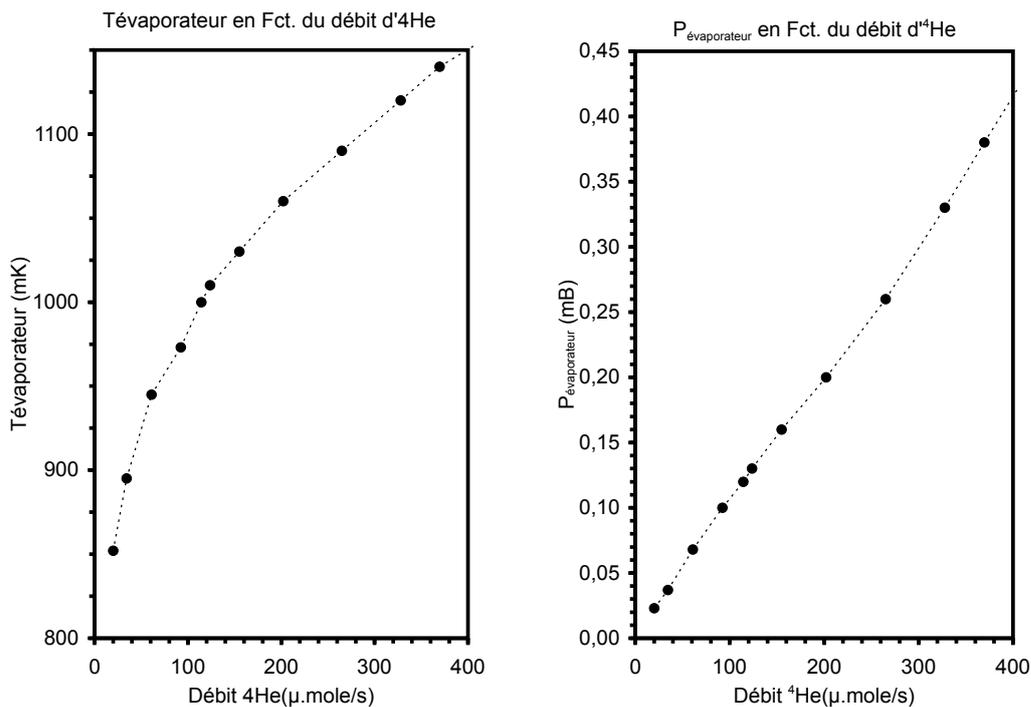


FIG. 5.18: Température de l'évaporateur et pression de pompage en fonction du débit d' ^4He

Nous constatons que la pression de pompage sur l'évaporateur augmente rapidement avec le débit d' ^4He . Cela s'explique par la perte de charge à basse pression, puis par la baisse des performances de la pompe turbomoléculaire.

• Pertes de charge dans la ligne de pompage

Afin de calculer les pertes de charge dans la ligne de pompage nous avons commencé par vérifier nos mesures de pression du banc de pompage aux caractéristiques données par Leybold pour de l' ^4He .

La jauge de pression sur la pompe turbomoléculaire est placée en entrée du banc de pompage. Le tube de pompage entre la prise de pression et la pompe turbomoléculaire est long de 120 cm avec un diamètre de diamètre 100 mm. En calculant et en ajoutant la perte de charge créée par ce tube à la pression de pompage d' ^4He donnée par Leybold nous avons pu comparer cette pression à nos mesures (graphique de la figure 5.19).

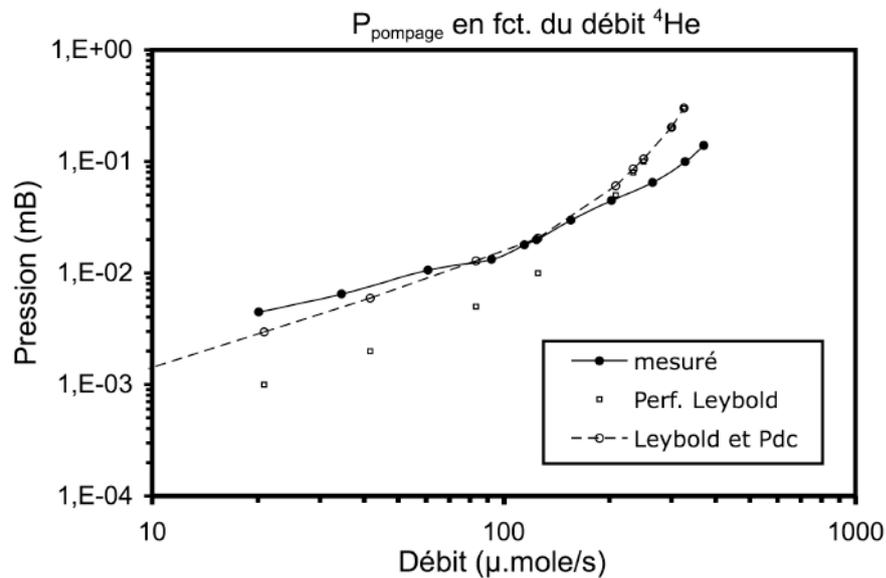


FIG. 5.19: Comparaison de la pression mesurée sur la pompe turbomoléculaire avec les données du constructeur

Nous constatons que nos mesures correspondent aux performances données par Leybold entre 60 et $150 \mu\text{moles.s}^{-1}$ pour des pressions comprises entre 10^{-3} et 5.10^{-2} mB. Lorsque nous ajoutons la perte de charge correspondant à la longueur de tube de pompage dans le banc, nous en concluons que la jauge Pirani est juste dans cette gamme de pression.

Il apparaît en revanche qu'au dessus de 10^{-1} mB la pression mesurée est fautive car elle est inférieure à celle donnée par Leybold à des débits équivalents. A ces pressions, la perte de charge dans la conduite est très faible. Nous avons donc considéré que la pression de pompage du banc était égale, entre 60 et $400 \mu\text{moles.s}^{-1}$, à celle donnée par Leybold, majorée des pertes de charge dans le banc.

A partir de cette pression de pompage recalée, nous avons calculé l'écart de pression entre le banc de pompage et l'évaporateur. Le graphique de la figure 5.20 donne l'évolution de la perte de charge dans la ligne de pompage en fonction du débit de circulation d' ^4He .

Nous constatons que les pertes de charge sont prépondérantes dans la gamme de débits $0-200 \mu\text{moles.s}^{-1}$ et créent une sur-pression de 80 % sur l'évaporateur par rapport à la capacité de pompage de la pompe turbomoléculaire. Cela est néfaste au fonctionnement du réfrigérateur car la température de l'évaporateur sera élevée et le débit d' ^3He circulé sera de ce fait diminué. Par contre nous constatons que les pertes de charge ne sont pas responsables des

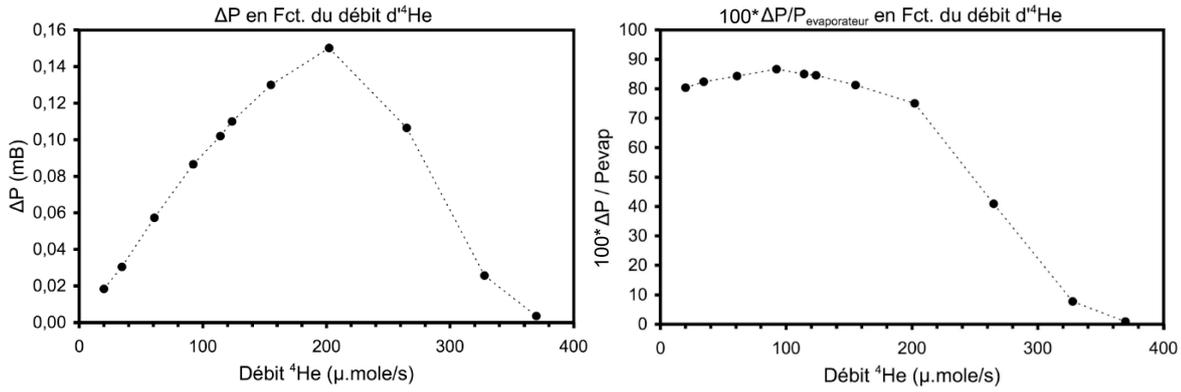


FIG. 5.20: Pertes de charge entre le banc de pompage et l'évaporateur en fonction du débit d' ^4He

hautes pressions aux forts débits et que cela est dû à la pompe turbomoléculaire qui atteint ses limites.

Nous concluons que la conductance de l'échangeur JT réalisé est insuffisante. Cela peut être facilement remédié car nous verrons par la suite que l'efficacité de l'échangeur est très bonne et qu'il est donc envisageable de diminuer l'échange thermique au profit de la conductance. La figure 5.21 montre l'effet d'une réduction de la perte de charge par un facteur deux ou trois, sur la température de l'évaporateur. Des tests complémentaires d'ajustement de l'échangeur sont donc souhaitables. L'échangeur a d'ailleurs été conçu de manière à pouvoir ajuster sa géométrie.

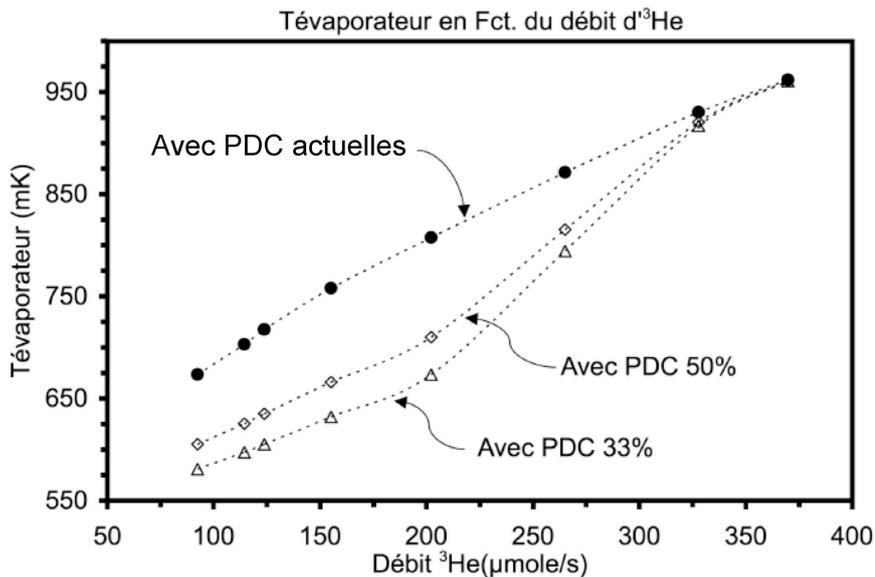


FIG. 5.21: Calcul de la température de l'évaporateur en fonction du débit d' ^3He

5.5 Performances

Au cours de cette thèse nous avons réalisé un certain nombre d'essais afin de parvenir à un fonctionnement correct du réfrigérateur, tant en ce qui concerne la condensation du mélange qu'en ce qui concerne les performances en régime nominal de dilution. Il a été difficile de corrélérer tous nos essais, tant les conditions d'expérience ont pu être variables. Nous avons notamment été gênés par la faiblesse du groupe de pompage monté initialement. Le montage d'un groupe plus puissant a permis d'effectuer des essais dans une gamme de débits plus importante. Ensuite, un bouchage partiel du système d'injection entre 300 K et 3,5 K, difficile à mettre en évidence du fait de la forte impédance de la ligne globale, a pu être localisé grâce à un dispositif de mesure de pression sur plusieurs points de la ligne d'injection.

5.5.1 Condensation et débit de circulation minimum

5.5.1.1 Débit de condensation et analyse du prérefroidissement 300 K-3,5 K

La condensation du mélange est effectuée en utilisant les pompes primaires pour transférer le mélange depuis la réserve et garder une pression basse sur la ligne de pompage. La température de la boîte à mélange lors de la condensation, et donc celle du mélange condensé, était comprise entre 1 et 1,3 K.

Nous avons constaté lors d'un essai¹ de condensation avec le réfrigérateur à 9 K, que la condensation à 5 bars commençait efficacement lorsque le réfrigérateur atteignait une température inférieure à 6 K. Entre 9 K et 6 K plus de deux heures sont nécessaires au refroidissement du réfrigérateur car le débit de circulation est faible à travers l'impédance Z1.

Nous avons testé une série d'impédances Z1 allant de $7 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-3}$ (soit $0,13 \text{ cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$ selon les conditions données page 10) à $1 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-3}$ (soit $0,9 \text{ cm}^3 \cdot \text{min}^{-1}$ dans les mêmes conditions). Nous n'avons pas rajouté d'impédance Z2 car l'impédance de l'échangeur continu est suffisante pour que la pression reste au dessus de 50 mB à $100 \mu\text{mole} \cdot \text{s}^{-1}$, ce qui permet la condensation de l'³He à la température de l'évaporateur.

