



HAL
open science

Développement de la réfrigération à dilution ^3He - ^4He en cycle fermé pour les futures missions scientifiques en satellite

Florian Martin

► **To cite this version:**

Florian Martin. Développement de la réfrigération à dilution ^3He - ^4He en cycle fermé pour les futures missions scientifiques en satellite. Physique [physics]. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2009. Français. NNT: . tel-00458176v3

HAL Id: tel-00458176

<https://theses.hal.science/tel-00458176v3>

Submitted on 30 Oct 2010

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
Ecole Doctorale de Physique

THÈSE DE DOCTORAT
spécialité
PHYSIQUE POUR L'INSTRUMENTATION

présentée par
Florian MARTIN

pour obtenir le titre de
DOCTEUR EN PHYSIQUE

DÉVELOPPEMENT DE LA RÉFRIGÉRATION À DILUTION
 ^3He - ^4He EN CYCLE FERMÉ POUR LES FUTURES MISSIONS
SCIENTIFIQUES EN SATELLITE

soutenue le 14 Décembre 2009
devant la commission d'examen composée de :

Alain RAVEX	Président
A.T.A.M DE WAELE	Rapporteur
Jean-Côme LANFRANCHI	Rapporteur
Alain BENOIT	Directeur de Thèse
Gérard VERMEULEN	Directeur de Thèse

Travail réalisé sous la direction de Gérard Vermeulen,
Phillipe Camus et Alain Benoit à l'Institut Néel, CNRS/UJF

*Le regard tourné vers les étoiles et les pieds dans la terre,
nous essaierons de comprendre ce que nous ne pouvons atteindre.*

Table des matières

Introduction	1
1 L’Univers et la Cryogénie	5
1.1 Détecteurs à basse température	6
1.2 Futures missions	8
2 Réfrigérateur à dilution et microgravité	11
2.1 Principe du refroidissement par dilution d’ ^3He dans l’ ^4He	11
2.2 Pression osmotique et Pression fontaine	12
2.3 Processus de dilution	15
2.3.1 Dilution de l’ ^3He dans l’ ^4He à $d\mu_4 \neq 0$	16
2.3.2 Dilution de l’ ^3He dans l’ ^4He à $d\mu_4 = 0$	18
2.4 Réfrigérateur à dilution classique	18
2.5 Réfrigérateur à dilution en cycle ouvert	22
2.5.1 Échangeur diphasique	24
2.5.2 Extracteur	26
2.5.3 Puissance froide	26
2.6 Conclusion	27
3 Échangeur et superfuite, première approche	29
3.1 Principe de la séparation	30
3.2 Modélisation des échangeurs	31
3.2.1 Modèle de l’extracteur	31
3.2.2 Modèle de l’échangeur diphasique	33
3.3 Études expérimentales de l’échangeur	38
3.3.1 Dispositif expérimental	39
3.3.2 Mesures et résultats	42
3.4 Séparation isotopique par superfuite	51
3.4.1 Principe de l’expérience	51
3.4.2 Dispositif expérimental	52
3.4.3 Résultats	52

3.5	Conclusion	53
4	Réfrigérateur à dilution en cycle fermé	55
4.1	Description du cycle fermé	55
4.1.1	La pompe à pression fontaine	56
4.1.2	Le bouilleur	58
4.1.3	Étage de prérefroidissement	62
4.2	Dispositif expérimental	63
4.2.1	Canne cryogénique	63
4.2.2	Thermométrie	69
4.2.3	Chauffages	70
4.2.4	Panneau de circulation ^3He	71
4.2.5	Mesures	71
4.3	Expériences et Résultats	74
4.3.1	Pompe à pression fontaine	74
4.3.2	Bouilleur	82
4.3.3	Échangeurs	90
4.4	Conclusion	104
5	Perspectives	107
5.1	Echangeur	107
5.1.1	Modélisation de l'échangeur diphasique	108
5.1.2	Étude de l'extracteur	109
5.1.3	Diamètre maximum des capillaires	110
5.1.4	Puissance froide sur l'échangeur	110
5.2	Bouilleur	111
5.3	Pompe à pression fontaine	112
5.3.1	Mesure du débit d' ^4He	112
5.3.2	Étude de différents matériaux pour superfuite	113
5.4	Développement pour le spatial	114
5.4.1	Spécifications de l'étage de prérefroidissement	114
5.4.2	Étude du réfrigérateur en pression contrôlée	114
5.4.3	Intégration d'une pompe spatialisable	114
5.4.4	Intégration du réfrigérateur avec un instrument	116
5.4.5	Construction d'un prototype	116
	Conclusion	117
A	Conductivité thermique de matériaux supports	119
A.1	Contexte et motivation	119
A.2	Aspects théoriques	121

A.3	Aspects expérimentaux	121
A.3.1	Mesure de la puissance	123
A.3.2	Mesure de la température	125
A.3.3	Temps d'équilibre	126
A.3.4	Conductivité transverse	127
A.4	Résultats	127
A.4.1	Série 1	127
A.4.2	Série 2	129
A.5	Conclusion	132
	Bibliographie	135

Merci à vous !

Tout d'abord merci à vous qui lisez et allez lire (entièrement) ce manuscrit. Avant d'entrer dans le cœur du sujet, une petite digression s'impose pour remercier tout ceux qui ont apporté leur aide, savoir, argent, soutien, technique,... bref tout ceux qui ont fait que cette thèse a été menée jusqu'au bout.

Alain BENOIT, Gérard VERMEULEN et Philippe CAMUS m'ont accueilli dans leur équipe et dirigé durant ces trois ans. Cela n'a pas toujours été facile, mais au final ils m'ont chacun fait découvrir, partager leur vision, certes différentes, du travail passionnant qu'est la recherche. Et pour cela je vous remercie.

Il a été aussi très passionnant de travailler avec le Centre National d'Etude Spatial et l'Air Liquide. Ils ont financé ma bourse de thèse mais ont aussi été des interlocuteurs très pertinents et attentifs à mes travaux de recherches. Je remercie spécialement Sébastien TRIQUENAU et Thierry TIROLIEN, mes interlocuteurs à Air Liquide et au CNES. Cette diversité des profils a été très riche en enseignement : de la physique de l'hélium superfluide aux aspects de construction mécanique du réfrigérateur dans le satellite en passant par les aspects de politiques de financement du projet. Merci à vous.

L'écriture de la thèse est bien sur un travail, difficile, principalement solitaire. Mais ce travail a été facilité par ceux qui ont accepté de prendre du temps pour relire, corriger et apporter des modifications à ce manuscrit, donc merci à Jean-Jacques et Etienne, surtout pour celles de dernières minutes. Evidemment un très grand merci à l'équipe de corrections : Marie, Natacha, Tiffany et Laëtitia, cela m'a fait très plaisir que vous acceptiez de relire ce manuscrit auquel vous n'avez pas du comprendre grand chose.

Merci à Alain RAVEX d'avoir présidé le jury de thèse. Merci à A.T.A.M De WAELE et à Jean Côme LANFRANCHI d'avoir accepté d'être les rapporteurs de ma thèse. Merci à vous pour vos encouragements.

Pour mener à bien cette thèse plusieurs expériences ont été construites. Ces expériences n'auraient pu être menées à bien et donner des si bons résultats sans la participation des personnels techniques de l'institut néel, le pôle cryogénie, le pôle mécanique, le SERAS, le service électronique et bien entendu le liquéfacteur qui a su toujours nous fournir de l'hélium liquide même pendant les moments difficiles. Et merci aussi aux services administratifs de nous faciliter le travail malgré les contraintes qui sont imposées.

Mes amis, mes pensées vont vers vous pour vous exprimer ma gratitude pour tout ce que vous m'avez apporté pendant toutes ces années. Il est difficile de résumer ici tout ce pourquoi je souhaiterai vous remercier, et encore plus difficile de tous vous citer sans en oublier un(e) seul(e) d'entre vous. Ce serait difficile d'expliquer toutes les situations pour lesquelles vous m'avez aidé, épaulé, soutenue. Alors je vais vous illustrer que par un exemple, même si c'est difficile d'en choisir qu'un.

Je ne pouvais pas prendre de temps pour faire le pot de thèse, alors je vous ai appelé au secours. Et vous avez répondu présent et en nombre. Vous avez cuisiné des plats terriblement bons, ce sont les retours des personnes présentes au pot. Et ce, sans que je ne puisse vous aider et que je vous ai obligé à tout cuisiner en bio-local. Vous n'avez pas que mis en place ce pot. Vous avez aussi relevé le défi de faire des expériences "Petits Débrouillards" pour montrer à tous que la science se fait aussi avec des ballons de baudruches et des pics à brochettes. Et enfin vous avez construit votre vision du "Frigo de l'espace", et c'était vraiment génial et magnifique comme idée.

Mais ceci n'est qu'un exemple de ce que vous êtes capables. Plusieurs personnes durant le pot de thèse m'ont dit que vous étiez vraiment formidables, et que c'est précieux d'avoir des amis tel que vous.

Une pensée pour ceux qui nous ont quitté.

Une pensée pour ceux qui nous ont rejoint.

Introduction

L'étude de l'univers passe par la mesure des rayonnements émis par les différents corps célestes (étoiles, poussières, trous noirs, fond diffus cosmologique, ...). A cause de l'absorption de l'atmosphère, une partie du spectre électromagnétique (infra rouge, rayons X,...) ne peut pas être mesuré depuis la surface de la terre : les instruments de mesure doivent donc être envoyés dans l'espace. Les détecteurs utilisés pour ces longueurs d'ondes doivent être refroidis à très basses températures $T < 0.3$ K.

Sur Terre, deux solutions existent pour atteindre ces températures, la désaimantation adiabatique et le réfrigérateur à dilution ^3He - ^4He . Le premier système fonctionne par l'orientation des spins (nucléaires ou électroniques) d'un système de spins paramagnétiques à l'aide d'un champ magnétique. Une fois que les spins sont orientés, le champ magnétique est réduit : les spins absorbent alors de la chaleur pour retourner à leur état initial. Le réfrigérateur à dilution fonctionne par dilution d' ^3He dans l' ^4He , cette dilution est endothermique et se fait en phase liquide. Les isotopes sont ensuite séparés par évaporation de l' ^3He .

L'utilisation dans l'espace de ces réfrigérateurs posent des problèmes dus aux contraintes d'un satellite : la puissance électrique limitée, la tenue aux vibrations, la fiabilité, la longévité et la microgravité. Par exemple pour ce qui est du réfrigérateur à dilution, la faible gravité pose des problèmes de localisation de l'interface liquide-gaz et des phases diluée-concentrée de l' ^3He .

Une des solutions pour refroidir les détecteurs dans l'espace est le réfrigérateur à dilution ^3He - ^4He en cycle ouvert. Dans ce système, l' ^3He est dilué dans l' ^4He mais les isotopes ne sont pas séparés : le mélange est rejeté dans l'espace. De ce fait, ce système est appelé "réfrigérateur à dilution spatialisable en cycle ouvert". Ce réfrigérateur équipe le satellite PLANCK, qui a décollé le 14 mai 2009. Ce réfrigérateur absorbe une puissance de 100 nW à 100 mK durant 2 ans.

La prochaine génération de satellite est beaucoup plus exigeante pour le réfrigérateur sub-kelvin : il doit absorber 1 μW à 50 mK durant 5 à 10 ans. La technique de refroidissement utilisée sur Planck (le réfrigérateur à dilution

spatialisable en cycle ouvert) ne peut pas répondre de façon satisfaisante à ces nouvelles spécifications : il faudrait embarquer plus de 300 000 L CNTP d'hélium sur le satellite, ce qui est inacceptable en terme de coût, de poids, de volume et de difficulté d'approvisionnement du gaz.

Un travail a été mené au CNRS avec le Centre National d'Etudes Spatial (CNES) et l'Air Liquide pour étudier les différentes solutions possibles d'évolution du réfrigérateur à dilution en cycle ouvert. Nous présenterons dans cette thèse la solution actuellement la plus prometteuse et les travaux que nous avons menés pour prouver sa viabilité et son fonctionnement. Le principe retenue est de fermer le cycle du réfrigérateur à dilution.

Le premier chapitre rappelle le contexte général dans lequel s'inscrit cette thèse. Nous décrirons l'intérêt scientifique de faire de la détection dans l'espace grâce à des bolomètres refroidis à basse température. Après avoir expliqué brièvement leur fonctionnement, nous en verrons un exemple d'application : la mission Planck. Nous rappellerons les objectifs scientifiques de cette mission et nous décrirons brièvement le système de réfrigération. Enfin, nous ferons un rapide état des besoins des futurs détecteurs cryogéniques pour satellite. Il apparaîtra clairement que la solution de refroidissement utilisée sur Planck ne peut pas être transposée aux futures missions.