La température du deuxième étage du tube à gaz pulsé est de 3,5 K à l'équilibre thermique du cryostat. A cette température l'enthalpie de l'³He est minimale à 3 bars et celle de l'⁴He est minimale à 600 mB (voir graphiques pages 18 et 20). Nous avons cependant constaté que le débit de condensation était amélioré en condensant à la pression de 5 bars qui est la pression maximum de refoulement du compresseur que nous utilisons. Ceci s'explique par le fait qu'en augmentant la pression le débit injecté est augmenté, et la quantité de mélange condensé augmente même si l'enthalpie du mélange n'est pas minimisée.

1 – Cet essai de condensation a été mené avec une enceinte de calorimètre non thermalisée au tube à gaz pulsé. Nous avons vu dans le chapitre précédent que lors du pompage du gaz d'échange, cela entraînait le réchauffement de la dilution vers 9 K

Nous avons pu observer qu'à cette pression d'injection une forte impédance $Z1$ de $7.10^{12} \text{ cm}^{-3}$ ne permettait de condenser qu'à un débit de $120 \mu\text{mole.s}^{-1}$ alors qu'avec une faible impédance de $1.10^{12} \text{ cm}^{-3}$ nous avons pu atteindre un débit de condensation de $550 \mu\text{mole.s}^{-1}$.

Le choix de l'impédance a été déterminé conjointement avec le choix du débit minimum de circulation que nous souhaitions atteindre. Nous verrons cela par la suite. La valeur de l'impédance $Z1$ finale est de $1,8.10^{12} \text{ cm}^{-3}$ (soit $0,5 \text{ cm}^3.\text{min}^{-1}$ selon les conditions données page 10). Nous avons ainsi obtenu un débit de condensation de $400 \mu\text{mole.s}^{-1}$ pour un débit totale de circulation de $560 \mu\text{mole.s}^{-1}$. Nous constatons que le rapport entre le débit condensé et le débit circulé est important lorsque l'on compare celui-ci aux performances données dans la revue bibliographique. Cela provient du fait que nous arrivions à garder froid le deuxième étage du tube à gaz pulsé.

Nous avons fini par ajouter une impédance $Z2$ de $4.10^{11} \text{ cm}^{-3}$ (environ $2,5 \text{ cm}^3.\text{min}^{-1}$) pour nous assurer que la pression était suffisamment haute au niveau de l'évaporateur afin que la condensation de l' ^3He soit totale. La pression a ainsi été augmentée de 50 à 100 mB pour un débit de $100 \mu\text{mole.s}^{-1}$. Nous n'avons pas observé de changement dans les performances du réfrigérateur après l'ajout de cette impédance.

Avec un débit de circulation de $550 \mu\text{mole.s}^{-1}$ sous 5 bars, la température du premier étage augmente de 58 à 62 K et le mélange sort de l'échangeur à 64 K, celle de l'échangeur EX1 augmente de 8 à 16 K et le mélange sort à 22 K, celle de l'échangeur EX2 augmente de 3,5 à 4 K et le mélange sort à 5 K; enfin la température du deuxième étage du tube à gaz pulsé augmente de 3,5 K à 3,6 K et le mélange sort à 3,7 K. Les ΔT entre la température de sortie du gaz injecté et les étage PT1 et EX1 sont dues à des gradients de température dans le cuivre des échangeurs eux même. Ces ΔT ne sont pas importants et cela ne nuit pas à l'efficacité du système.

La température de l'injection en sortie de l'échangeur JT et avant l'impédance $Z1$ est de 3,5 K. L'échangeur JT n'est pas efficace lors de la condensation du mélange car le débit injecté est bien supérieur à celui des vapeurs dans ce régime. Uhlig et Hehn avaient déjà remarqué cela [26].

La température de l'évaporateur était de 3,2 K sans impédance $Z2$, avec une pression de l'injection de 5 bars avant $Z1$ et de 700 mB entre $Z1$ et l'échangeur continu. Avec l'ajout de l'impédance $Z2$ la température de l'évaporateur pendant la condensation du mélange est de 4 K avec une pression de 1,3 bars entre $Z1$ et $Z2$.

5.5.2 Pollution de la ligne d'injection

Nous avons constaté de nombreux bouchages du réfrigérateur avant d'utiliser un piège à ^4He .

En arrêtant le tube à gaz pulsé pendant une demi heure environ, les échangeurs EX1 et EX2 ainsi que le deuxième étage du tube à gaz pulsé se réchauffent au dessus de 20 K. En pompant la ligne d'injection nous avons réussi plusieurs fois à déboucher partiellement le réfrigérateur. Nous en avons déduit qu'il s'agissait d'une pollution à l'hydrogène.

L'intégration de filtres sur la ligne d'injection a déjà été mise en oeuvre sur les cryostats de Uhlig et Hehn [25, 26]. Dans le dispositif présenté ici il serait intéressant d'intégrer un piège à hydrogène entre l'échangeur sur PT1 et l'échangeur sur EX1.

5.5.2.1 Débit de Circulation minimum en fonction de l'impédance Z1

Nous avons relevé les valeurs du débit de circulation et de la pression d'injection du réfrigérateur en fonction des différentes impédances que nous avons testées. Pour une faible impédance de $1.10^{12} \text{ cm}^{-3}$ le débit de circulation s'équilibre à $260 \mu\text{mole.s}^{-1}$ pour une pression d'injection de 350 mB et une température d'évaporateur de 1 K avec la petite pompe turbomoléculaire de 300 L.s^{-1} . Pour une forte impédance de $7.10^{12} \text{ cm}^{-3}$ le débit s'équilibre à $120 \mu\text{mole.s}^{-1}$ pour une pression d'injection de 1550 mB et une température d'évaporateur de 850 mK avec la petite pompe turbomoléculaire de 300 L.s^{-1} .

Avec le choix final de l'impédance Z1 de $1,8.10^{12} \text{ cm}^{-3}$, le débit de circulation est de $155 \mu\text{mole.s}^{-1}$ avec une pression d'injection de 700 mB. Nous avons fini par supprimer notre dispositif de mesure des pressions sur la ligne d'injection et nous avons constaté que le débit de circulation était réduit à $125 \mu\text{mole.s}^{-1}$ avec une pression d'injection de 650 mB. La température en sortie de l'échangeur JT était alors de 2,85 K.

- *thermalisation de Z1 sur l'évaporateur*

Nous avons pu observer une différence de débit minimum de circulation suivant la façon dont nous avons effectué la détente à travers l'impédance Z1. Pour une valeur d'impédance comparable de $1,8.10^{12} \text{ cm}^{-3}$ à température ambiante, lorsque l'impédance était longue de 70 cm et thermalisée sur l'évaporateur, le débit minimum était de $185 \mu\text{mole.s}^{-1}$ et lorsque l'impédance était de quelques centimètres et isenthalpe, le débit était de $155 \mu\text{mole.s}^{-1}$ avec une même pression d'injection de 700 mB. C'est en considérant les proportions de liquide et de gaz dans l'impédance Z1 que l'on peut arriver à expliquer cette différence de fonctionnement. Sur la figure 5.22 sont donnés les schémas du refroidissement de l'injection d' ^3He sur un diagramme P-H.

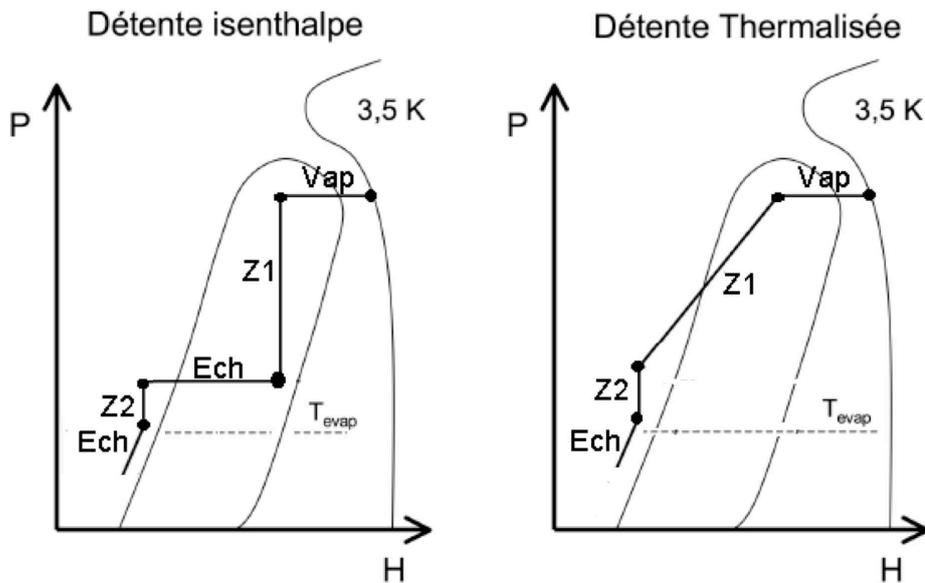


FIG. 5.22: Proportion de la phase liquide et de la phase gazeuse dans l'impédance Z1 en fonction de sa thermalisation.

Nous constatons que dans le cas d'une détente isenthalpe la proportion de gaz est importante dans l'impédance, alors que pour une détente thermalisée sur l'évaporateur, il est possible d'obtenir la totalité du débit sous forme liquide. Nous en déduisons donc que, même si les valeurs des impédances sont égales à température ambiante, leur effet est différent en régime de dilution. La thermalisation l'impédance Z1 a pour effet de générer une augmentation du débit.

La réalisation d'une détente thermalisée peut être un avantage lorsque l'on souhaite obtenir un débit de circulation régulier sans bouchons diphasiques. Mais dans le cas des réfrigérateurs à injection JT, il n'est pas judicieux de choisir une telle méthode car, pour obtenir un faible débit de circulation, il faudra prendre une impédance plus forte que dans le cas d'une détente isenthalpe. Or nous avons constaté que l'utilisation de fortes impédances Z1 diminuait le débit de condensation.

5.5.3 Régime de dilution

Nous donnons ici des courbes de puissance représentatives des performances du réfrigérateur. Dans un premier temps nous avons utilisé un réfrigérateur à dilution muni de deux échangeurs discrets, puis nous avons démonté les échangeurs afin de caractériser le réfrigérateur avec un simple échangeur continu. Nous remarquons ici qu'en début de thèse le réfrigérateur comportait une fuite à froid sur l'échangeur continu. Nous avons effectué des tests de cet échangeur en ^4He superfluide et remplacé une extrémité de l'échangeur qui était défectueuse.

Par ailleurs nous avons constaté que nos mesures de la température de l'évaporateur avaient été faussées par le découplage thermique du thermomètre avec le mélange dans l'évaporateur. Le thermomètre était en effet placé sur le dessus de l'évaporateur, avec la résistance de chauffage permettant de faire varier le débit. Dans les derniers temps de cette thèse nous avons placé le thermomètre sur la bride de raccordement de l'échangeur continu avec l'évaporateur et nous avons alors mesuré plus justement la température du mélange. Nos résultats font état de la température de l'évaporateur lorsque nous n'appliquons pas de puissance sur celui-ci ou bien lorsque nous mesurons la température dans la configuration finale.

5.5.3.1 Performances du réfrigérateur

• Courbes de puissance avec deux échangeurs discrets

Le graphique de la figure 5.23 présente deux courbes de puissance du réfrigérateur avec deux échangeurs discrets.

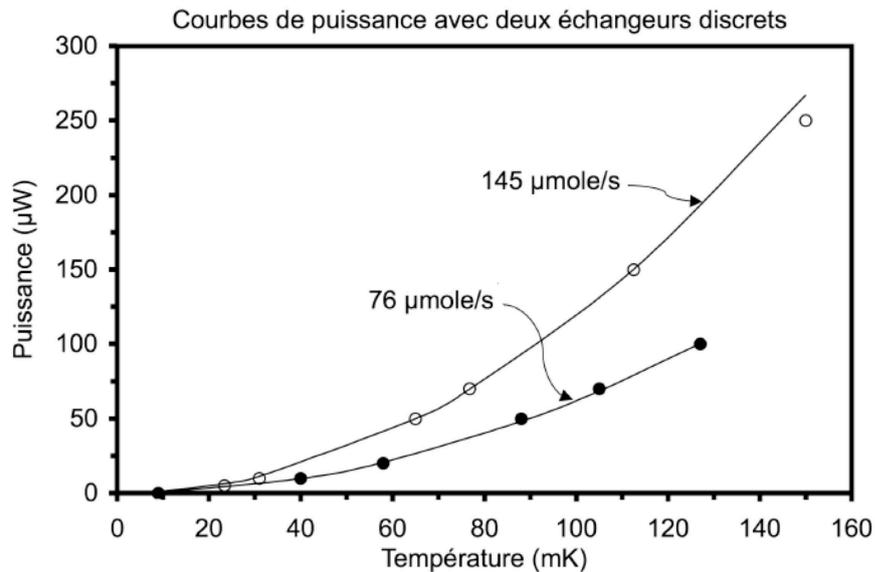


FIG. 5.23: Courbes de puissance du réfrigérateur avec deux échangeurs discrets

La température minimale que nous avons atteinte est de $8,5 \text{ mK}$ pour un débit d' ^3He de $76 \mu\text{mole.s}^{-1}$. La température de l'évaporateur était alors de 800 mK avec la petite pompe turbomoléculaire de 300 L.s^{-1} . Nous avons réalisé des essais en arrêtant le tube à gaz pulsé une minute et nous n'avons pas observé de baisse de température de la boîte à mélange. Les vibrations générées par la machine ne sont donc pas un frein aux performances du réfrigérateur.