Le deuxième chapitre est consacré au principe de la dilution de l³He dans l⁴He et du mode pratique de fonctionnement. Nous y rappellerons alors le mode de fonctionnement d'un réfrigérateur à dilution classique utilisé dans la plupart des laboratoires. Nous montrerons que ce réfrigérateur ne peut fonctionner tel quel en microgravité. Nous présenterons alors la solution du réfrigérateur à dilution spatialisable en cycle ouvert et ses limites.

Dans le troisième chapitre, nous étudierons une technique de séparation de l³He-⁴He pouvant servir à refermer le cycle du réfrigérateur. L'idée est d'extraire uniquement l⁴He superfluide du mélange à l'aide d'une super-fuite. Cette technique de séparation ne permet pas d'obtenir de l³He pur. La concentration de l³He en sortie de ce système ne devrait pas dépasser les 70 %. Un objectif de ce chapitre sera de déterminer l'impact de la concentration d³He sur le réfrigérateur. Pour cela nous proposons un modèle de la partie chaude du réfrigérateur à dilution spatialisable prenant en compte la concentration d³He. Un deuxième objectif est de dimensionner la partie froide l'échangeur. Pour cela nous reprenons un modèle de l'échangeur pour décrire la partie basse température du réfrigérateur. Pour confronter ces modèles à des mesures, nous avons conçu et construit un réfrigérateur à dilu-

tion en cycle ouvert. Ce réfrigérateur est décrit en détail. Nous comparerons dans un premier temps le modèle de la partie froide du réfrigérateur avec les données expérimentales. Ensuite nous mesurerons l'effet de la concentration d' ^3He sur le réfrigérateur. Nous finirons ce chapitre par l'étude du système de séparation de l' ^3He de l' ^4He . Les mesures montreront que la concentration d' ^3He disponible en sortie n'est pas compatible avec la concentration minimale demandée par le réfrigérateur à dilution. *i.e.* le cycle ne peut pas être refermé par ce système de séparation.

Pour séparer les isotopes, nous proposons au chapitre quatre une technique basée sur l'extraction de l' ^3He par évaporation et de l'extraction de l' ^4He par effet fontaine. Nous montrerons que cette technique de séparation des isotopes satisfait aux spécifications du réfrigérateur à dilution spatialisable. Ce réfrigérateur à dilution en cycle fermé répond aux besoins des futures missions spatiales cryogéniques. Tout d'abord nous ferons une description du système permettant la séparation des isotopes et leur circulation. Les limites de fonctionnement seront définies. Nous verrons aussi comment ce réfrigérateur à dilution en cycle fermé s'interface avec l'étage de prérefroidissement. Nous avons conçu et construit un modèle de test. Ce modèle de test sera décrit et justifié en détail. Nous discuterons les expériences menées sur les trois grandes parties du réfrigérateur à dilution en cycle fermé : la pompe à pression fontaine, le bouilleur et l'échangeur. Les résultats des expériences menées montreront que ce réfrigérateur donne les performances escomptées en termes de puissance frigorifique et de température froide. Le comportement de chaque partie du réfrigérateur est décrit en détail ; les paramètres critiques du réfrigérateur sont discutés.

Enfin, nous aborderons les perspectives de cette thèse. Les études possibles sur chaque partie du réfrigérateur à dilution en cycle fermé seront énumérées. Nous finirons en décrivant les études à mener pour que le concept validé durant cette thèse puisse évoluer vers un prototype de vol.

Chapitre 1

L'Univers et la Cryogénie

L'univers est l'un des plus vieux sujets d'étude de l'homme. Toutes les civilisations ont levé les yeux pour observer et tenter de comprendre comment fonctionnait l'univers. L'observation a naturellement commencé dans le domaine des longueurs d'ondes visibles. Au fur et à mesure des progrès techniques, le spectre d'étude s'est élargi à d'autres longueurs d'ondes. Une des difficultés dans l'observation de l'univers est l'absorption de l'atmosphère aux différentes longueurs d'ondes (figure 1.1). L'atmosphère absorbe

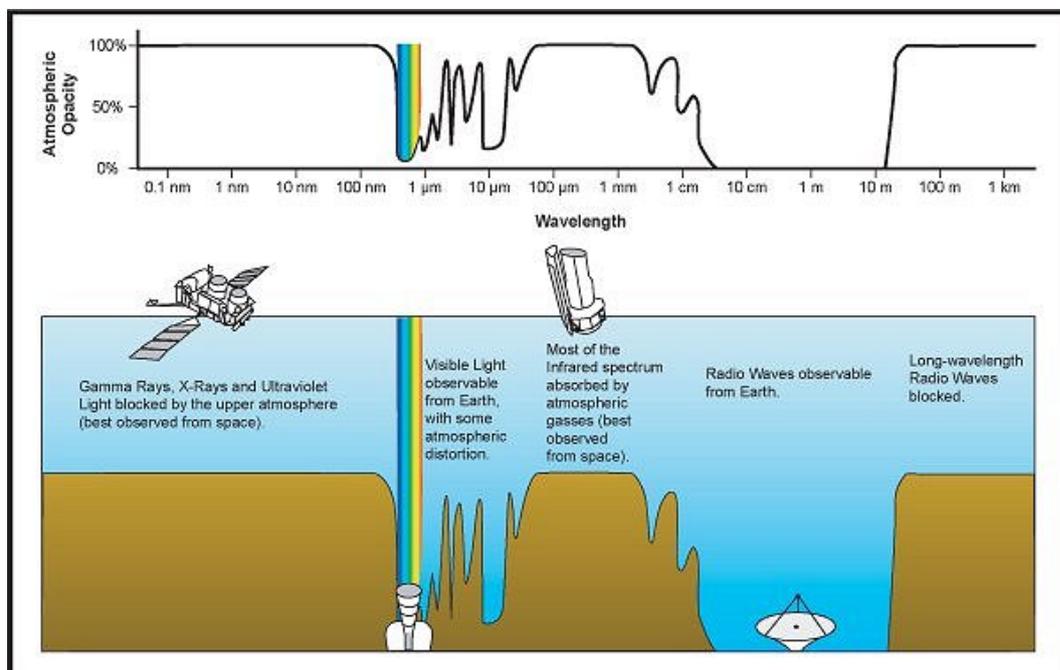


Figure 1.1 – Absorption de l'atmosphère en fonction de la longueur d'onde.

certaines gammes de longueurs d'ondes, les infrarouges et de l'ultra-violet jusqu'aux rayons gammas. L'observation de ces longueurs d'ondes, depuis le sol, est donc très dégradée voire impossible. Il est possible d'avoir recours à des ballons sondes pour réduire l'atténuation de l'atmosphère. Néanmoins la meilleure solution pour observer ces longueurs d'ondes est d'être au dessus de l'atmosphère, dans l'espace.

Par rayonnement de corps noir, toute matière émet de la lumière dans l'infrarouge (IR). Des précautions doivent donc être prises pour qu'un détecteur ne mesure pas de la lumière qu'il a lui même émise. Les détecteurs IR doivent donc être refroidis à basse température. De plus, à très basse température la matière s'échauffe très facilement. Cette propriété rend la matière très sensible à tout rayonnement. Dès qu'un rayonnement arrive sur un matériau absorbant à basse température, la température de ce matériau augmente. L'élévation de la température est une image de l'énergie du rayonnement. Il est donc possible de construire des détecteurs ultra-sensibles à basse température. Nous verrons dans ce chapitre le mode de fonctionnement de ces détecteurs.

Le problème est alors de refroidir ces détecteurs dans l'espace jusqu'à la température nécessaire, $T < 1\text{K}$. Ce point est critique car limite jusqu'à présent le temps de vie du satellite à 3 ans maximum. Les techniques de refroidissement cryogénique sont décrites dans la deuxième partie de ce chapitre.

1.1 Détecteurs à basse température

La détection du rayonnement à basse température est faite par des bolomètres. L'idée du bolomètre est de mesurer la chaleur déposée par un rayonnement (photons ou particules) dans un matériau absorbant. La figure 1.2 schématise ce principe. L'énergie du rayonnement est déposée dans le matériau absorbant sous forme de chaleur. Le thermomètre mesure l'élévation de température du matériau absorbant. La chaleur est évacuée par le lien thermique vers le bain.

A partir de ce principe, on choisit les différents éléments du bolomètre pour optimiser le signal selon la longueur d'onde, l'intensité, la sensibilité voulue, la particule à observer. Les applications des bolomètres sont nombreuses. En conséquence il existe différentes technologies possibles, pour un aperçu des différents développements : on peut se reporter à la référence [1].

La mission Planck est un exemple intéressant de l'utilisation des bolomètres pour le spatial. Nous allons discuter rapidement de cette mission et expliciter pourquoi les bolomètres peuvent remplir les objectifs de cette mission.

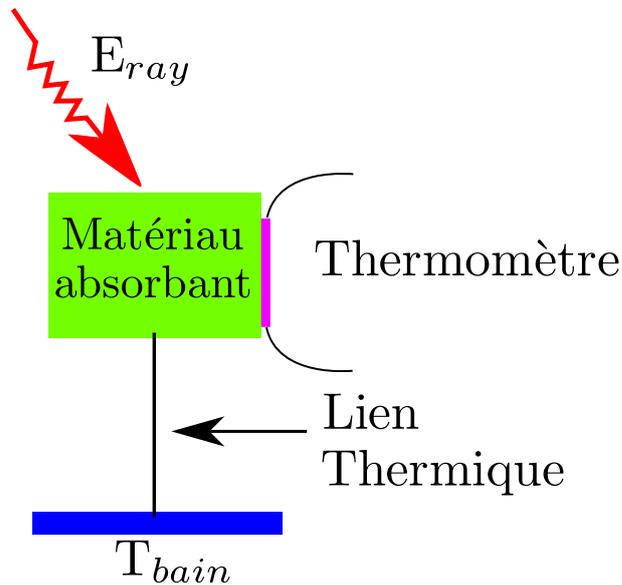


Figure 1.2 – *Principe d'un bolomètre. Le rayonnement dépose de l'énergie dans un matériau absorbant sous forme de chaleur. Cette chaleur est mesurée par l'élévation de température. La chaleur est évacuée par le lien thermique vers le bain.*

Le détecteur Planck/HFI L'objectif principal de la mission Planck est de faire une carte du fonds diffus cosmologique (CMB). Le CMB est la première lumière visible de l'univers. Cartographier cette lumière permettra de mieux connaître, entre autre, l'univers à ses débuts. La lumière émise par le CMB correspond au rayonnement d'un corps noir à $2.726\text{K} \pm 0.002$. Cette température est très uniforme sur l'ensemble de la voûte céleste. Cependant des différences de températures inférieures à 1 mK sont observables. La figure 1.3 est une simulation de la carte qui devrait être extraite après un an de mesure. L'échelle montre que les différences de températures du CMB sont comprises entre $-300\mu\text{K}$ et $300\mu\text{K}$.

Les bolomètres du détecteur HFI (High Field Instrument), donneront une résolution sur la différence de température du CMB jusqu'à $5\mu\text{K}$, voir [2]. Mais pour obtenir une telle résolution le détecteur doit être à une température de 100 mK. Le réfrigérateur doit pouvoir évacuer 100 nW de puissance thermique due aux détecteurs et aux fuites thermiques.