• Courbes de puissance avec échangeur continu seul

Le graphique de la figure 5.24 présente deux courbes de puissance du réfrigérateur avec son échangeur continu seulement.

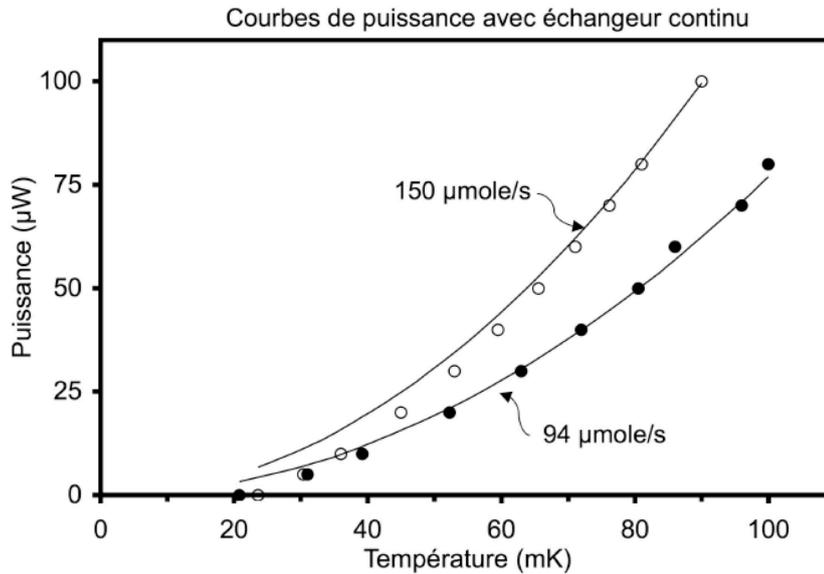


FIG. 5.24: Courbes de puissance du réfrigérateur avec l'échangeur continu seulement

L'échangeur continu du réfrigérateur est très performant car il permet d'atteindre 21 mK pour un débit de $94 \mu\text{mole}\cdot\text{s}^{-1}$ d' ^3He . La température de l'évaporateur était alors de 690 mK.

Avec la pompe turbomoléculaire de $700 \text{L}\cdot\text{s}^{-1}$ nous avons pu faire varier le débit sans que celle-ci soit soit surchargée. Nous avons obtenu une courbe donnant la température de la boîte à mélange en fonction du débit d' ^3He . La figure 5.25 présente les résultats.

Nous constatons que le débit optimum de circulation est de $120 \mu\text{mole}\cdot\text{s}^{-1}$ d' ^3He . Ce débit correspond au dimensionnement de l'échangeur qui a été réalisé par Henri GODFRIN. La température minimale atteinte est alors de 19,3 mK.

Le débit d' ^3He semble par contre être limité à $200 \mu\text{mole}\cdot\text{s}^{-1}$ malgré l'augmentation de la puissance de chauffage de l'évaporateur comme le montre le graphique de droite de la figure 5.25.

Cela est dû au fait que la température de l'évaporateur est trop élevée lorsque le débit de circulation augmente. Celle-ci est en effet supérieure à 900 mK et à ces températures la proportion d' ^3He circulée diminue.

Le graphique de la figure 5.26 permet de comparer les températures de l'évaporateur que nous avons mesurées en régime de dilution avec le calcul que nous avons effectué à partir des pressions de pompage mesurées lors du test par circulation d' ^4He . Nous constatons que la température de l'évaporateur est légèrement plus élevée que celle calculée à partir de la pression de pompage en ^4He . Les performances de la pompe turbomoléculaire en ^3He sont inférieures à celles en ^4He . Nous avons pu le constater en comparant les pressions données par la jauge Pirani en entrée du banc de pompage (voir graphique de la figure 5.26).

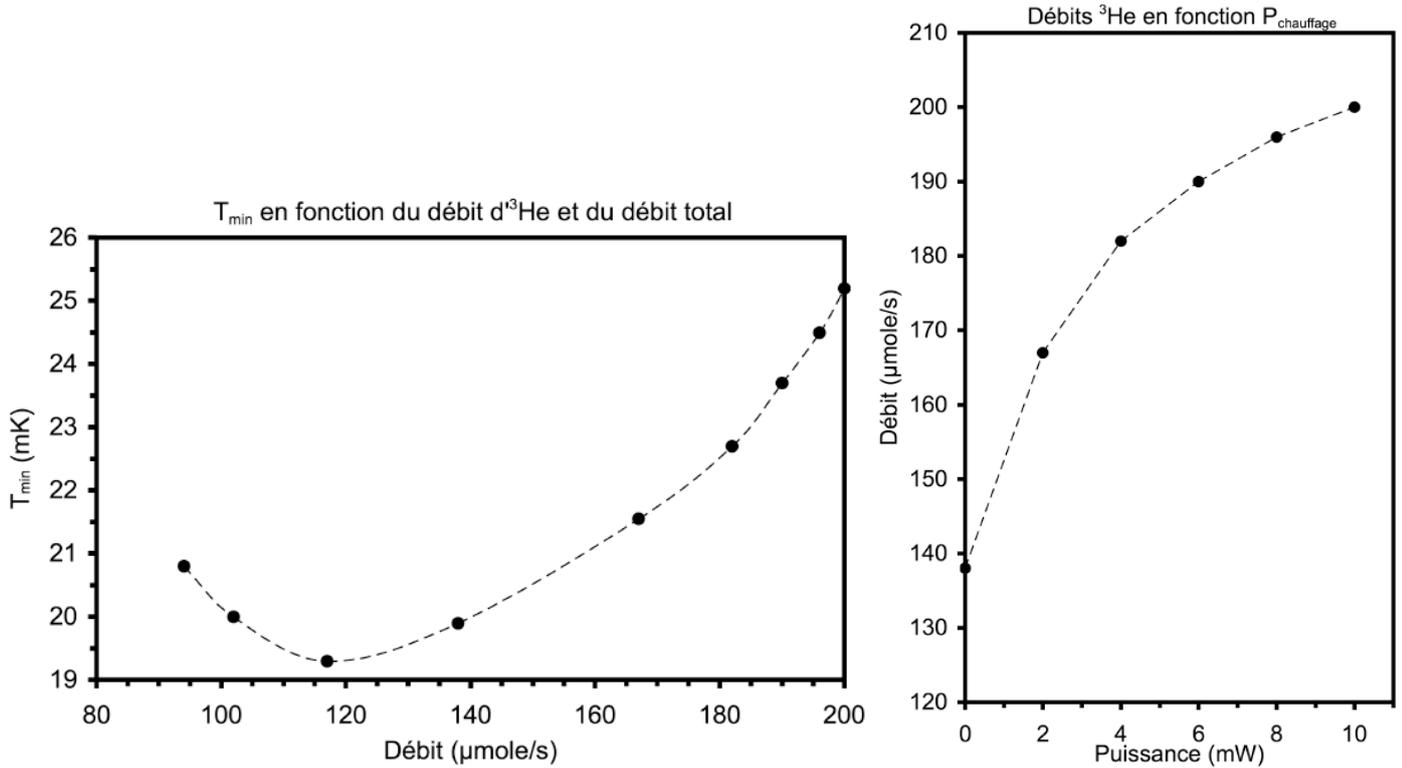


FIG. 5.25: Température de la boîte à mélange en fonction du débit d'³He et débit d'³He en fonction de la puissance de chauffage sur l'évaporateur

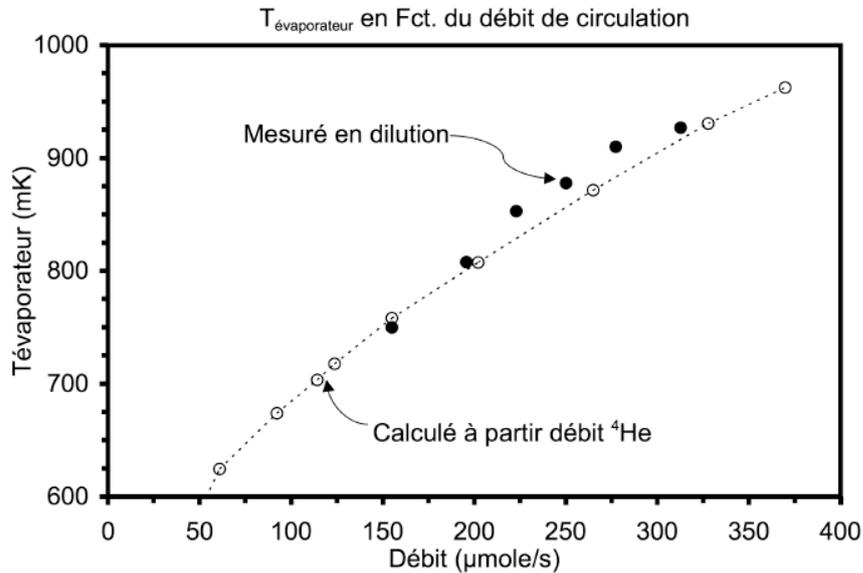


FIG. 5.26: Température de l'évaporateur en fonction du débit de circulation et comparaison avec le calcul établi à partir des pressions de pompage obtenues lors de la circulation en ⁴He

En fonction de la température de l'évaporateur et du débit d'³He mesuré, nous avons calculé un débit théorique total de circulation afin de le comparer à celui que nous avons mesuré à partir de la pression sur les pompes primaires. Le débit de circulation total est égal à la somme du débit d'³He, du débit généré par le film superfulide et du débit d'⁴He proportionnel au débit d'³He qui dépend de la température de l'évaporateur. Ce dernier est calculable à partir des tables de mélange ³He/⁴He existantes [16]. Dans le premier chapitre, page 7, nous don-

nous un graphique représentant le pourcentage d' ^4He circulé en fonction de la température de l'évaporateur.

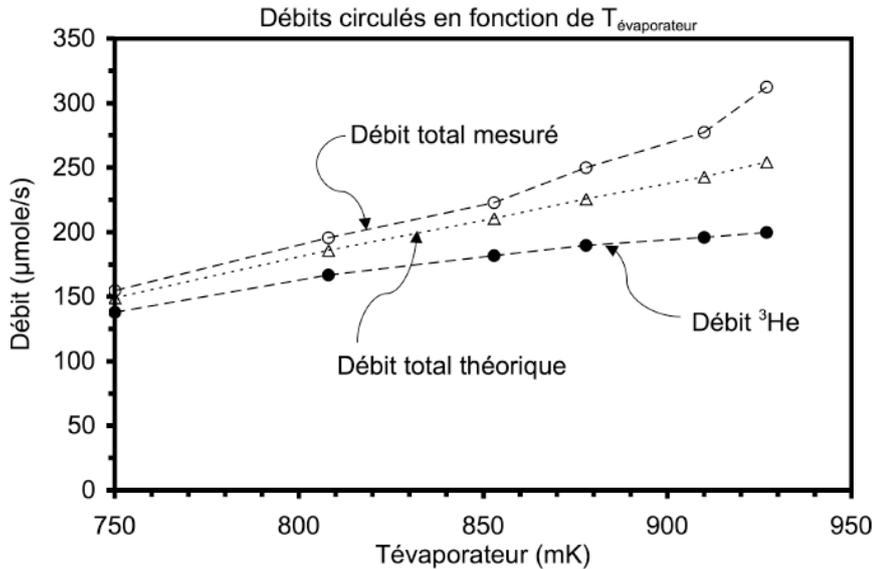


FIG. 5.27: Comparaison du débit total mesuré avec le débit total théorique calculé en fonction du débit d' ^3He .

Le résultat de notre calcul est présenté sur la figure 5.27. Nous ne connaissons la température de l'évaporateur qu'aux débits de circulation supérieurs à $150 \mu\text{mole.s}^{-1}$. Auparavant la température n'était pas mesurée correctement.