Le refroidissement est assuré par un réfrigérateur à dilution en cycle ouvert. Le fonctionnement de celui-ci sera décrit en détail au cours de cette thèse. L'idée globale de ce réfrigérateur est que le mélange de ^3He dans ^4He absorbe la chaleur. Les deux isotopes mélangés sont ensuite rejetés dans l'es-

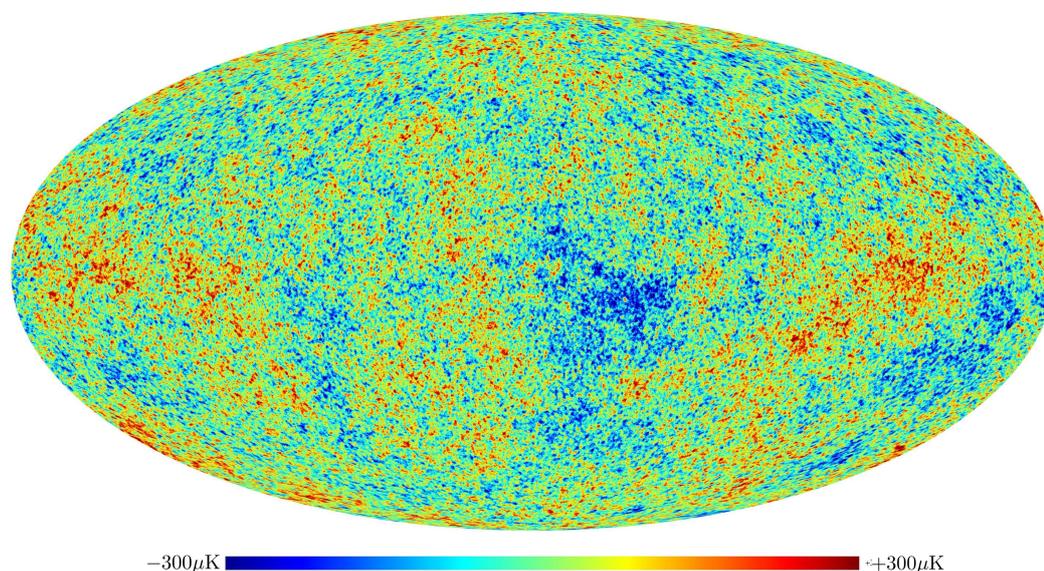


Figure 1.3 – *Simulation de la carte du ciel après 1 an d’observation de Planck. Cette carte montre les différences de températures observées dans le fond diffus cosmologique. Ces différences de températures sont inférieures à 1 mK*

pace. Cette simplicité a un coût. Le temps de vie du satellite dépend de la quantité d’ ^3He et d’ ^4He stockée sur le satellite. Ce système est cependant bien adapté au satellite Planck car sa mission est courte, environ 2 ans.

Nous allons maintenant discuter quelques projets de missions cryogéniques en cours de développement. Les besoins en cryogénie des futurs détecteurs seront comparés avec le cas de référence Planck.

1.2 Futures missions

Les missions en projets sont beaucoup plus ambitieuses en terme de cryogénie que les précédentes. Les missions d’observations IR, SPICA, et rayons X, IXO, demandent chacun une puissance froide de $1\mu\text{W}$ à 50 mK. La mission remplaçante de Planck, CMB-pol (nommé aussi EPIC), a pour spécification $10\mu\text{W}$ à 100 mK [3]. Le tableau 1.1, compare les besoins cryogéniques des différentes missions. Les débits d’hélium déterminent la puissance froide et la température du point froid. Sur Planck le stockage se fait dans des sphères sous haute pression, 300 bars. Différentes solutions ont été proposées pour augmenter le volume d’hélium stocké sur un satellite, stockage à froid,

Mission	PLANCK	SPICA / IXO	CMB-pol (EPIC)
Température (mK)	100	50	100
Puissance froide (μW)	0.1	1	10
Durée de vie (année)	2.5	minimum 5	2
Débit d' ^3He ($\mu\text{mol/s}$)	6	30	60
Débit d' ^4He ($\mu\text{mol/s}$)	18	90	180
Volume d' ^3He à stocker L(CNTP)	11 000	105 000	85 000
Volume d' ^4He à stocker L(CNTP)	33 000	315 000	254 000

Table 1.1 – *Comparaison des besoins des futures missions cryogéniques avec la mission PLANCK. Les débits sont calculés avec le modèle du chapitre 3.*

Le rapport des concentrations d'isotope est égal à celui de Planck.

à 700 bars... Ces solutions ne permettent pas d'augmenter suffisamment la quantité d'hélium stockée pour satisfaire aux besoins des futures missions. De plus, les isotopes de l'hélium se font de plus en plus rares. Approvisionner de telles quantités serait extrêmement compliqué.

Le réfrigérateur à dilution en cycle ouvert ne peut donc pas convenir aux besoins des futures missions. La proposition de cette thèse est d'améliorer le réfrigérateur à dilution spatialisable en refermant le cycle. Cette solution permet de supprimer les sphères de stockage tout en augmentant les débits de circulation d'hélium, donc de gagner en puissance froide et en température. De plus la durée de vie du satellite passe de quelques années à une durée de vie indépendante du système de réfrigération.

Avant de discuter des solutions pour refermer le cycle, les principes du réfrigérateur à dilution sont rappelés. On verra ensuite le réfrigérateur à dilution en cycle ouvert. Les propositions pour refermer le cycle seront alors décrites et étudiées expérimentalement.

Afin de minimiser la puissance requise au point froid, une étude a été menée en parallèle sur les barres de supports des détecteurs. Ces barres doivent tenir les contraintes mécaniques pour supporter les vibrations dues au lancement du satellite par une fusée de type Ariane V et en même temps minimiser la conduction thermique entre l'étage de prérefroidissement ($T > 1\text{K}$) et le point froid $T \approx 50\text{ mK}$. Cette étude est en annexe.

Chapitre 2

Réfrigérateur à dilution et microgravité

Le réfrigérateur à dilution est le système de refroidissement le plus utilisé en laboratoire pour travailler à des températures inférieures à 100 mK. Ce système présente l'avantage de produire du froid en continu en ne créant aucun champ électromagnétique. Dans un premier temps le processus de refroidissement par dilution d' ^3He dans l' ^4He sera présenté. Durant cette présentation, les notions de pressions osmotiques et de pressions fontaines seront abordés. Ces notions seront utiles tout au long de ce manuscrit. Nous expliquerons ensuite le fonctionnement du réfrigérateur à dilution utilisé en laboratoire. De cette explication, nous verrons pourquoi ce système ne peut pas fonctionner en microgravité. Alors nous décrirons le réfrigérateur à dilution spatialisable en cycle ouvert.

2.1 Principe du refroidissement par dilution d' ^3He dans l' ^4He

London et al. ont proposé en 1951 l'idée de la dilution d' ^3He dans l' ^4He comme technique de refroidissement pour atteindre des températures inférieures à 1K. Nous reprenons ici l'explication de leur publication de 1962 [4]. A basse température, l'entropie de l' ^4He est très petite. Une solution d' ^3He - ^4He peut donc être vue comme un système avec une seule composante, où cette composante serait de l' ^3He , l' ^4He modifiant seulement le volume occupé par l' ^3He . La séparation du mélange en deux phases, voir la figure 2.1, peut être vue comme l'équilibre d'un quasi-liquide, la phase concentrée en ^3He , avec un quasi-gaz, la phase diluée en ^3He . Quand une solution d' ^3He est diluée, le refroidissement résulte en partie du travail fourni pendant la détente

du "quasi-gaz" d' ^3He . Mais la plus grande contribution est due à la chaleur de transition du concentré vers le dilué. Dans ce processus, la pression osmotique du mélange ^3He - ^4He joue le rôle de la pression dans l'analogie à une composante. Nous allons maintenant décrire en détail la pression osmotique,

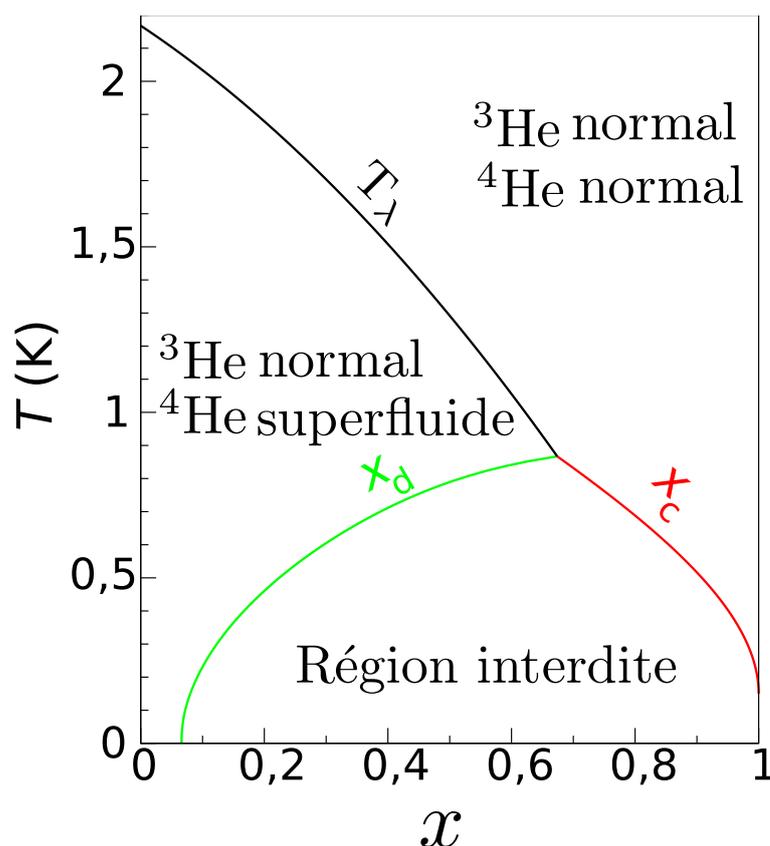


Figure 2.1 – Diagramme de phase ^3He - ^4He , d'après Chaudhry [5].

puis nous écrivons les équations du processus de dilution.

2.2 Pression osmotique et Pression fontaine

Cette partie reprend l'explication de la pression osmotique donnée par Lounasmaa [6].

Considérons deux réservoirs, A et B, de volume V_A et V_B . Ces deux réservoirs sont remplis avec du mélange ^3He - ^4He et connectés ensemble par

une superfuite¹. Les réservoirs sont isolés thermiquement l'un de l'autre et de l'environnement. A partir des équations de la thermodynamique on peut écrire :

$$dU_A = T_A dS_A - P_A dV_A + \mu_{3A} dn_{3A} + \mu_{4A} dn_{4A} \quad (2.1)$$

Où U_A est l'énergie interne du mélange A à la température T_A et à la pression P_A , S_A est l'entropie dans A, n_{3A} et n_{4A} sont respectivement le nombre de moles d'³He et d'⁴He dans le volume A. μ_{3A} et μ_{4A} sont les potentiels chimiques de l'³He et de l'⁴He. De la même manière :

$$dU_B = T_B dS_B - P_B dV_B + \mu_{3B} dn_{3B} + \mu_{4B} dn_{4B} \quad (2.2)$$

Déplaçons des atomes d'⁴He superfluide, au travers de la superfuite, de B vers A. Ce processus est caractérisé par : $dV_A = dV_B = 0$, le volume des réservoirs est constant, $dS_A = dS_B = 0$ car le superfluide ne transporte pas d'entropie, $dn_{3A} = dn_{3B} = 0$, l'³He ne peut pas passer par la superfuite, $dn_{4A} = -dn_{4B}$, $dU = dU_A + dU_B = 0$, la condition d'équilibre dans le système totale correspond au minimum de l'énergie interne. En utilisant l'équation (2.1) et (2.2), nous obtenons $\mu_{4A} = \mu_{4B}$. En généralisant ce résultat nous trouvons que, à l'équilibre, le potentiel chimique partiel de l'⁴He est constant dans toute la phase superfluide, c'est à dire :

$$\nabla \mu_4 = 0 \quad (2.3)$$

C'est une propriété très connue du superfluide. Cette égalité est réalisée en régime quasi-stationnaire : si la vitesse du superfluide est trop élevée des phénomènes dissipatifs entre en jeu tel que la friction mutuelle entre le superfluide et le normal (ou l'³He), la viscosité. La question de la vitesse critique séparant les deux régimes est discutée à la section 4.3.1.

Ce résultat va être utilisé pour calculer la pression osmotique Π et la variation de la concentration d'³He dans le dilué en fonction de la température.

Considérons encore deux réservoirs, A et B, reliés par une superfuite : voir figure 2.2. Le réservoir A est rempli d'⁴He liquide pur à $P = 0$, $T = 0$ et $x = x_a = 0$, où x est la concentration en ³He. Le réservoir B est rempli d'un mélange dilué d'³He dans de l'⁴He liquide à $(P_B, T_B, x = x_B)$. La relation de thermodynamique :

$$d\mu_{4D} = \left(\frac{\partial \mu_{4D}}{\partial P} \right)_{T, x_D} dP + \left(\frac{\partial \mu_{4D}}{\partial T} \right)_{P, x_D} dT + \left(\frac{\partial \mu_{4D}}{\partial x_D} \right)_{T, P} dx_D \quad (2.4)$$

1. Une superfuite est un matériau poreux dont les pores sont suffisamment petits pour que le normal ne puisse pas passer. Cependant le superfluide passe au travers de cette superfuite sans perte de charge.