Sur le graphique de la figure 5.27 nous constatons que le débit de circulation mesuré correspond au débit théorique aux erreurs de mesure près (erreurs d'étalonnage et de lecture de la jauge). Jusqu'à un débit de circulation de $200 \mu\text{mole.s}^{-1}$ l'évolution du débit total est proportionnelle au débit théorique. Nous observons ensuite que le débit total mesuré augmente fortement alors que la proportion d' ^3He circulée devient presque constante. D'expérience [20] ce type de comportement peut provenir d'une limitation de la circulation de ^3He dans la partie diluée du réfrigérateur. Cette limitation du débit d' ^3He est généralement due à une constriction dans la partie plus chaude de l'échangeur continu, souvent au niveau de la liaison entre l'échangeur et l'évaporateur. Lors de cette thèse nous avons effectué le remplacement de cette partie de l'échangeur qui comportait une fuite. Il se pourrait donc effectivement que nous n'ayons pu circuler des débits importants d' ^3He à cause de cela.

Nous envisageons de vérifier la réalisation de l'échangeur continu et de le remplacer au besoin afin d'effectuer de nouveaux essais.

5.5.3.2 Analyse du fonctionnement du réfrigérateur

• Débit de circulation minimum

Nous proposons d'analyser les résultats d'un essai afin de comparer le fonctionnement du réfrigérateur au modèle thermodynamique que nous avons présenté dans le premier chapitre.

Nous avons choisi notre dernier essai pour lequel l'enceinte du calorimètre n'était pas thermalisée au tube à gaz pulsé. Lors de cet essai la température de l'évaporateur était correcte-

ment mesurée et nous avons effectué une circulation d' ^4He qui nous a permis d'estimer les pertes sur l'évaporateur à 1,6 mW (voir partie "groupe de pompage" page 138).

Dans un premier temps nous avons relevé les paramètres de fonctionnement du réfrigérateur sans appliquer de puissance sur l'évaporateur. Nous avons relevé un débit d' ^3He de $140 \mu\text{mole.s}^{-1}$, une température d'évaporateur de 750 mK pour une pression d'injection de 900 mB avec une température de l'injection en sortie de l'échangeur JT et avant l'impédance Z1 de 3,1 K.

Le fonctionnement du réfrigérateur a été décrit au premier chapitre par la formule 5.18.

$$\dot{n}_3 (\mu\text{moles.s}^{-1}) = \frac{\dot{Q}}{(H_{3\text{pompage}} - H_{3\text{injection}})} \text{ avec } \dot{Q} \text{ en } \mu\text{W} \quad (5.18)$$

L' ^3He à 750 mK et basse pression a une enthalpie de $37,6 \text{ J.mole}^{-1}$. Ici \dot{Q} est égal aux pertes sur l'évaporateur, soit 1,6 mW.

En fermant l'injection et en régulant la température de l'évaporateur à 750 mK, nous avons relevé que la puissance nécessaire pour stabiliser le réfrigérateur s'équilibrait à 6,9 mW. Dans ces conditions la formule 5.18 s'écrit selon l'expression 5.19

$$140 = \frac{\dot{Q}_{\text{pertes}} + 6900}{37,6} \text{ avec } \dot{Q} \text{ en } \mu\text{W} \quad (5.19)$$

Nous obtenons alors que les pertes sur l'évaporateur sont bien de 1,6 mW. A partir de ce résultat, et en utilisant la formule 5.18, nous pouvons calculer l'enthalpie de l'injection d' ^3He en sortie de l'échangeur JT. Nous obtenons une enthalpie de 26 J.mole^{-1} . En reportant cette valeur sur le diagramme P-H page 18, ($26 \text{ J.mole}^{-1} = 2,7 \text{ cal/g}$) nous constatons que cette valeur correspond exactement à une pression d'injection de 900 mB et une température de 3,1 K, en accord avec la température et la pression que nous avons mesurées.

L'écart d'enthalpie dans les vapeurs issues de l'évaporateur est de 57 J.mole^{-1} entre 3,5 K et 750 mK, et l'enthalpie de l' ^3He à 3,5 K et 900 mB est de $78,5 \text{ J.mole}^{-1}$. L'enthalpie de l'injection en sortie de l'échangeur JT peut donc être au minimum de $21,5 \text{ J.mole}^{-1}$. Nous avons mesuré que sur notre montage l'enthalpie était réduite à 26 J.mole^{-1} , ce qui correspond à une réduction d'enthalpie de $52,5 \text{ J.mole}^{-1}$. L'efficacité de notre échangeur est donc de 92 %.

• Fort débit de circulation

Nous avons augmenté le débit de circulation en appliquant 7 mW sur l'évaporateur. La température de l'évaporateur était alors de 880 mK et la pression d'injection de 1100 mB.

L'enthalpie de l' ^3He à 3,5 K et 1100 mB est de 72 J.mole^{-1} . L'écart d'enthalpie entre les vapeurs à 880 mK et celles à 3,5 K est de $54,5 \text{ J.mole}^{-1}$. Nous avons mesuré que la température de l'injection en sortie de l'échangeur JT était de 2,55 K, ce qui à une pression de 1100 mB correspond à une enthalpie de $17,6 \text{ J.mole}^{-1}$. Sachant qu'à la pression de 1100 mB, l'enthalpie de l' ^3He est de 72 J.mole^{-1} , nous calculons dans le cas présent une efficacité de l'échangeur JT de 100 %. Ce résultat ne prend pas en compte les erreurs de mesure et de lecture des diagrammes H-p, mais nous pouvons conclure que l'efficacité de l'échangeur est excellente.

Lorsque l'évaporateur est à 880 mK, la composition des vapeurs devrait être de 82 % d' ^3He et de 18 % d' ^4He sans compter le débit de $4,5 \mu\text{mole.s}^{-1}$ d' ^4He dû au film superfluide.

Lors de notre essai nous avons mesuré un débit d' ^3He de $194 \mu\text{mole.s}^{-1}$ et un débit total de circulation de $264 \mu\text{mole.s}^{-1}$, ce qui porte à 26,5 % le débit d' ^4He . Ce débit est important et nous avons vérifié par un calcul si notre mesure du débit total était réaliste.

Nous avons commencé par calculer la fraction de la puissance appliquée sur l'évaporateur qui est nécessaire à la circulation d'un débit d' ^3He de $194 \mu\text{mole.s}^{-1}$.

Avec l'enthalpie des vapeurs à 880 mK qui est de 40J.mole^{-1} et l'enthalpie de l' ^3He injecté qui est de $17,6 \text{J.mole}^{-1}$, nous calculons à partir de l'équation de fonctionnement du réfrigérateur 5.18 que la puissance allouée à la circulation de l' ^3He est de 4,3 mW. Sur 8,6 mW appliqués sur l'évaporateur, seulement la moitié de la puissance contribue à la circulation de l' ^3He .

A partir de l'expression 5.18 appliquée à l' ^4He , nous avons ensuite calculé le débit théorique d' ^4He que le réfrigérateur circulerait dans ces conditions pour une charge thermique sur l'évaporateur égale à la puissance de 4,3 mW restante.

Lorsque la température de l'évaporateur est à environ 900 mK nous avons vu que la fraction d' ^4He circulée est non négligeable et vaut environ 18 % du débit total. Nous pouvons regarder quel est le débit d' ^4He circulé à 880 mK par une puissance de chauffage de 4,3 mW. En utilisant la formule 5.18 pour de l' ^4He et le diagramme P-H de l' ^4He page 20, nous avons calculé un débit de $72 \mu\text{mole.s}^{-1}$. Cela correspond à 27 % du débit de circulation total qui est de $266 \mu\text{mole.s}^{-1}$.

Notre calcul confirme le fait que nous circulions une quantité importante d' ^4He . Ce débit additionnel d' ^4He peut être dû à une limitation de la circulation d' ^3He au niveau de l'évaporateur et à la différence de pompage en ^3He et en ^4He .

5.6 Conclusion du Chapitre "Réfrigérateur à dilution"

Nous avons réalisé l'intégration d'un réfrigérateur à dilution dans notre cryostat refroidi par tube à gaz pulsé.

Dans un premier temps nous avons développé un système de prérefroidissement de l'injection d' ^3He utilisant les puissances frigorifiques du tube à gaz pulsé. En utilisant les échangeurs placés sur le régénérateur du deuxième étage du tube à gaz pulsé, nous avons calculé qu'un débit de $700 \mu\text{mole.s}^{-1}$ d' ^4He sous 5 bars pouvait être refroidi sans que la puissance du deuxième étage du tube à gaz pulsé soit utilisée. Grâce à ce nouveau système de thermalisation de l'injection, nous avons atteint des débits de condensation supérieurs à $500 \mu\text{mole.s}^{-1}$ sans que la température du deuxième étage du tube à gaz pulsé dépasse 4 kelvins. Nous avons alors constaté que le facteur limitant la condensation était l'impédance de la ligne d'injection d' ^3He qui, pour une pression d'injection donnée, limite le débit de mélange injecté.

Nous avons étudié le fonctionnement thermodynamique du réfrigérateur et nous avons déterminé les conditions optimales de fonctionnement. Le test de plusieurs impédances de détente a été effectué. Il s'avère nécessaire de choisir l'impédance de détente conjointement au débit de condensation du mélange et au débit de circulation d' ^3He que l'on souhaite obtenir.

Après avoir ajusté l'impédance de détente Joule-Thomson à $1,8 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-3}$, le débit de condensation est de $400 \mu\text{mole.s}^{-1}$ pour un débit injecté sous 5 bars de $550 \mu\text{mole.s}^{-1}$. Le bon rapport entre le débit condensé et le débit injecté est dû au fait que la température du deuxième étage du tube à gaz pulsé reste basse grâce au prérefroidissement efficace du mélange par les échangeurs situés sur le régénérateur.

La conception d'un échangeur Joule-Thomson compact et efficace à plus de 90 % permet de réduire l'enthalpie de l'injection ^3He à partir des vapeurs issues de l'évaporateur. Il est de ce fait possible de circuler des faibles débits alors que les apports de chaleurs sur l'évaporateur sont non négligeables.

Le réfrigérateur à dilution nous a permis d'atteindre des températures inférieures à 20 mK avec un échangeur continu seul et des températures inférieures à 10 mK avec deux échangeurs discrets. Le débit nominal du réfrigérateur est de $120 \mu\text{mole.s}^{-1}$ et le système actuel admet des débits compris entre 100 et $200 \mu\text{mole.s}^{-1}$. Nous avons constaté expérimentalement que le débit d' ^3He était limité à $200 \mu\text{mole.s}^{-1}$ malgré l'augmentation du débit de circulation. La proportion d' ^4He circulée devient alors anormalement importante. Un bilan thermodynamique du réfrigérateur confirme nos mesures. La limitation du débit d' ^3He est peut être due à une constriction dans la partie diluée du réfrigérateur.

Un groupe de pompage a été dimensionné. Cela nous a permis d'appréhender l'utilisation de pompes turbomoléculaires pour effectuer la circulation d' ^3He du réfrigérateur. L'utilisation d'une pompe d'au moins 700 L.s^{-1} , refroidie par eau, est nécessaire pour un bon fonctionnement du réfrigérateur jusqu'à un débit de circulation de 250 à $300 \mu\text{mole.s}^{-1}$. Nous avons constaté que les pertes de charge dans la ligne de pompage du réfrigérateur étaient importantes à basse pression et que cela empêchait d'obtenir des basses températures d'évaporateur, nécessaires pour minimiser le débit d' ^4He circulé dans la gamme de débits $100\text{-}200 \mu\text{mole.s}^{-1}$.

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Lors de cette thèse nous avons conçu et réalisé un cryostat refroidi par un tube à gaz pulsé permettant le prérefroidissement d'un réfrigérateur à dilution de moyenne puissance en 13 heures. Ce système offre un volume expérimental comparable aux cryostats classiques à bain d' ^4He . Pour atteindre ces performances nous avons minimisé les quantités de chaleur à extraire par le tube à gaz pulsé et d'autre part nous avons limité les découplages thermiques entre les sources froides de la machine frigorifique et les éléments du cryostat à refroidir.

Nous avons ensuite développé un système d'injection spécifiquement adapté à un prérefroidissement par tube à gaz pulsé breveté par l'Air Liquide. Le temps de condensation du mélange est de l'ordre de deux à trois heures suivant le nombre d'échangeurs discrets de l'étage à dilution, ce qui, conjointement aux capacités de refroidissement du cryostat, nous a permis d'atteindre des températures de boîte à mélange inférieures à 100 mK en moins de vingt quatre heures après la mise sous tension du tube à gaz pulsé.

En piègeant l'hydrogène sur la ligne d'injection, le réfrigérateur a fonctionné plusieurs semaines sans que nous constations de troubles dans son fonctionnement.

Le réfrigérateur a été dimensionné de manière à répondre aux besoins standards des expériences de laboratoire. Les débits d' ^3He circulés sont compris entre 90 et 200 $\mu\text{mole.s}^{-1}$. Le fonctionnement du réfrigérateur à injection Joule-Thomson a été étudié et il est possible, en fonction des spécificités de fonctionnement souhaitées, d'obtenir à partir des résultats de cette thèse des moyens de compréhension et de dimensionnement.

Nous ne pourrions achever ce manuscrit de thèse sans proposer une série d'évolutions visant à améliorer les performances de notre réfrigérateur refroidi par tube à gaz pulsé.

• Cryostat

Grâce aux résultats des essais réalisés pendant cette thèse, nous pensons qu'il est possible de réduire encore le temps de prérefroidissement du cryostat. Pour cela il serait intéressant d'obtenir des courbes de puissance du tube à gaz pulsé depuis 300 K jusqu'aux plus basses températures et de déterminer les plages de températures optimums de fonctionnement des étages du tube à gaz pulsé afin d'obtenir les puissances frigorifiques les plus importantes au cours du refroidissement du cryostat.

La conception de cryostats de dimensions importantes est envisageable en gardant le même tube à gaz pulsé. Un prérefroidissement efficace par une circulation d'azote liquide permet-

trait d'obtenir des temps de refroidissement corrects tout en dimensionnant le cryostat en rapport avec les pertes thermiques associées à ses dimensions.

• Ligne d'injection ^3He

L'injection d' ^3He gagnerait à être réalisée avec un capillaire de diamètre intérieur de 2 mm. Cela permettrait de réduire les longueurs nécessaires à la thermalisation et limiterait les risques de bouchons. Il serait intéressant d'ajouter un piège à hydrogène sur la ligne d'injection.

Le développement d'une impédance de détente Joule-Thomson variable pourrait être une solution permettant de condenser le mélange rapidement et de régler le débit de circulation en fonction de la charge thermique appliquée sur l'évaporateur.

• Echangeur Joule-Thomson

L'échangeur Joule-Thomson que nous avons développé pendant cette thèse semble générer une perte de charge importante dans la ligne de pompage ^3He malgré les précautions de dimensionnement que nous avons prises. Au vu de sa très bonne efficacité actuelle, il serait envisageable de réduire sa surface d'échange afin d'augmenter sa conductance sans que le débit de circulation augmente trop. La température de l'évaporateur pourrait ainsi être réduite et l'efficacité du réfrigérateur serait augmentée dans sa gamme de fonctionnement nominale. Cela peut être réalisé en augmentant le diamètre des trous permettant la circulation des vapeurs.

• Réfrigérateur à dilution

Le système de refroidissement de l'injection laisse envisager la possibilité de concevoir des réfrigérateurs de forte puissance frigorifique pouvant atteindre des débits de circulation de $700 \mu\text{mole.s}^{-1}$. Nous avons constaté que les pompes turbomoléculaires ont des capacités de pompage assez réduites. Il serait utile de comparer les performances des pompes proposées par les différents constructeurs afin de choisir un modèle adapté au pompage de l' ^3He . Pour les débits importants l'usage d'une pompe Roots paraît incontournable.

En régime de dilution nous avons constaté que les vapeurs d' ^3He pompées contribuaient au refroidissement du calorimètre. Le deuxième étage du tube à gaz pulsé a même été plus froid qu'à l'équilibre thermique du cryostat en fin de prérefroidissement. Lors d'une utilisation du tube à gaz pulsé pour le refroidissement de forts débits de circulation, il serait bénéfique d'utiliser les vapeurs plus efficacement en insérant des échangeurs dans la ligne de pompage. Ces échangeurs nécessiteraient d'avoir une conductance importante pour ne pas nuire au pompage de l'évaporateur.

• Et le bruit...

Je parlerai enfin du bruit lié au fonctionnement du tube à gaz pulsé qui m'a accompagné pendant ces trois ans de thèse... L'installation du compresseur à la cave a contribué pour une bonne part au confort sonore de la salle. Il restait néanmoins le bruit caractéristique de ces machines lié aux compressions et détente du gaz dans les lignes d'alimentation toutes les une seconde et quatre dixièmes. Craignant de finir fou avant l'heure, j'ai expérimenté l'isolation phonique des lignes à partir de mousses Néoprène de calorifugeage. Le résultat est très satisfaisant et lorsque le cryostat est en phase de prérefroidissement, nous arrivons à entendre le bruit de ventilation des ordinateurs dont je n'ai pas eu le temps de m'occuper...

ANNEXES

CARACTÉRISATION DU PT-405 PAR CRYOMECH

CRYOMECH, INC.

113 Falso Drive
Syracuse, NY 13211
TEL (315) 455-2555
FAX (315) 455-2544

Customer: Air Liquid
Customer P.O.# 84.0.4797CCH
PT Serial No. PT4-500043
Compressor No. CP970-500054

PT4-05 Performance Table

Operation Parameters: ~

Static Pressure: 190 PSIG (Low pressure gauge)

Compressor input power (at 65K and 4.2K on two stages): 4.7 kW

1 st Stage		2 nd Stage	
Temperature (K)	Cooling Power (W)	Temperature (K)	Cooling Power (W)
33	0	2.19	0
		3.41	0.30
		3.91	0.50
		4.82	1.00
55	22	2.41	0
		3.30	0.30
		3.75	0.50
		4.68	1.00
65	32	2.43	0
		3.29	0.30
		3.75	0.50
		4.73	1.00

Operator:

Chau Wang

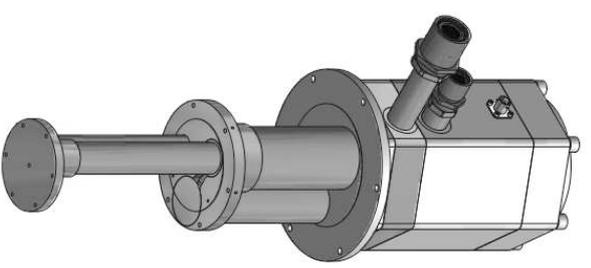
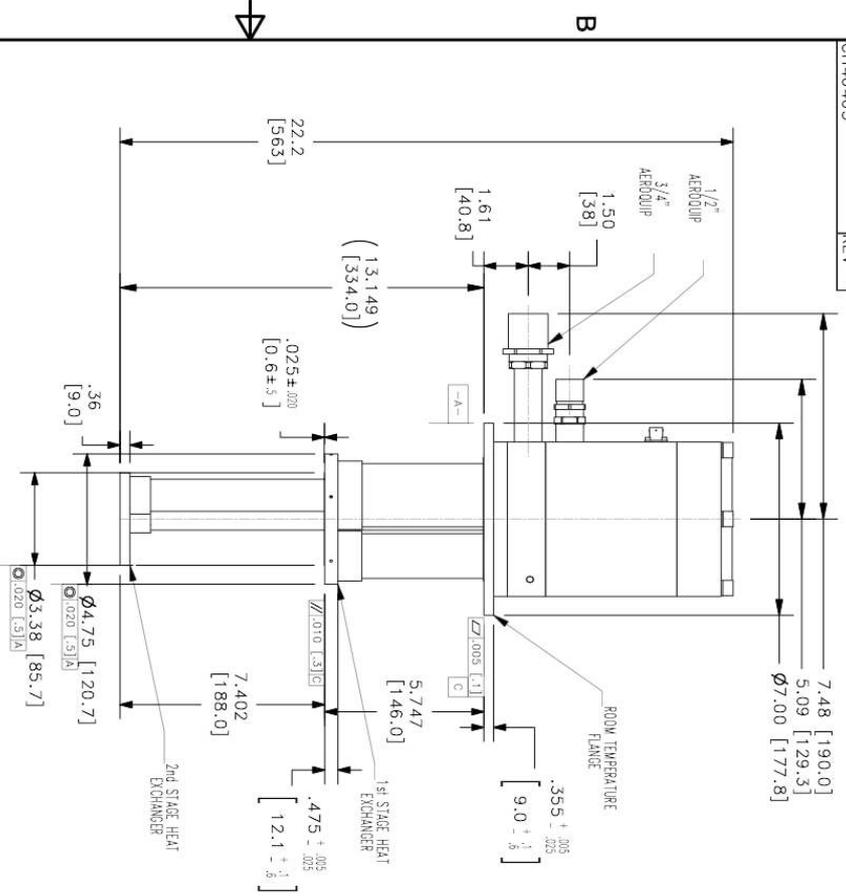
Date: 4-23-01

Quality Control:

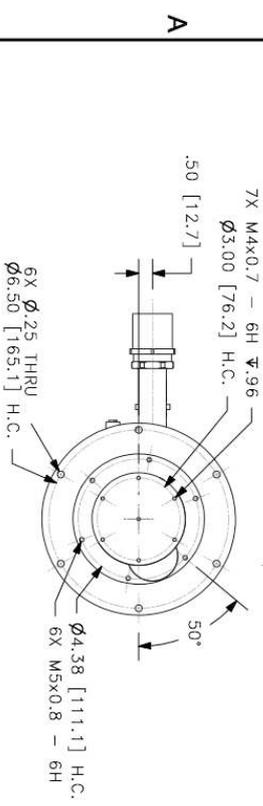
J. Paul

Date: 4-24-01

ALL INFORMATION CONTAINED IN THIS DOCUMENT SHOULD BE USED FOR REFERENCE PURPOSES ONLY & ARE SUBJECT TO CHANGE WITHOUT PRIOR NOTIFICATION. ALSO, THIS DOCUMENT IS CONSIDERED PROPRIETARY & THE SOLE PROPERTY OF CRYOMECH, INC. & SHOULD NOT BE REPRODUCED IN ANY MANNER WITHOUT PRIOR WRITTEN APPROVAL.



****SPECIAL NOTE: COLDHEAD MUST BE OPERATED COLD END DOWN****



THIRD ANGLE PROJECTION

CRYOMECH, INC.
 113 FALSO DRIVE SYRACUSE N.Y. 13211
 TEL(315)455-2555 FAX(315)455-2544

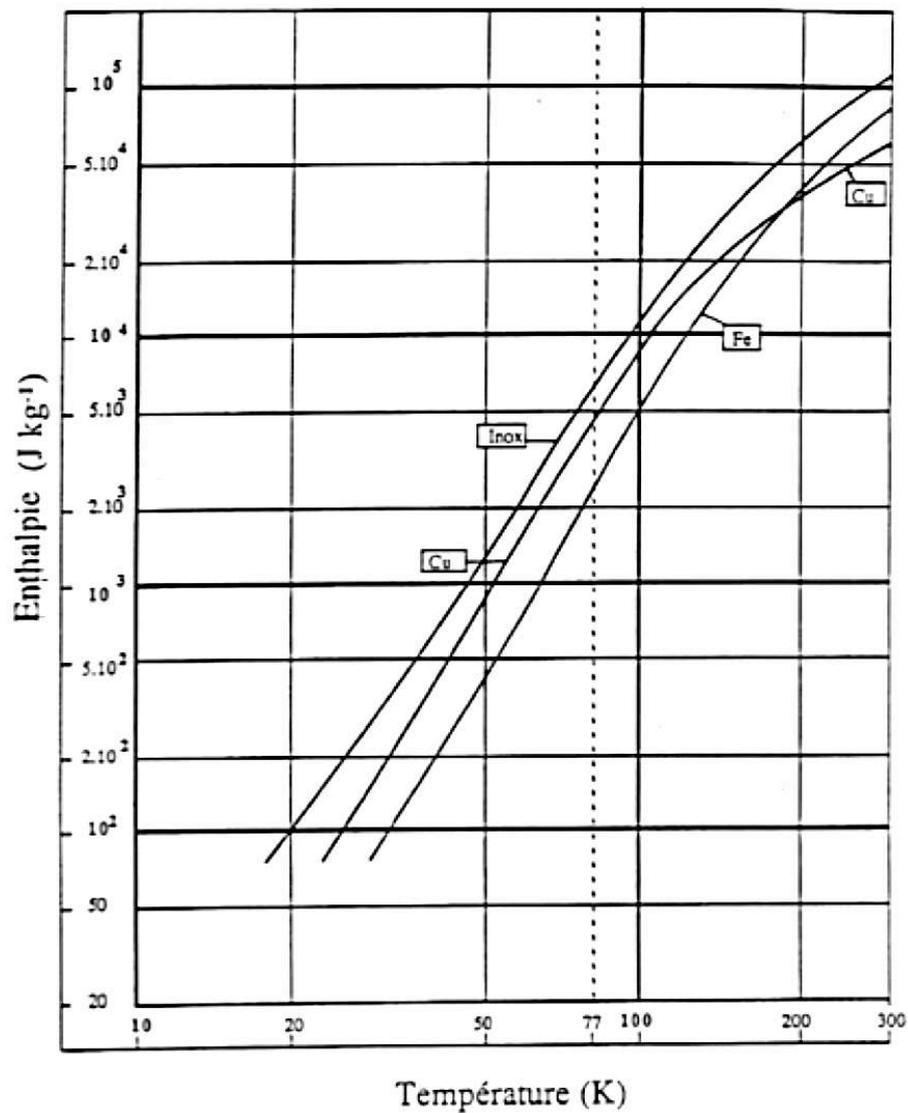
ALL DIMENSIONS ARE IN INCHES
 TOLERANCES: FRACTIONS $\pm 1/64$ DECIMALS $\pm .005$ ALLOWER FINISH 25 Rd
 ANGLES $\pm 1/2$
 UNLESS OTHERWISE SPECIFIED (UNLESS OTHERWISE SPECIFIED)
 NAME: CH40405 COLDHEAD OUTLINE
 DWG #: CH40405
 MATERIAL: 103-18