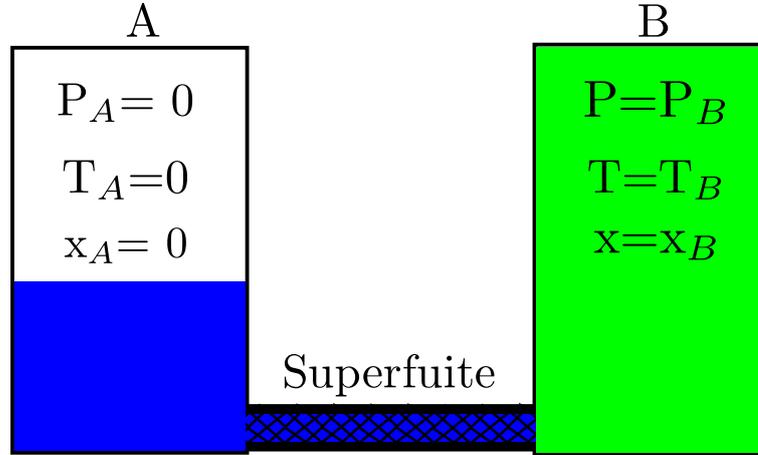


Figure 2.2 – Pression au travers d’un superfuite. Selon l’équation (2.3), $\mu_4(0,0,0) = \mu_{4D}(P_B, T_B, x_B)$. Ajouter de $l^3\text{He}$ au superfluide fait baisser μ_{4D} alors que la pression l’augmente. Ceci explique pourquoi la pression de B est plus haute que dans A.

peut être intégrée :

$$\begin{aligned} \mu_{4D}(P_B, T_B, x_B) - \mu_{4D}(0, 0, 0) &= \int_0^{P_B} \left(\frac{\partial \mu_{4D}}{\partial P} \right)_{T=0, x_D=0} dP \\ &+ \int_0^{T_B} \left(\frac{\partial \mu_{4D}}{\partial T} \right)_{P=P_B, x_D=0} dT \\ &+ \int_0^{x_B} \left(\frac{\partial \mu_{4D}}{\partial x_D} \right)_{T=T_b, P=P_B} dx_D \quad (2.5) \end{aligned}$$

Si on prend en compte la relation de Gibbs-Duhem :

$$x_D \left(\frac{\partial \mu_{3D}}{\partial x_D} \right)_{P,T} + (1 - x_D) \left(\frac{\partial \mu_{4D}}{\partial x_D} \right)_{P,T} = 0 \quad (2.6)$$

et si on remarque que :

$$\left(\frac{\partial \mu_{4D}}{\partial P} \right)_{T=0, x_D=0} = v_4 \quad (2.7)$$

et

$$\left(\frac{\partial \mu_{4D}}{\partial T} \right)_{P=P_B, x_D=0} = -s_4 \quad (2.8)$$

Où v_4 et s_4 sont le volume molaire et l'entropie molaire. En utilisant les équations (2.3) et (2.5) on arrive à

$$\int_0^{P_B} v_4 dP - \int_0^{T_B} s_4 dT + \int_0^{x_{DB}} \left(\frac{x_D}{1-x_D} \frac{\partial \mu_{3D}}{\partial x_D} \right)_{T,P} dx_D = 0 \quad (2.9)$$

Comme v_4 est indépendant de P , Nous obtenons :

$$P_B = \frac{1}{v_4} \int_0^{x_{DB}} \left(\frac{x_D}{1-x_D} \frac{\partial \mu_{3D}}{\partial x_D} \right)_{T,P} dx_D + \frac{1}{v_4} \int_0^{T_B} s_4 dT \quad (2.10)$$

Le premier terme du membre de droite est appelé la pression osmotique, $\Pi(x_D, T)$, et le second est la pression fontaine, $P_{fp}(T)$. Cette équation peut alors être réécrite et généralisée si P_A n'est plus nulle :

$$P_B - \Pi(x_B, T) - P_{fp}(T) = P_A \quad (2.11)$$

$$P_B = \Pi(x_B, T) + P_{fp}(T) + P_A \quad (2.12)$$

La pression dans le réservoir B est donc la somme des pressions thermodynamique et de la pression dans le réservoir A. La pression fontaine, P_{fp} , existe quand il y a un gradient de température dans le superfluide. La pression osmotique Π existe quand il y a un gradient de concentration et/ou de température dans un mélange ${}^3\text{He}$ - ${}^4\text{He}$.

Nous allons maintenant discuter comment ces pressions interviennent sur le processus de dilution

2.3 Processus de dilution

Pour la dilution adiabatique, il y a le choix entre deux méthodes de mélange. Dans un premier procédé, le mélange se passe à travers une valve, via le mécanisme irréversible de diffusion dans un gradient de concentration. En d'autres termes l' ${}^3\text{He}$ et l' ${}^4\text{He}$ sont mélangés hors équilibre, c'est à dire hors des lignes de séparation de phases : voir figure 2.1. La pression osmotique ne se manifeste pas dans ce cas, et les pressions des deux côtés de l'ouverture sont égales. Dans un deuxième processus, la diffusion de l' ${}^3\text{He}$ dans le mélange ${}^3\text{He}$ - ${}^4\text{He}$ se fait de manière réversible ou irréversible au travers d'une membrane semi-perméable. Cette dilution se fait à l'équilibre sur les lignes de séparation de phases. Nous allons montrer que le deuxième processus est plus intéressant.

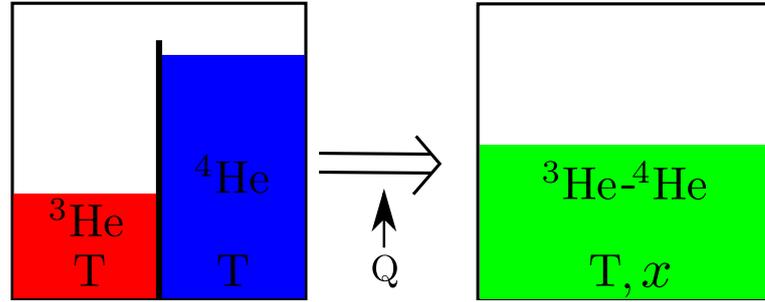


Figure 2.3 – Schéma de principe de la dilution irréversible. L' ^3He et l' ^4He sont séparés, à la même température et à la même pression. dès que la paroi est enlevée, les fluides se mélangent. Une quantité de chaleur Q est échangée avec l'extérieur.

2.3.1 Dilution de l' ^3He dans l' ^4He à $d\mu_4 \neq 0$

La figure 2.3 représente un volume d' ^3He séparé d'un volume d' ^4He par une paroi. L'ensemble est à une température T . Lorsque la paroi est enlevée, les fluides se mélangent. On suppose que le volume d' ^3He est suffisamment faible pour qu'il se dilue entièrement dans l' ^4He . Pour que ce mélange soit isotherme, une quantité de chaleur Q est échangée avec l'extérieur.

La chaleur Q peut s'écrire :

$$Q = H_m(x_3, T) - x_3 H_3(T) + (1 - x_3) H_4(T) \quad (2.13)$$

Où H_m , H_3 , H_4 sont les enthalpies du mélange, de l' ^3He et de l' ^4He . Q est donc la différence entre l'enthalpie du mélange et la somme des enthalpies des composés purs dans le rapport des concentrations.

$$H_E(x_3, T) = Q = H_m(x_3, T) - x_3 H_3(T) + (1 - x_3) H_4(T) \quad (2.14)$$

Cette chaleur est appelée enthalpie d'excès H_E . Cette enthalpie dépend de la température et de la concentration du mélange, figure 2.4. Elle peut être positive ou négative en dessous de 180 mK. L'enthalpie d'excès a été calculée par Ouboter et al. [7] à partir de mesures de chaleur spécifique du mélange, voir aussi [8]. L'erreur relative est inférieure à 20%.

Sur la figure 2.5 extraite de Radebaugh [9], l'enthalpie d'excès est tracée en fonction de la température.

Pour des températures inférieures à 180mK, l'enthalpie d'excès devient négative. C'est à dire qu'en dessous de cette température le mélange irréversible de l' ^3He dans l' ^4He produira de la chaleur. Au dessus de cette température, ce même mélange absorbe la chaleur. Cette enthalpie a été recalculée et

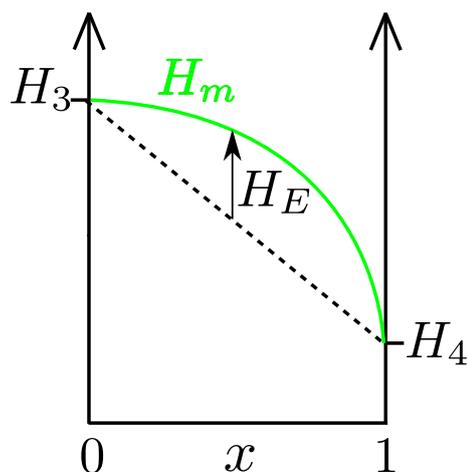


Figure 2.4 – L'enthalpie d'excès H_E est entre l'enthalpie du mélange H_m et la somme des enthalpies d' ^3He , H_3 , et d' ^4He , H_4 dans le rapport des concentrations x_3 , équation (2.14).

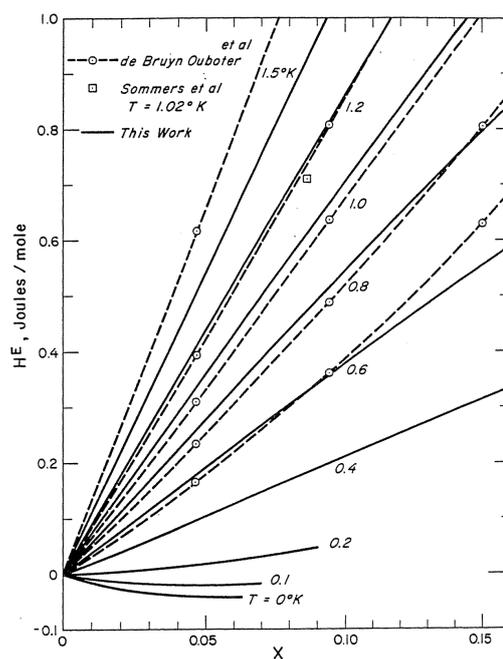


Figure 2.5 – Enthalpie d'excès du mélange ^3He - ^4He en fonction de la concentration en ^3He pour différentes températures, extrait de Radebaugh [9]

tabulée par Kuerten et al. [10] pour des températures inférieures à 250mK. L'enthalpie du mélange a été calculée à partir des mesures de chaleurs spécifiques par Chaudhry et al. [5] pour des températures supérieures à 200mK.

2.3.2 Dilution de l'³He dans l'⁴He à $d\mu_4 = 0$

A partir de l'enthalpie de mélange, on peut définir une enthalpie osmotique H^{os} par transformation de Legendre [11] :

$$H^{os} = H_m - N_4\mu_4 \quad (2.15)$$

La dérivée de cette fonction donne :

$$dH^{os} = \underbrace{TdS + VdP + \mu_3dN_3 + \mu_4dN_4}_{dH_m} - \underbrace{(\mu_4dN_4 + N_4d\mu_4)}_{d(N_4\mu_4)} \quad (2.16)$$

$$dH^{os} = TdS + VdP + \mu_3dN_3 - N_4d\mu_4 \quad (2.17)$$

Si la condition $d\mu_4 = 0$ est satisfaite, le nombre de variables indépendantes est ramené à trois. L'enthalpie osmotique est tracé en figure 2.6, $d\mu_4 = 0$. Pour des concentrations supérieures à 6,6%, l'enthalpie du mélange est positive jusqu'à 0K. Kuerten et al. [10] ont calculé cette enthalpie osmotique en dessous de 250mK.

Il est plus intéressant d'utiliser ce processus de dilution pour atteindre des températures inférieures à 180mK.

A partir de ce processus de dilution, London et al. ont fait une proposition de réfrigérateur à dilution d'³He dans l'⁴He. Il existe différents fonctionnements du réfrigérateur à dilution, distinguables par le fluide qui circule. Le plus commun est la circulation d'³He, il a fait l'objet de nombreuses publications et est disponible commercialement. Néanmoins, il est possible de faire fonctionner un réfrigérateur à dilution en faisant circuler l'⁴He [12]. De nombreuses idées ont été proposées et testées utilisant le procédé de dilution, voir la référence [13].

Un type de réfrigérateur permet d'atteindre une température de 2 mK. Ce type de réfrigérateur est devenu la norme. Nous allons maintenant expliquer le fonctionnement de ce type de réfrigérateur et pourquoi il doit être adapté pour fonctionner en microgravité.

2.4 Réfrigérateur à dilution classique

La figure 2.7 est un schéma d'un réfrigérateur à dilution classique utilisé en laboratoire. Dans ce type de réfrigérateur l'³He circule, l'⁴He est stationnaire.