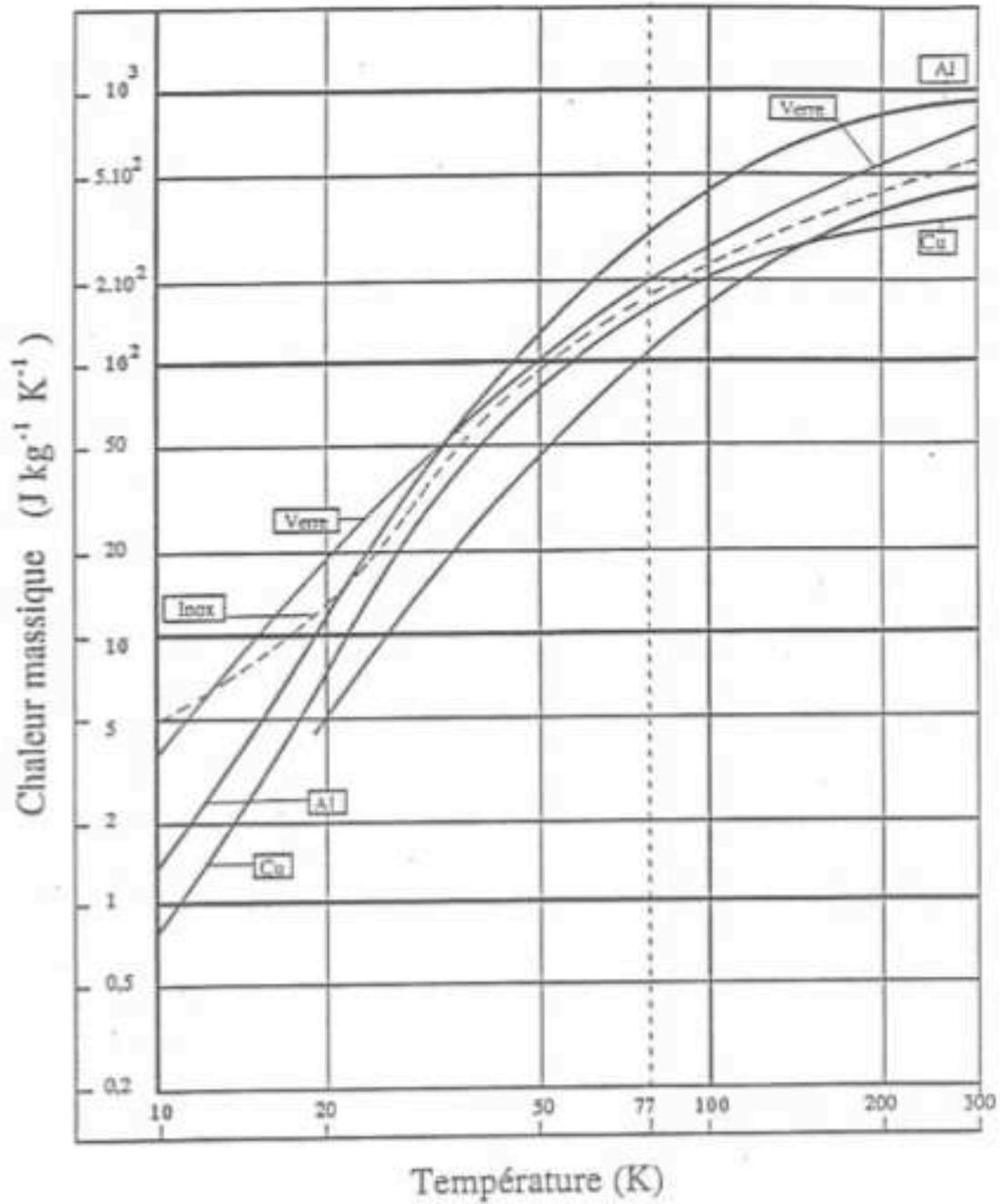
DWN BY: FCJ DATE: 09JAN03 SCALE: 175 DWG SIZE: A
 1ST CHK: KAH DATE: 09JAN03 2ND CHK: RED DATE: 09JAN03
 CUST:

THIS DRAWING SUPERSEDES CHPT405

110d	-	INITIAL RELEASE	25MAY06
ECN	ZONE	REV	DESCRIPTION

PROPRIÉTÉS DES SOLIDES ET FLUIDES À BASSE TEMPÉRATURE





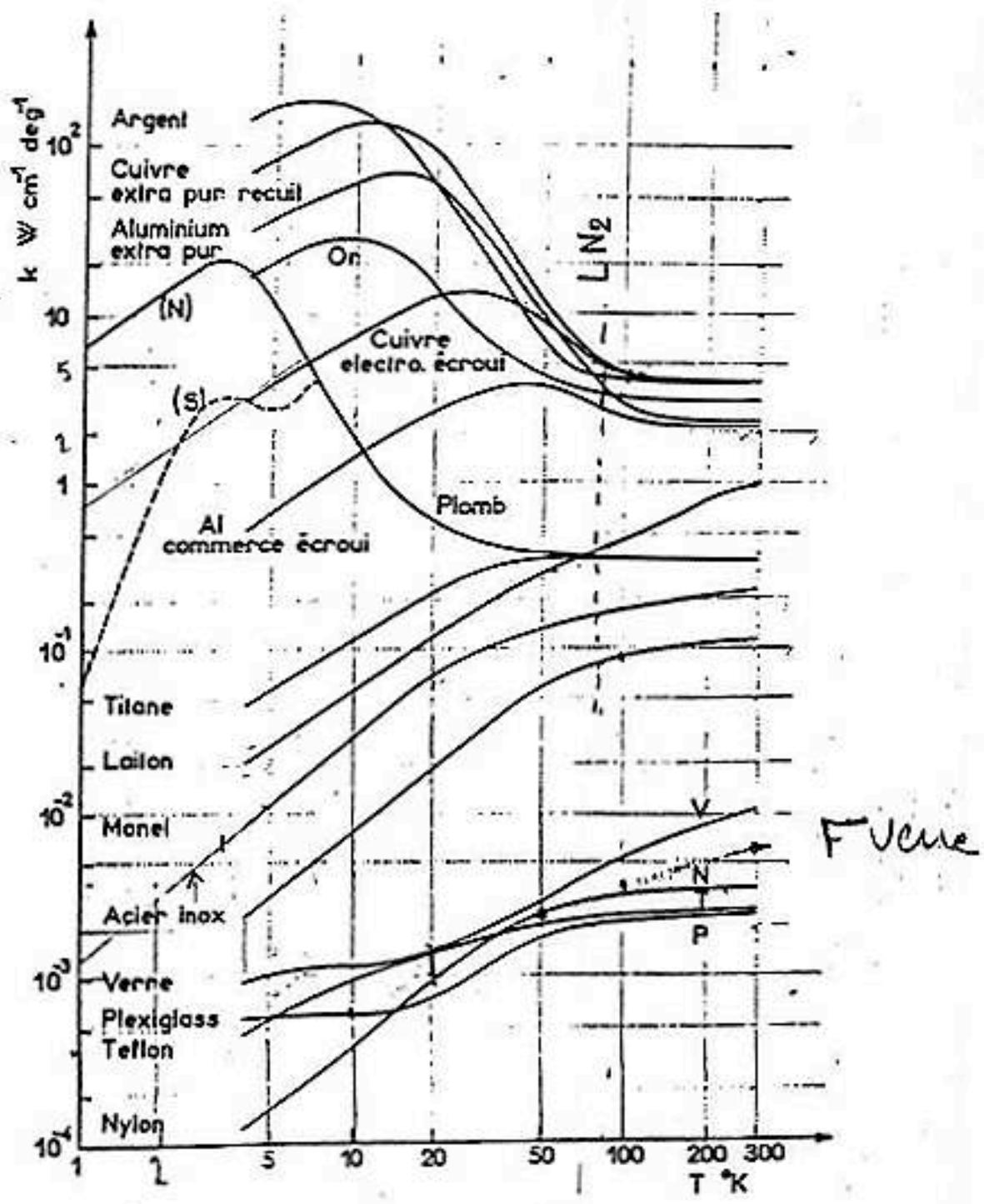


Fig. 1 - Conductibilité thermique de quelques matériaux

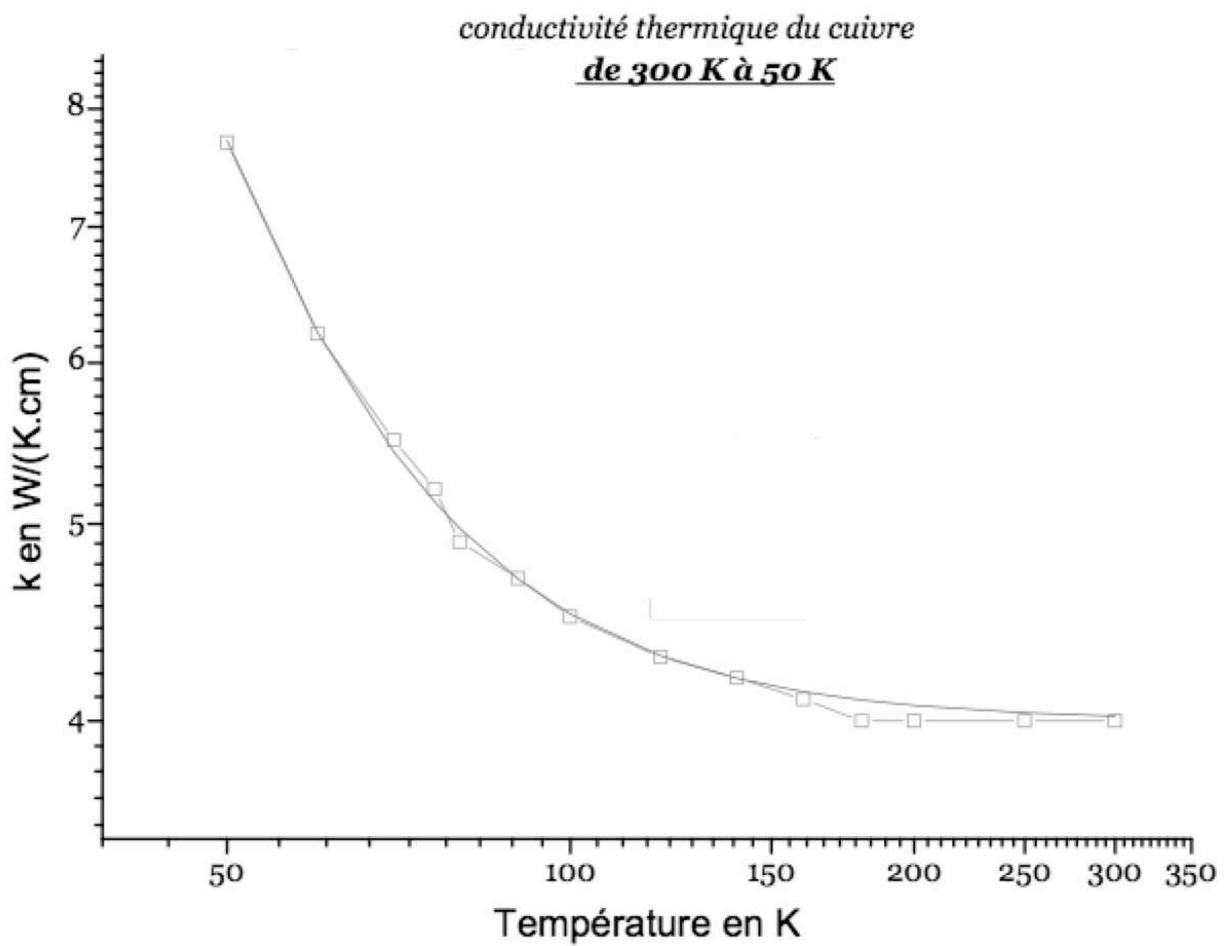


FIG. B.1: Conductivité du cuivre entre 300 et 50 K forme suivante : $k = 4 + aT^{-3}$ avec $a=47,35.10^4 \text{ W.K}^2.\text{cm}^{-1}$

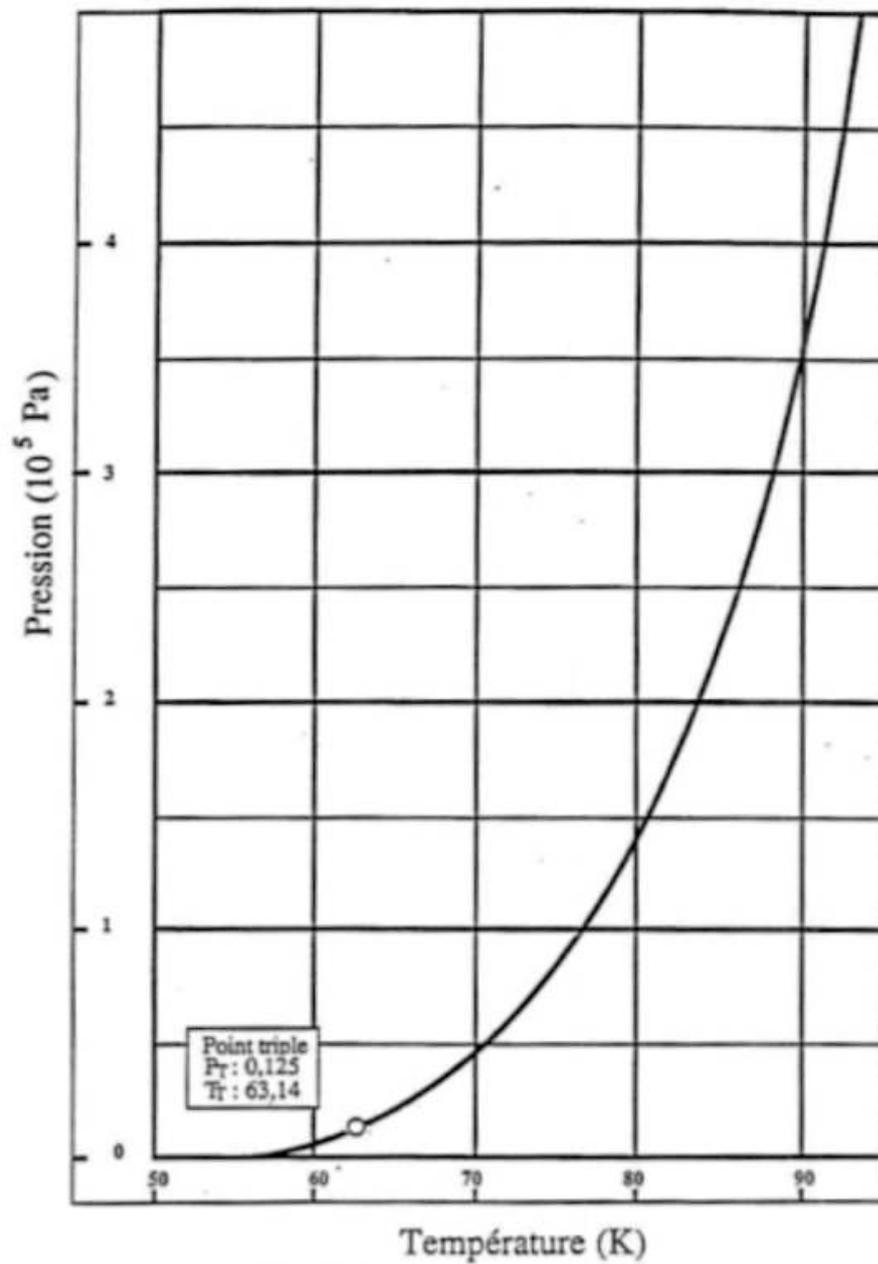
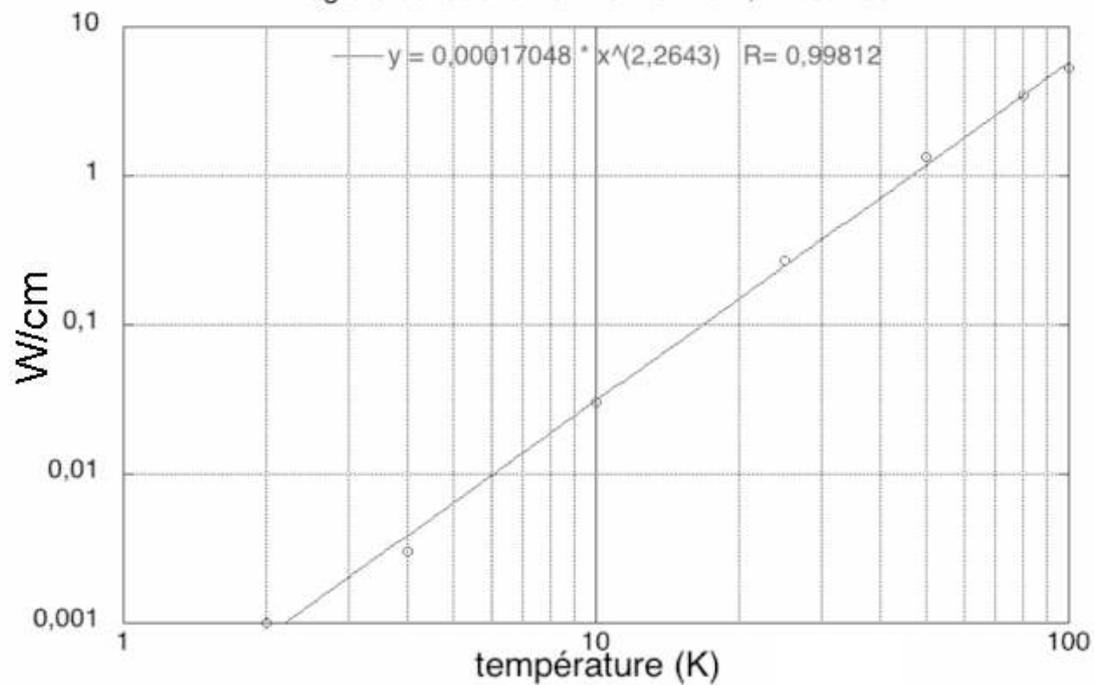
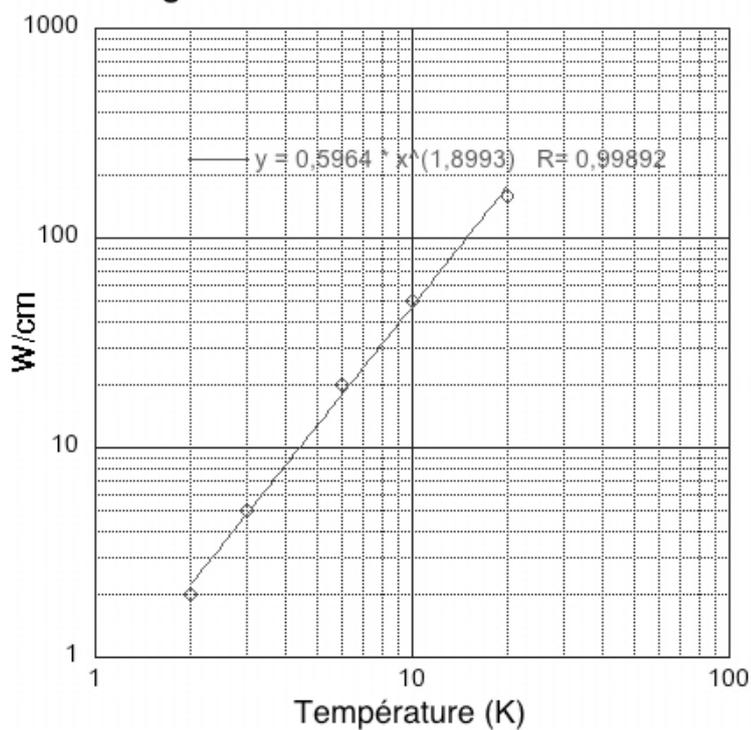


Fig. 1.1.5. Tension de vapeur de l'azote liquide
(d'après V.J. Johnson - Compendium)

Intégrale conductibilité INOX entre 1,2 K et 100 K



Intégrale conductibilité du cuivre 1K-20K



"CHAUSSETTE SUPERISOLANTE"

La pose de superisolation est d'une part coûteuse et d'autre part assez fastidieuse à réaliser lorsque l'on souhaite obtenir quelque chose de propre et efficace. Nous avons donc mis au point un écran composé uniquement de superisolation. Celle-ci est maintenue par une structure légère qui se refroidit à la vitesse du superisolant. Des espaceurs en permalloy (très fragiles...) ont été utilisés afin d'assurer le centrage de la structure lorsque nous utilisons l'enceinte à vide d'origine qui était assez étroite.



"PHOTOS DU CRYOSTAT ET DU RÉFRIGÉRATEUR"