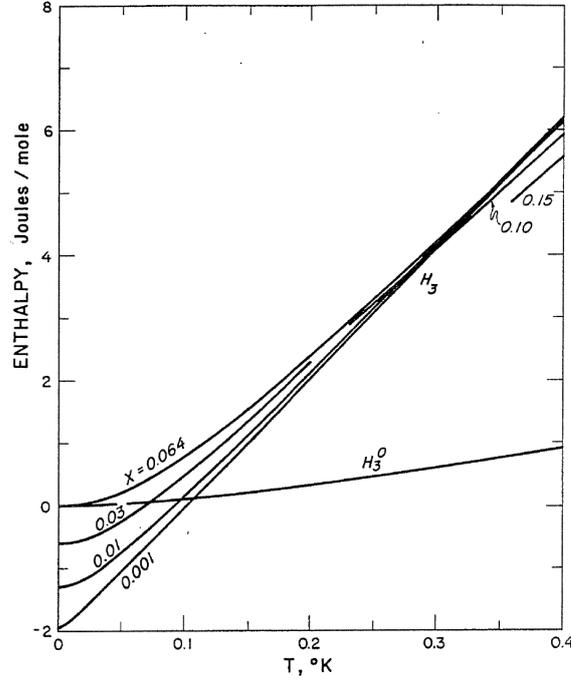


Figure 2.6 – Enthalpie osmotique à $d\mu_4 = 0$ en fonction de la température pour différentes concentrations, figure extraite de Radebaugh [9]

L' ^3He est prérefroidi jusqu'à 700mK par le bouilleur puis par l'échangeur à contre-courant pour atteindre la température de la boîte de mélange. Dans la chambre de mélange, la phase concentrée en ^3He , $x=100\%$ est en équilibre avec la phase diluée, $x=6,6\%$. Le procédé de dilution est donc à $\nabla\mu_4 = 0$. L' ^3He de la phase diluée remonte l'échangeur à contre-courant jusqu'au bouilleur. Dans le bouilleur, l' ^3He est évaporé. Il est ensuite comprimé à 300K puis réinjecté dans la dilution. Ce type de dilution a été pensé pour que le mélange soit toujours en équilibre avec la phase concentrée en ^3He . La puissance froide de la chambre de mélange, \dot{Q}_{mc} est déterminée par la différence d'enthalpie entre la phase diluée, H_d , et la phase concentrée, H_c :

$$\dot{Q}_{mc} = \dot{n}_3(H_d - H_c) \quad (2.18)$$

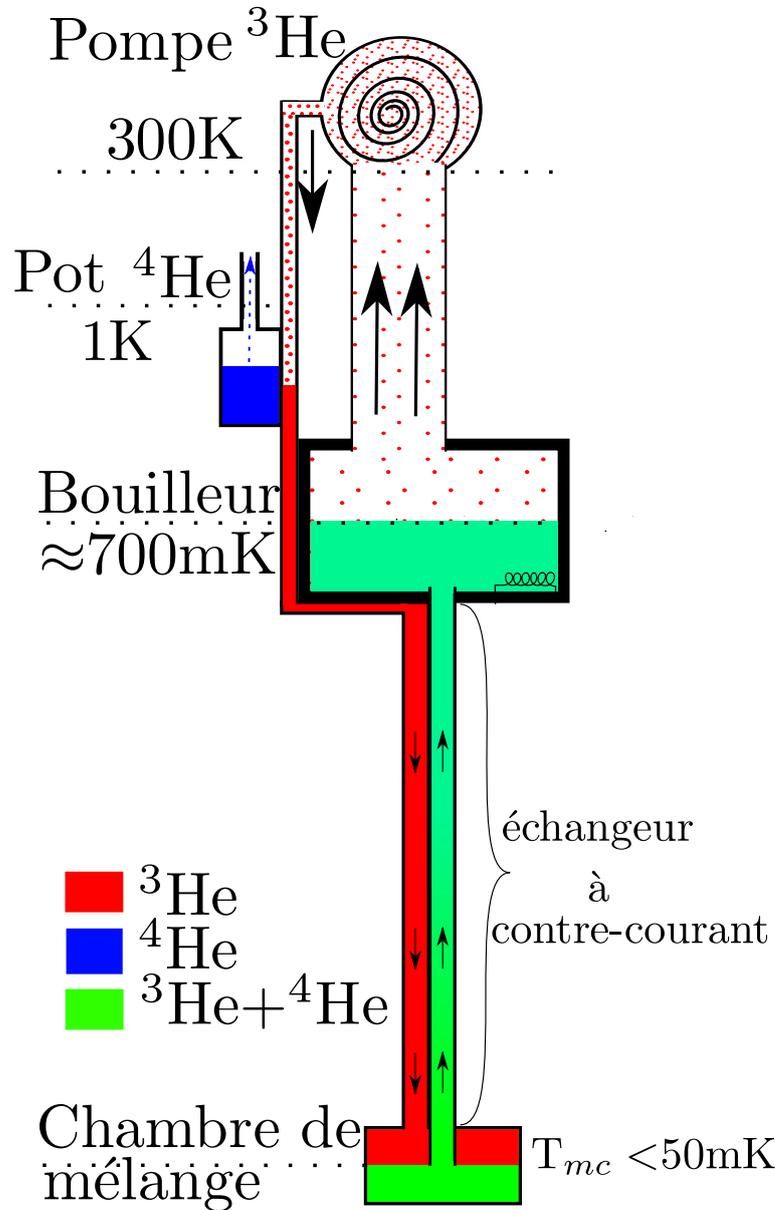


Figure 2.7 – Schéma d'un réfrigérateur à dilution classique.

où \dot{n}_3 est le débit molaire d' ^3He . Les deux phases ont des enthalpies en T^2 :

$$\dot{Q}_{mc} = 81.5T^2\dot{n}_3 \quad (2.19)$$

Une deuxième façon de décrire le réfrigérateur à dilution passe par le cycle de l'hélium dans le diagramme de phase, figure 2.8. L' ^3He pur est refroidi jusqu'à

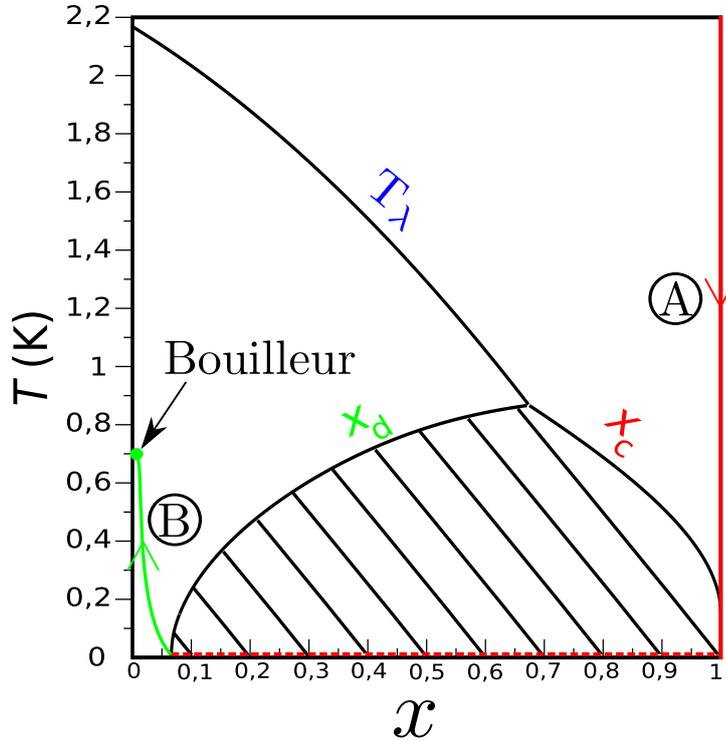


Figure 2.8 – Cycle de $l^3\text{He}$ dans le diagramme de phase. $L^3\text{He}$ pur liquide est en ligne rouge continue. $L^3\text{He}$ dilué liquide est en ligne verte continue, la ligne est dessinée et non calculée. Le bouilleur est situé au point vert.

basse température par l'échangeur, courbe A. Il est ensuite dilué dans le mélange ^3He - ^4He sur la ligne de séparation de phase. $L^3\text{He}$ du dilué remonte dans l'échangeur à contre-courant jusqu'au bouilleur. Le tube de retour du mélange est dimensionné pour qu'il n'y ait pas de pertes de charges. $L^4\text{He}$ est alors stationnaire, la vitesse du superfluide v_s est nulle dans le tube de retour. Comme

$$\frac{\partial \vec{v}_s}{\partial t} = -\vec{\nabla} \mu_4 \quad (2.20)$$

où t est le temps, et μ_4 est le potentiel chimique de $l^4\text{He}$ dans le mélange, [14]. Donc le potentiel chimique est constant dans le tube de retour. Le profil de concentration dans le tube de retour suivra les lignes iso- μ_4 , courbe B de la figure 2.8, voir [10] et [5]. Pour une température de chambre de mélange inférieure à 50mK, la température du bouilleur est d'environ 700mK et la concentration est $x < 1\%$. Pour satisfaire ces conditions de concentrations et de températures, la pression dans le bouilleur doit être inférieure à 1 mbar.

Ce type de réfrigérateur à dilution ne peut fonctionner dans l'espace. A cause de la microgravité, les interfaces liquide-gaz dans le bouilleur et concentrée-diluée ne sont plus contraintes. Les phases ne sont plus localisées. Le deuxième type de contrainte est d'ordre technologique. Sur un satellite le poids, la puissance électrique, les vibrations mécaniques, le volume doivent être minimisés. Ce qui est incompatible avec le puissant groupe de pompage requis pour avoir une pression inférieure à 1 mbar dans le bouilleur avec des débits d' ^3He supérieurs à $100\mu\text{mol/s}$.

Plusieurs idées ont été étudiées pour séparer les phases :

- utilisation de champs électriques [15]
- utilisation de matériaux poreux [16] [17]

Mais ces systèmes nécessitent tout de même une pompe de circulation spatialisable ayant une pression limite inférieure à 1 mbar. Ce qui était hors de porté à l'époque. Une troisième voie a été proposée par Benoit et al. [18], le réfrigérateur à dilution en cycle ouvert. Cette solution a été développée et est utilisée sur le satellite Planck. Nous allons décrire cette solution

2.5 Réfrigérateur à dilution en cycle ouvert

Pour pallier les contraintes inhérentes aux satellites, Benoit et al. [18] propose de simplifier au maximum le principe de réfrigération par dilution en supprimant le bouilleur et la boîte de mélange. La seule idée qui est gardée est de mélanger de l' ^3He avec de l' ^4He pour absorber la chaleur à basse température. Une fois que le mélange est fait, il est extrait du point froid et rejeté dans l'espace. La dilution est en cycle ouvert : voir figure 2.9. Dans cette idée, l' ^3He et l' ^4He doivent circuler et le mélange doit être extrait à concentration constante.

Pour que le mélange soit à l'équilibre, μ_4 doit être constant sur le capillaire d' ^4He . Pour cela l' ^3He doit diffuser dans le capillaire d' ^4He . La concentration en ^3He dans ce tube est fonction de la température : voir la courbe A dans la figure 2.10.