FIG. D.1: Vue d'ensemble du cryostat à dilution

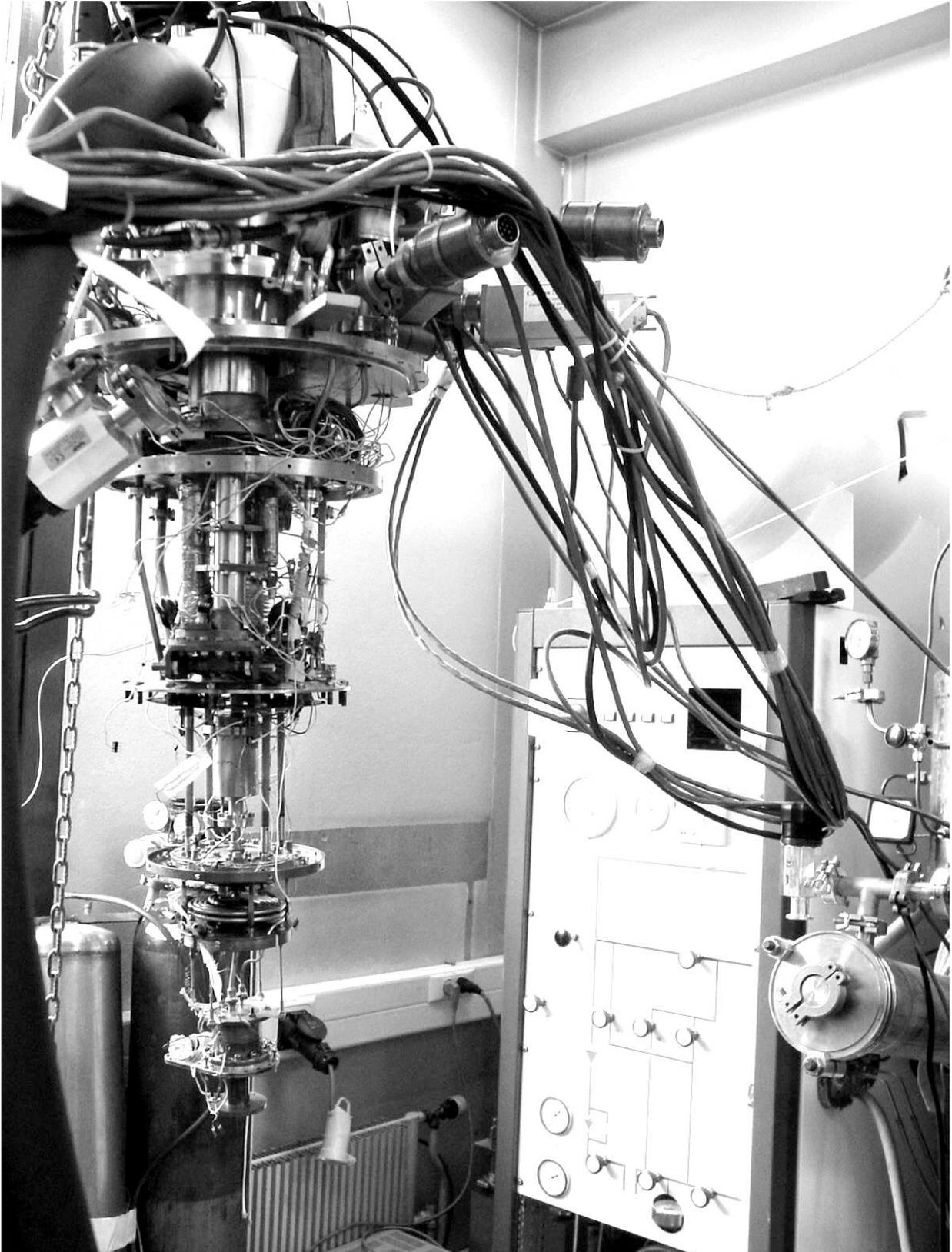


FIG. D.2: Vue d'ensemble de la canne à dilution

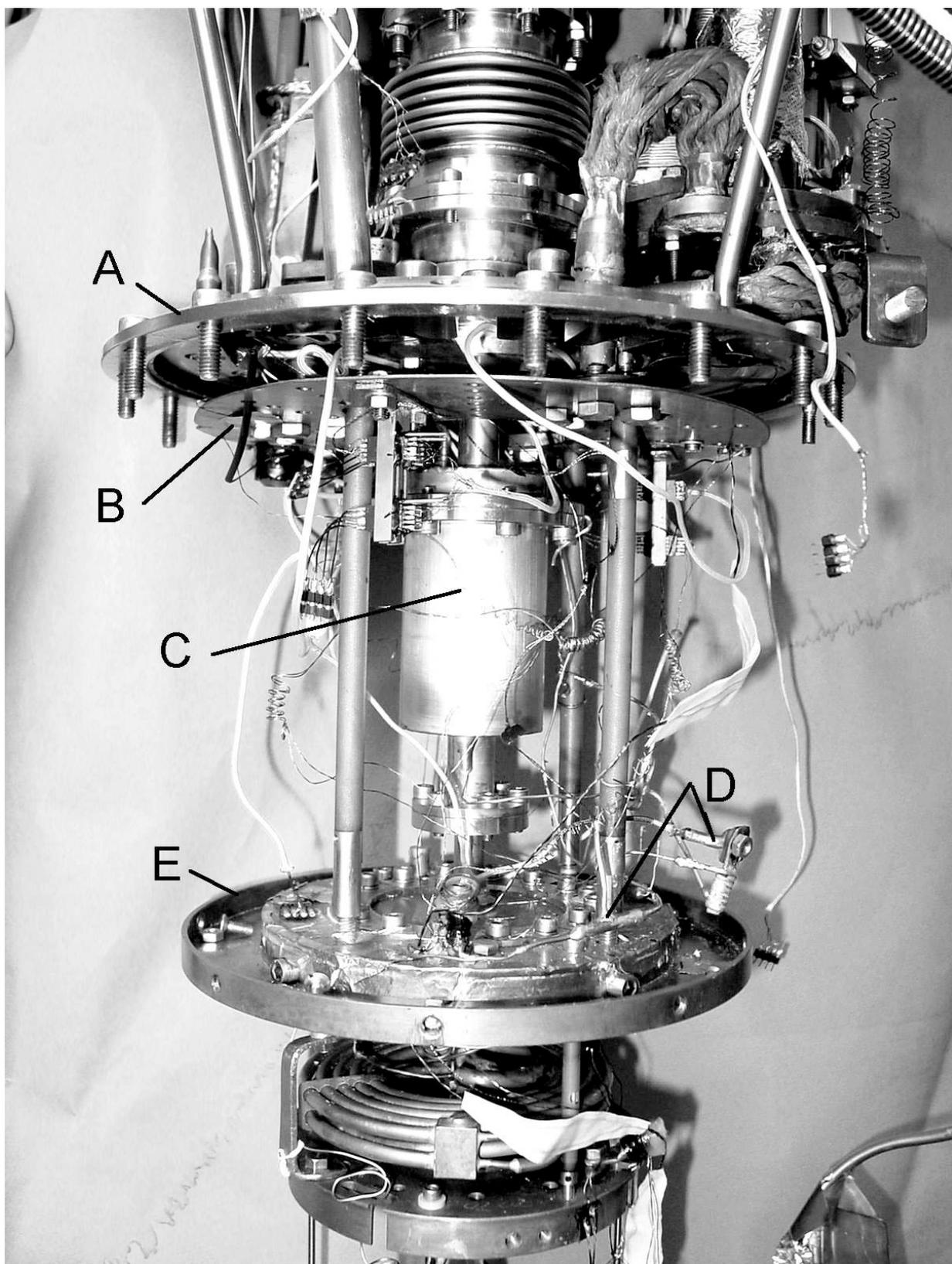


FIG. D.3: Détails : "A" bride du calorimètre; "B" plaque 4 K; "C" échangeur JT; "D" mesure de température et de pression avant la détente JT; "E" Evaporateur et bride porte écran

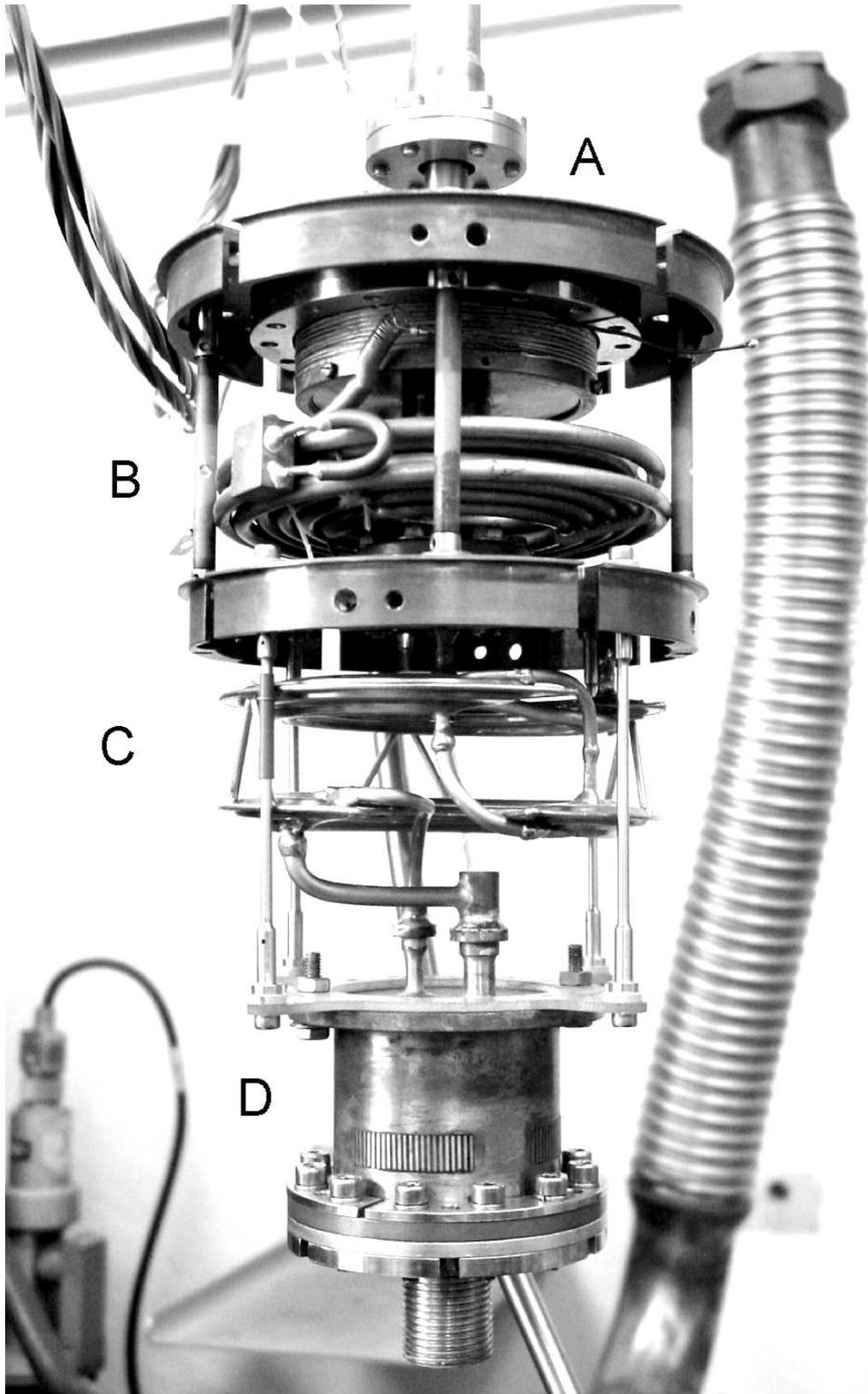


FIG. D.4: Calorimètre et réfrigérateur à dilution. "A" Evaporateur; "B" Echangeur continu; "C" échangeur discrets; "D" boîte à mélange

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Thomas PROUVÉ, A. Ravex, T. Trollier and J. Tanchon "Free Third stage cooling for two stage 4 K pulse tube" 14 ICC (2006), Annapolis
- [2] Thomas PROUVÉ, H. Godfrin, C. Gianèse, S. Triqueneaux, A. Ravex " Pulse-tube dilution refrigeration below 10/mK" QFS 2006 parution JLTP
- [3] <http://www.airliquide.com>
- [4] <http://www.cryomech.com>
- [5] C. WANG and P.E. Gifford "Performance Characteristics of a 4 K Pulse tube in Current Applications" 11 ICC, june 2005, Keystone, Co. Paper No 17.
- [6] I. CHARLES, Thèse INPG, 1998
- [7] S. ZHU, M. Nogawa, T. Inoue " 4 K Pulse tube refrigerator and excess cooling power", Cryocoolers 11, Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York (2001), pp 243-248.
- [8] NIST TECHNICAL NOTE 1334 Thermophysical Properties of Helium-4 from 0.8 to 1500K with pressures to 2000MPa Vincent D. Arp and Robert D. McCarty
- [9] AirLiquide (US patent N° 6,915,642)
- [10] O.V. LOUNASMAA, Experimental principles and methods below 1 K, Academic Press (1974)
- [11] F. POBELL, Matter and methods at low temperatures, Springer (1996)
- [12] CNRS cours de cryogénie pour ingénieur, formation permanente, 1996
- [13] E. GMELIN, M. Asen-Palmer, M. Reuther and R. Villar "Thermal boundary resistance of mechanical contacts between solids at sub-ambient temperatures" J. Physics D : Appl. Phys 32 (1999) pp 19-43
- [14] R. R. CONTE "Eléments de cryogénie" MASSON 1970
- [15] H. LONDON Proceedings international conference on low temperature, 1951
- [16] Ray RADEBAUGH NBS technical note 362, 1967
- [17] Yves LAUMOND, Thèse d'Etat, Université de Grenoble, 1972
- [18] Conventional cycle dilution refrigerator down to 2 mK, G. FROSSATI, H. Godfrin, B. Hebral, G. Schumacher, D. Thoulouze. Proc. Ultralow Temperatures Symposium, Hakone, Japan (1977)
- [19] G. FROSSATI, J. Phys. (France) Colloque C6, 39, 1578 (1978).

- [20] Giorgio FROSSATI, Thèse d'Etat, Université de Grenoble, 1978
- [21] Gérard SCHUMACHER, Thèse d'Etat, Université de Grenoble, 1978
- [22] Henri GODFRIN, Thèse d'Etat, Université de Grenoble, 1981
- [23] Cours de CONVECTION Favre Marinet Cours INPG
- [24] Kurt UHLIG "³He/ ⁴He dilution refrigerator without a pumped ⁴He stage" *Cryogenics* 27 (1987) pp 454-457
- [25] Kurt UHLIG and W. Hehn "³He/ ⁴He dilution refrigerator with Gifford-McMahon pre-cooling" *Cryogenics* 33 (1993) pp 1028-1031
- [26] Kurt UHLIG and W. Hehn "³He/ ⁴He dilution refrigerator combined with Gifford-McMahon cooler" *Cryogenics* 34 (1994) pp 587-589
- [27] Kurt UHLIG and W. Hehn "³He/ ⁴He dilution refrigerator precooled by Gifford-McMahon refrigerator" *Cryogenics* 37 (1997) pp 279-282
- [28] Y. KOIKE et al "A dilution refrigerator using the pulse tube and GM hybrid cryocooler for neutron scattering, *Cryogenics* 39 (1999) p, 579-583
- [29] Kurt UHLIG "³He/ ⁴He dilution refrigerator with pulse tube refrigerator precooling" *Cryogenics* 42 (2002) pp 73-77
- [30] Kurt UHLIG "Dry dilution refrigerator with pulse tube precooling" *Cryogenics* 44 (2004) pp 53-57
- [31] J. KRAUS al "Enthalpy-pressure (H-p) diagram of ³He in the range 1 K < T < 4,17 K and 0 < p < 6,5 atm and inversion curve for T < 4,17 K *Cryogenics* 14 (1974) pp 29-35
- [32] HUANG P-H and T-S diagrams of ³He from 0.2 K to 20 K *Cryogenics* 45 2005 p 687-693
- [33] John C. WHEATLEY, O.E. Vilches and W.R. Abel "Principles and methods of dilution refrigeration " *Physics* Vol. 4, No.1, 1968 pp 1-64
- [34] John C. WHEATLEY, R.E. Rapp and R.T. Johnson "Principles and methods of dilution refrigeration II " *JLTP*. Vol 4, No.1, 1971 pp 1-39
- [35] W. WEI and R. Rosenbaum "Capillary flow impedances for the dilution refrigerator" *Cryogenics* 29 (1989) pp 71-72