Après le point froid, le mélange doit être extrait à concentration constante. Le retour du mélange ne peut donc se faire à μ_4 constant, ligne pointillée violette de la figure 2.10. Pour forcer le mélange à remonter dans le capillaire de retour, la concentration d' ^3He appliquée $x_a = \dot{n}_3 / (\dot{n}_3 + \dot{n}_4)$ est supérieure à 10%, l'hélium est diphasique. Des bulles d' ^3He concentrées se forment, courbe B2 sur la figure 2.10, entre lesquelles se trouve du dilué, courbe B1. Les bulles circulent dans le capillaire de retour et entraînent avec elles l' ^3He dilué. En

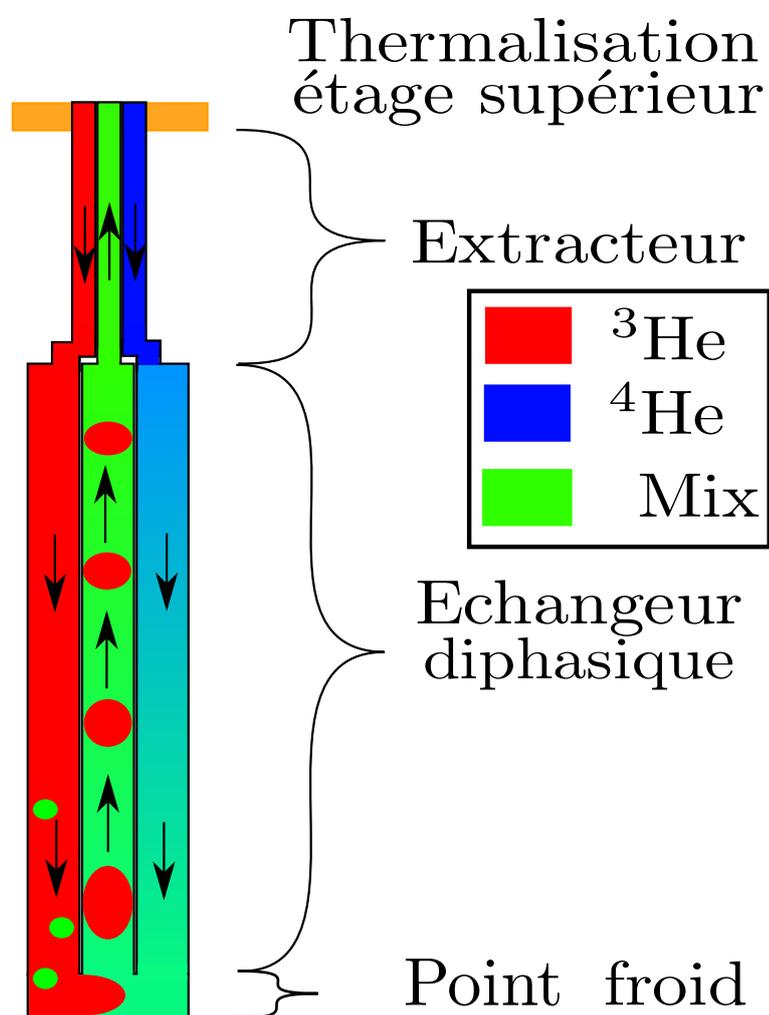


Figure 2.9 – Schéma de principe de la dilution en cycle ouvert. $L^3\text{He}$ et $l^4\text{He}$ sont prérefroidis le long de l'échangeur depuis la température de l'étage de prérefroidissement jusqu'à la température du point froid. Au point froid, $l^3\text{He}$ est mélangé dans $l^4\text{He}$. $L^3\text{He}$ est en sursaturation donc des bulles se forment dans le capillaire de retour de l'échangeur diphasique.

remontant dans l'échangeur, les bulles de concentré se dissolvent dans le dilué en suivant la courbe de séparation de phase. Les bulles disparaissent quand la concentration du mélange $x_m = x_a$.

Pour extraire l'hélium monophasique à concentration constante, ligne C de la figure 2.10, le mélange est accéléré pour que le fluide soit turbulent. $L^3\text{He}$ est bloqué alors dans les turbulences du fluide. Le liquide est remonté jusqu'à

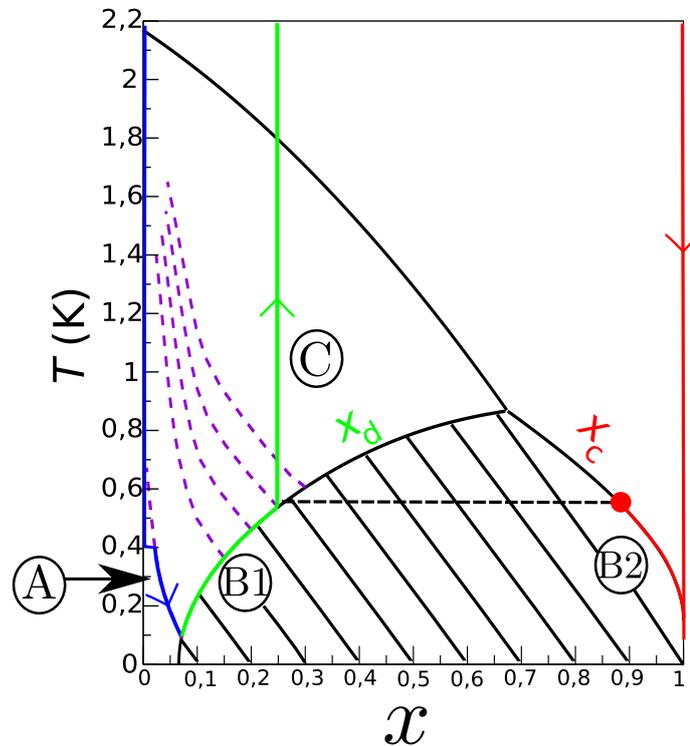


Figure 2.10 – Cycle de $l^3\text{He}$ dans le diagramme de phase. $L^3\text{He}$ pur liquide est en ligne rouge continue. $L^3\text{He}$ dilué liquide est en ligne verte continue. $L^4\text{He}$ est en ligne bleue continue. Les lignes en pointillés sont les iso- μ_4 .

une température où il s'évapore. Le gaz est ensuite rejeté à l'extérieur du cryostat.

Nous allons maintenant discuter le dimensionnement de chacun des capillaires.

2.5.1 Échangeur diphasique

L'échangeur à contre-courant diphasique est constitué de trois capillaires de même diamètre et de même longueur soudés ensemble. Le capillaire du milieu est réservé au retour du mélange pour que la thermalisation des fluides entrant soit la meilleure possible.

Capillaire d'injection ^4He Comme il a été dit dans la partie précédente, la dilution doit se faire à $\nabla\mu_4 = \frac{\partial v_s}{\partial t} = 0$. $L^3\text{He}$ doit pouvoir diffuser dans

le capillaire grâce à la pression osmotique. Cette diffusion peut se faire si l'écoulement du liquide est laminaire, c'est à dire si la vitesse de l' ^4He est faible, inférieure à quelques cm/s.

Comme l' ^4He , dans ce capillaire, n'est pas pur, la conductivité thermique est plus faible que celle du superfluide[19]. Il n'y aura pas de "court-circuit" thermique entre le haut et le bas de l'échangeur par l' ^4He superfluide.

Capillaire de retour du mélange Pour extraire l' ^3He du point froid, des bulles d' ^3He concentrées vont être créées, par sursaturation, dans la chambre de mélange. Les bulles circulant dans le capillaire de retour extraient l' ^3He dilué vers l'extérieur, figure 2.11. Pour ce faire la section du capillaire doit être suffisamment petite pour que les bulles puissent remplir la section. L'étude extensive du comportement des bulles dans les capillaires a été faite par A.Sirbi [20].

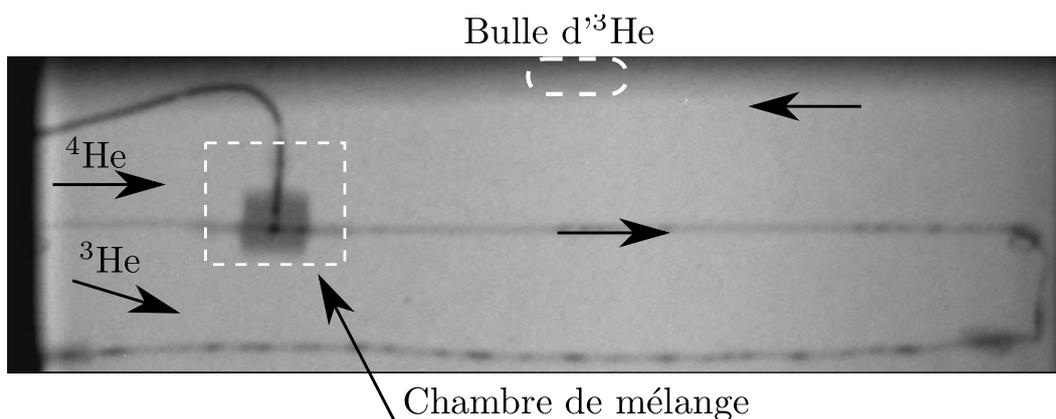


Figure 2.11 – Image du mélange de $l^3\text{He}$ en sursaturation dans $l^4\text{He}$. Cette image a été prise par absorption de neutrons dans $l^3\text{He}$. Un flux de neutrons «froids», 10^8 neutrons/(s.m²), est envoyé sur le dispositif de mélange. Les neutrons sont absorbés par $l^3\text{He}$, les zones sombres sur l'image, et un peu par le métal des capillaires. Les bulles sont présentes dans tout le capillaire de retour. Les débits sont approximativement $\dot{n}_3 = 5\mu\text{mol/s}$, $\dot{n}_4 = 20\mu\text{mol/s}$. La température est relativement élevée, $T \approx 200$ mK, à cause de l'absorption des neutrons par $l^3\text{He}$. Réalisé par S.Pujol et A.Benoit à l'ILL.

Dans ce capillaire, la concentration des phases riches et pauvres en ^3He dépendent de la température, selon les lignes de séparation de phases du diagramme de phase, figure 2.10, en remontant les bulles se diluent. Elles disparaîtront à la température de l'échangeur qui correspond à la concentration

$x_3 = \frac{\dot{n}_3}{\dot{n}_3 + \dot{n}_4}$ dans le diagramme de phase, figure 2.1. A cette température le deuxième échangeur prend le relais pour extraire l' ^3He .

Capillaire d'injection ^3He L' ^4He peut remonter dans ce capillaire par gradient de pression osmotique. L' ^3He ne sera pas pur dans ce capillaire. Des bulles d' ^3He dilué devait se former par démixion du mélange. Il n'y a pas de contrainte physique sur le dimensionnement de ce capillaire en dehors des pertes par viscosité. Pour des raisons techniques de facilité de construction de l'échangeur, ce capillaire sera identique aux autres.

2.5.2 Extracteur

Cet échangeur doit extraire l' ^3He et l' ^4He du dilué de retour grâce aux turbulences. Et la conduction thermique de l' ^4He superfluide par contre-courant doit être bloquée pour éviter un trop grand apport de chaleur de l'étage de prérefroidissement. Mais cet échangeur sera discuté plus en détail dans le chapitre 4. Typiquement le critère est que la vitesse de l' ^4He pur soit supérieure à 20 cm/s.

2.5.3 Puissance froide

Le point froid peut être modélisé par un volume contrôle : voir figure 2.12 Les capillaires sont découplés thermiquement les uns des autres dans la boîte.

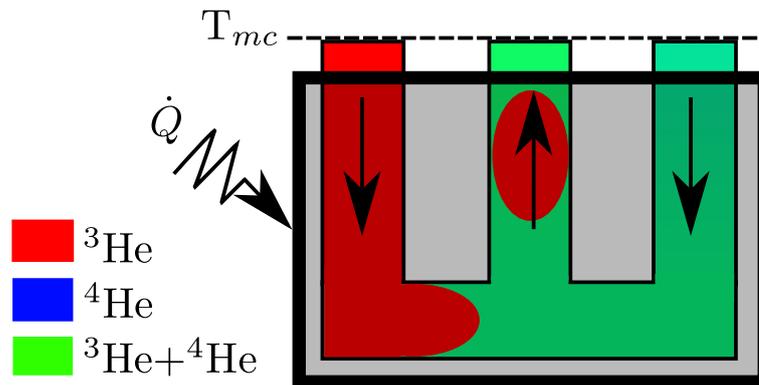


Figure 2.12 – Schéma de la boîte mélange. Elle est considérée comme une boîte noire dans laquelle de l' ^3He et de l' ^4He sont injectés, du mélange en ressort. Une puissance de chauffage \dot{Q} est injectée dans la boîte noire.

Mais en sortie de l'échangeur on considère que l' ^3He , l' ^4He et le mélange sont à

la même température T_{mc} , dans une première approximation nous prendrons l'hypothèse de l'échangeur parfait. Une puissance de chauffage \dot{Q} est injectée dans la boîte noire. Le bilan d'enthalpie de la chambre de mélange s'écrit alors :

$$\dot{Q} + \dot{n}_{3tot}H_{3c} + \dot{n}_4H_4 = \dot{n}_{3dil}H_{3d} + (\dot{n}_{3tot} - \dot{n}_{3dil})H_c \quad (2.21)$$

Où H_{3d} est l'enthalpie de la phase diluée, H_{3c} est l'enthalpie de la phase concentrée, \dot{n}_{3dil} est le débit d' ^3He dans le dilué, \dot{n}_{3tot} est le débit total d' ^3He , \dot{n}_4 est le débit d' ^4He . L'enthalpie de l' ^4He , H_4 , est proche de zéro, donc $\dot{n}_4H_4 \ll \dot{n}_{3tot}H_{3c}$. Ce terme est négligé par la suite.

Le débit d' ^3He dilué peut s'écrire :

$$\dot{n}_{3dil} = \dot{n}_4 \frac{x_{dil}}{1 - x_{dil}} \quad (2.22)$$

Où x_{dil} est la concentration du dilué, sur la ligne de séparation de phase. L'équation 2.21 devient alors :

$$\dot{Q} = \dot{n}_4 \frac{x_{dil}}{1 - x_{dil}} (H_{3d} - H_{3c}) \quad (2.23)$$

D'après Kuerten et al. [10], pour des températures inférieures à 200mK, $x_{dil} \approx 0.066$, et la puissance froide peut s'écrire :

$$\dot{Q} = \frac{0.066}{1 - 0.066} \dot{n}_4 81.5 T^2 \quad (2.24)$$

$$\dot{Q} = 5.76 \dot{n}_4 T^2 \quad (2.25)$$

D'après cette équation, la puissance froide de la chambre de mélange ne dépend que du débit d' ^4He .

Le débit d' ^4He est relié au débit d' ^3He total \dot{n}_{3tot} par la concentration appliquée x_{3a} :

$$x_{3a} = \frac{\dot{n}_{3tot}}{\dot{n}_{3tot} + \dot{n}_4} \quad (2.26)$$

L'équation 2.25 peut s'écrire aussi :

$$\dot{Q} = 5.76 \frac{1 - x_{3a}}{x_{3a}} \dot{n}_{3tot} T^2 \quad (2.27)$$

2.6 Conclusion

Le réfrigérateur à dilution spatiale permet de refroidir en continu jusqu'à des températures inférieures à 150mK. Le cycle de réfrigération est en circuit ouvert : une fois que l' ^3He et l' ^4He sont mélangés, le tout est rejeté à

l'extérieur. Pour qu'une mission satellite utilisant cette méthode fonctionne pendant plusieurs années, des réserves d'hélium à haute pression doivent être embarquées. Sur le satellite Planck par exemple, pour atteindre 100 nW à 100 mK pendant 2 ans, 44 000 L CNTP d'hélium ont été embarqués dans des réserves hautes pressions. Les performances requises pour les futures missions satellites, 1 μ W à 50 mK pendant 5 ans au moins, demanderaient de stocker plus de 300 000 L CNTP. Cette solution n'est techniquement pas envisageable.

Ces performances peuvent être atteintes par un réfrigérateur à dilution spatialisable, mais le cycle doit être refermé. Nous allons présenter dans le chapitre suivant une première tentative pour séparer l' ^3He de l' ^4He dans un cycle fermé et pourquoi cette tentative n'a pas marché. Nous décrirons et discuterons ensuite de la méthode de séparation qui donne des résultats encourageants.

Chapitre 3

Échangeur et superfuite, première approche

Les besoins, en puissance et température froide, des futurs instruments requièrent que les débits de circulation du réfrigérateur à dilution soient au moins trois fois plus élevés que ceux utilisés jusqu'alors. Pour satisfaire cette condition, nous étudierons dans ce chapitre un premier système de séparation d'isotopes.

Nous discuterons du principe de séparation et sa capacité à séparer l' ^3He de l' ^4He . Comme l' ^3He sortant du système de séparation ne pourra pas être pur, il faut étudier quel impact a la concentration d' ^3He sur l'échangeur. Tout d'abord, nous modéliserons l'impact de la concentration d' ^3He sur l'extracteur. Cette modélisation sera confrontée aux mesures faites sur des échangeurs. Le but sera de connaître la concentration minimum admissible par l'échangeur. L'étude des échangeurs sera complétée par la comparaison des résultats expérimentaux avec un modèle de l'échangeur diphasique. Le but de cette étude est de modéliser l'échangeur diphasique et de vérifier que les échangeurs fonctionnent correctement avec des débits relativement plus élevés que lors des études précédentes.

Dans un deuxième temps, nous testerons le système de séparation. Le but sera de connaître la concentration maximum d' ^3He disponible en sortie du système.

Ce chapitre constitue une première approche expérimentale du réfrigérateur à dilution spatialisable.

3.1 Principe de la séparation

L'idée de la séparation par superfuite seule est relativement simple. En dessous de la ligne λ du diagramme de phase du mélange ${}^3\text{He}$ - ${}^4\text{He}$: voir figure 3.1, une partie de l' ${}^4\text{He}$ est superfluide dans le mélange ${}^3\text{He}$ - ${}^4\text{He}$. Si on extrait tout ce superfluide du mélange, la concentration pourrait être augmentée jusqu'à la ligne de transition superfluide. Par exemple un mélange à $T = 1 \text{ K}$ et $x = 20 \%$ pourra être enrichi jusqu'à environ 60 %. Ce mélange serait alors injecté dans l'échangeur.

Avec cette méthode, la concentration maximum qui peut être espérée est

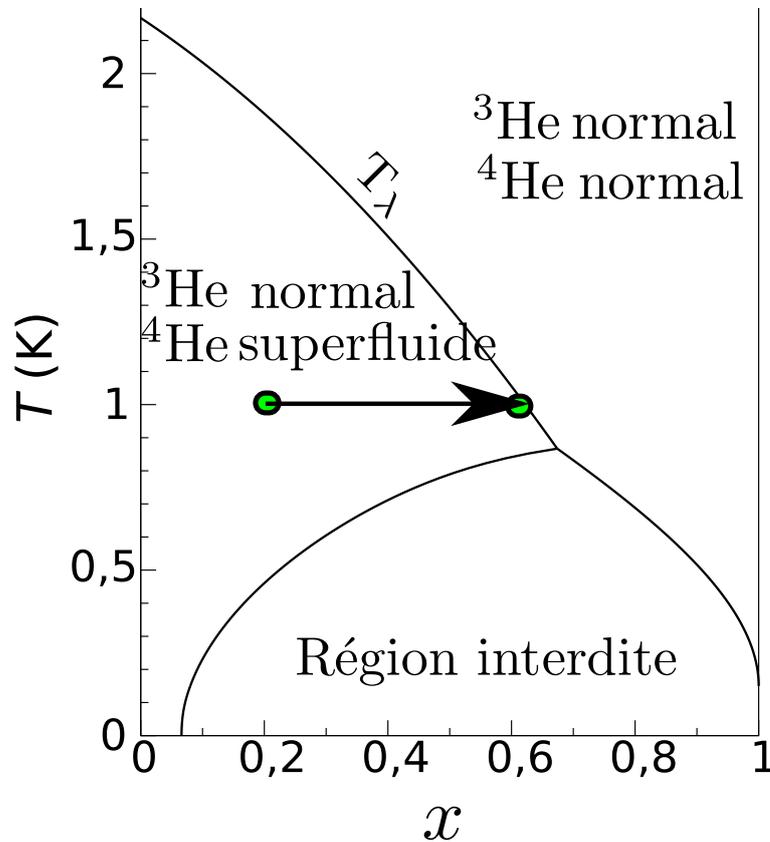


Figure 3.1 – Diagramme de phase du mélange ${}^3\text{He}$ - ${}^4\text{He}$. Dans un mélange à $T = 1 \text{ K}$ et $x = 20 \%$, une partie de l' ${}^4\text{He}$ est superfluide. L' ${}^4\text{He}$ superfluide peut être extrait par une superfuite. Si tout le superfluide est extrait de ce mélange alors la concentration du mélange sera d'environ 60 %.

atteinte pour un mélange au point triple : $x_t = 67.4 \%$, $T_t = 0.867 \text{ K}$. Les réfrigérateurs à dilution «classique» et spatialisable fonctionnent avec une

concentration en ^3He supérieurs à 90 %. Nous allons maintenant discuter de l'effet de l'injection d'un mélange ^3He - ^4He dans le canal d' ^3He de l'échangeur.

3.2 Modélisation des échangeurs

Pour que l'échangeur se refroidisse le courant d'enthalpie dans le capillaire de retour de l'échangeur doit être supérieur aux courants des enthalpies des liquides entrants. En premier lieu nous étudierons le bilan d'enthalpie dans l'extracteur afin de comprendre comment le comportement de l'échangeur peut dépendre de la concentration d' ^3He injecté. Dans un deuxième temps, nous modéliserons l'échange de chaleur dans l'échangeur diphasique. Nous pourrons ainsi dimensionner cet échangeur en fonction de la température du point froid et de la puissance frigorifique requise.

3.2.1 Modèle de l'extracteur

Nous ferons l'hypothèse que la vitesse de l' ^4He dans l'extracteur est assez élevée pour que l' ^3He soit parfaitement entraîné par l' ^4He . En conséquence, l'extraction de l' ^3He se fait à x_{out} constant : nous pouvons utiliser l'enthalpie pour calculer la puissance frigorifique d'un bout d'échangeur. En utilisant les définitions de la figure 3.2, la puissance frigorifique d'un bout d'extracteur s'écrit :

$$\dot{Q} = \dot{H}_{3out} - (\dot{H}_{3in} + \dot{H}_{4in}) \quad (3.1)$$

Comme nous voulons étudier sous quelles conditions l'échangeur refroidit (\dot{Q} positif) ou chauffe (\dot{Q} négatif), nous ferons l'hypothèse d'un équilibre thermique entre les liquides dans les trois capillaires, *i.e.* le bout d'échangeur considéré est isotherme.

Le courant d'enthalpie \dot{H}_{3in} pour une concentration x_{in} s'écrit alors :

$$\dot{H}_{3in}(x_{in}, T) = (\dot{n}_3 + \dot{n}_{4in})[x_{in}h_3(T) + (1 - x_{in})h_4(T) + h_E(x_{in}, T)] \quad (3.2)$$

où \dot{n}_3 est le débit d' ^3He , \dot{n}_{4in} est le débit d' ^4He dans le capillaire d'injection d' ^3He , $h_3(T)$ est l'enthalpie molaire de l' ^3He pur, $h_4(T)$ est l'enthalpie molaire de l' ^4He pur et $h_E(x_{in}, T)$ est l'enthalpie d'excès molaire du mélange ^3He - ^4He , telle que l'ont défini par Ouboter et al. [7].

Le courant d'enthalpie \dot{H}_{4in} venant de l'injection d' ^4He s'écrit :

$$\dot{H}_{4in} = \dot{n}_4 h_4(T) \quad (3.3)$$

où \dot{n}_4 est le débit d' ^4He dans le capillaire d'injection d' ^4He .

Le courant d'enthalpie \dot{H}_{3out} du mélange de sortie s'écrit :

$$\dot{H}_{3out} = (\dot{n}_3 + \dot{n}_4 + \dot{n}_{4in})[x_{out}h_3(T) + (1 - x_{out})h_4(T) + h_E(x_{out}, T)] \quad (3.4)$$

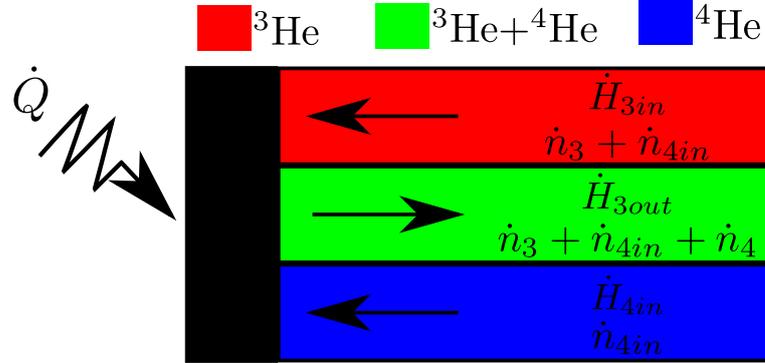


Figure 3.2 – Schéma de l'extracteur. La puissance \dot{Q} est appliquée sur l'échangeur, \dot{H}_{3out} est le courant d'enthalpie de la phase diluée. \dot{H}_{3in} et \dot{H}_{4in} sont les courants d'enthalpie des fluides entrants. \dot{n}_3 , \dot{n}_{4in} et \dot{n}_4 sont les débits des différents isotopes de l'hélium.

L'équation 3.1 donne alors :

$$\begin{aligned} \dot{Q} &= h_3(T) [(\dot{n}_3 + \dot{n}_4 + \dot{n}_{4in})x_{out} - (\dot{n}_3 + \dot{n}_{4in})x_{in}] \\ &+ h_4(T) [(1 - x_{out})(\dot{n}_3 + \dot{n}_{4in} + \dot{n}_4) - (1 - x_{in})(\dot{n}_3 + \dot{n}_{4in} - \dot{n}_4)] \\ &+ h_E(x_{out}, T)(\dot{n}_3 + \dot{n}_{4in} + \dot{n}_4) - h_E(x_{in}, T)(\dot{n}_3 + \dot{n}_{4in}) \end{aligned} \quad (3.5)$$

comme $x_{in} = \frac{\dot{n}_3}{\dot{n}_3 + \dot{n}_{4in}}$ et $x_{out} = \frac{\dot{n}_3}{\dot{n}_3 + \dot{n}_{4in} + \dot{n}_4}$, la puissance frigorifique se ramène à :

$$\dot{Q} = \dot{n}_3 \left(\frac{h_E(x_{out}, T)}{x_{out}} - \frac{h_E(x_{in}, T)}{x_{in}} \right) \quad (3.6)$$

La puissance frigorifique de l'extracteur dépend uniquement de l'enthalpie d'excès et des concentrations en ^3He en entrée et en sortie. Sur la figure 3.3, $h_E(x, T)/x$ est tracée en fonction de la concentration. Aux concentrations les plus élevées, $h_E(x, T)/x$ décroît linéairement vers $h_E(x, T)/x = 0$ à $x = 1$ et dépend peu de la température pour $x > 70\%$ et $T > 1.1$ K. $h_E(x, T)/x$ atteint un plateau à plus basse concentration. La valeur de ce plateau dépend de la température.

D'après l'équation (3.6), la puissance frigorifique de l'extracteur dépend de la différence de $h_E(x, T)/x$ entre le capillaire d'injection d' ^3He et le capillaire d'extraction. Dans le cas du démarrage du processus de dilution, l'ensemble de l'échangeur est isotherme, environ 1.3 K. Pour que \dot{Q} soit positif, la concentration d' ^3He dans le capillaire d'entrée doit être supérieure à 40 % et la concentration d' ^3He dans le capillaire de sortie doit être inférieure à la

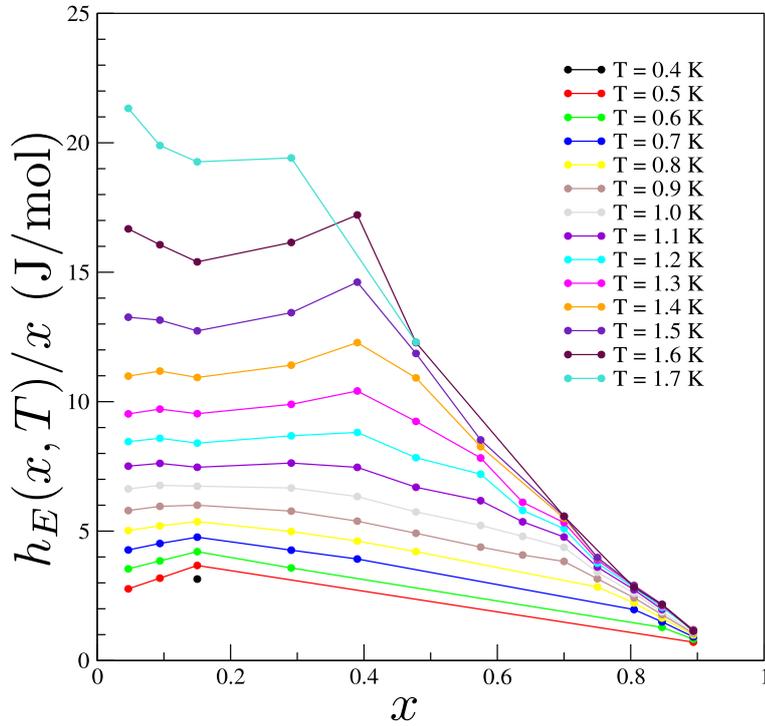


Figure 3.3 – Enthalpie d'excès du mélange ${}^3\text{He}$ - ${}^4\text{He}$ divisée par la concentration en fonction de la concentration, calcul fait à partir des données de De Ouboter et al.[7].

concentration dans le capillaire d'entrée. Dans ce cas, le démarrage du processus de dilution devrait refroidir l'échangeur.

Toutefois, ce modèle ne prend pas en compte une éventuelle dynamique de ${}^4\text{He}$ superfluide dans le capillaire d'injection de ${}^3\text{He}$.

3.2.2 Modèle de l'échangeur diphasique

Dans cet échangeur, le mélange dans le capillaire de retour est diphasique. Pour simplifier la modélisation de cet échangeur, nous proposons un modèle monophasique. C'est à dire que nous recalculons l'enthalpie du mélange diphasique comme s'il s'agissait d'un seul fluide. Avec cette nouvelle enthalpie, nous reprenons le modèle d'échangeur proposé par Staas et al.[21].

Équivalent monphasique

L'enthalpie de l' ^4He , H_4 , en dessous de 0.7K est très faible par rapport à l'enthalpie de l' ^3He , H_3 , et à l'enthalpie du mélange, H_m . L'enthalpie du capillaire d' ^4He est négligée dans tous les calculs qui vont suivre.

Le bilan d'enthalpie du mélange diphasique s'écrit :

$$\dot{n}_3 h_m(x > x_d) = \dot{n}_{3d} h_{3d}(T) + (\dot{n}_3 - \dot{n}_{3d}) h_{30} \quad (3.7)$$

où $h_{3d}(T)$ est l'enthalpie molaire de la phase diluée sur la ligne de séparation de phases. $x_d = \frac{\dot{n}_{3d}}{\dot{n}_{3d} + \dot{n}_4}$ est la concentration du dilué sur la ligne de séparation de phases. Donc :

$$\dot{n}_3 h_m = \dot{n}_4 \frac{x_d(T)}{1 - x_d(T)} (h_{3d} - h_{30}) + \dot{n}_3 h_{30} \quad (3.8)$$

La concentration appliquée par l'opérateur est définie par $x_a = \frac{\dot{n}_3}{\dot{n}_3 + \dot{n}_4}$. D'où

$$h_m = \frac{1 - x_a}{x_a} \frac{x_d(T)}{1 - x_d(T)} (h_{3d} - h_{30}) + h_{30} \quad (3.9)$$

Cette équation donne l'enthalpie molaire du mélange en sursaturation, et elle n'est que valable pour $x_a \geq x_d(T)$, donc pour $x_a > 0.066$. D'autre part, plus x_a est grand, plus l'enthalpie du mélange est petite. i.e. la sursaturation diminue l'enthalpie du mélange. D'après les données de Radebaugh [9], on peut calculer h_m : voir 3.4. L'enthalpie de mélange est proportionnelle à T^2 jusqu'à 0.5 K :

$$h_m = \beta(x_a) T^2 \quad (3.10)$$

Où β est un coefficient dépendant de la concentration appliquée du mélange. Avec cette enthalpie, nous allons modéliser l'échangeur diphasique.

Résistance de Kapitza

Le premier problème de l'échange de chaleur à basse température est la résistance de Kapitza. C'est une résistance thermique à l'interface entre l'hélium liquide et un solide[22]. A basse température, cette résistance d'interface est très grande et est donnée par :

$$R_k = \frac{dT}{d\phi} = A_i T^{-3} \quad (3.11)$$

où ϕ est le flux de chaleur (W/m^2), et A_i avec i constante dépendante de la solution pour le concentré $i = c$, pour le dilué $i = d$. Ces constantes dépendent

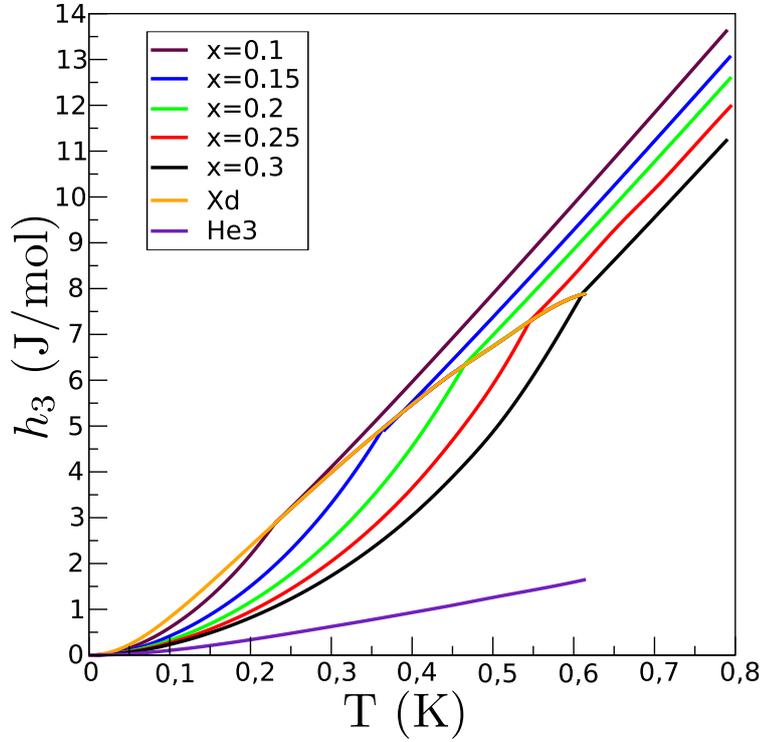


Figure 3.4 – Enthalpie du mélange diphasique pour différentes concentrations, voir équation (3.9). La ligne orange est l'enthalpie sur la séparation de phase.

du matériau et de l'état de surface du solide. Lounasmaa[6] regroupe les mesures faites de R_k . Les capillaires de l'échangeur diphasique sont en CuNi, $R_k T^3 = 1.0 \times 10^{-2} \text{K.m}^{-2}/\text{W}$ pour du mélange ${}^3\text{He}$ - ${}^4\text{He}$ à $T < 0.2\text{K}$. Le flux de chaleur du concentré vers le dilué s'obtient par intégration de l'équation (3.11) :

$$\phi = \frac{T_c^4 - T_d^4}{4(A_c + A_d)} = c(T_c^4 - T_d^4) \quad (3.12)$$

Le modèle

L'échangeur diphasique est présenté sur la figure 3.5. On considère le cas stationnaire où les débits \dot{n}_3 , \dot{n}_4 et la puissance appliquée \dot{Q} sont constants.

Si on néglige l'enthalpie de l' ${}^4\text{He}$, la contribution de l'échauffement visqueux des fluides, de la conduction dans les parois des tubes, la conservation

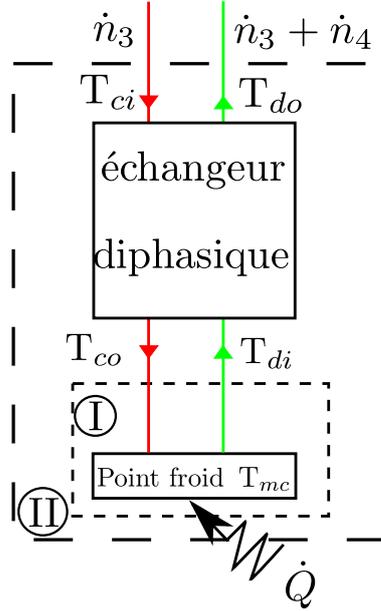


Figure 3.5 – Schéma de l'échangeur considéré dans le modèle. Dans la capillaire de retour, les deux phases du mélange sont considérées comme un fluide unique. Les températures sont indicées avec un *c* pour concentré, *d* pour dilué, *i* pour in et *o* pour out. La puissance appliquée au point froid est notée \dot{Q} .

de l'énergie dans le volume I s'écrit :

$$\dot{Q} + \dot{n}_3 h_{co} = \dot{n}_3 h_{di} \quad (3.13)$$

ou

$$\dot{Q} + \dot{n}_3 \alpha T_{co}^2 = \dot{n}_3 \beta T_{di}^2 \quad (3.14)$$

Où α est un coefficient dépendant de la concentration appliquée de l' ^3He injecté. La conservation de l'enthalpie dans le volume II s'écrit :

$$\dot{Q} + \dot{n}_3 h_{ci} = \dot{n}_3 h_{do} \quad (3.15)$$

ou

$$\dot{Q} + \dot{n}_3 \alpha T_{ci}^2 = \dot{n}_3 \beta T_{do}^2 \quad (3.16)$$

La température du dilué à l'entrée de l'échangeur, T_{di} , est la même que la température du point froid, T_{mc} . A partir de l'équation (3.14), on obtient :

$$T_{mc}^2 = T_{di}^2 = \frac{\dot{Q}}{\beta \dot{n}_3} + r T_{co}^2 \quad (3.17)$$

où $r = \alpha/\beta$. Cette équation donne la température au point froid, T_{mc} en fonction de la puissance appliquée et de la température du concentré, T_{co} . A priori nous ne connaissons pas cette dernière température. Mais nous connaissons la température en haut de l'échangeur, T_{ci} , et la puissance appliquée au point froid, \dot{Q} . Nous allons maintenant modéliser le profil de température dans l'échangeur.

Un modèle prenant en compte toutes les contributions dégradant les performances de l'échangeur, telle que la viscosité ou la conduction, doit être résolu numériquement. Nous allons discuter d'un modèle simplifié qui prend uniquement en compte la résistance de Kapitza. Cette simplification permet de résoudre le modèle de manière analytique. Nous comparerons par la suite ce modèle simplifié aux résultats.

La conservation de l'enthalpie dans l'échangeur s'écrit :

$$\phi = -\dot{n}_3 \frac{dh_c}{d\sigma} = -\dot{n}_3 \frac{h_d}{d\sigma} \quad (3.18)$$

où σ est la surface d'échange. Cette équation indique que :

$$h_d(\sigma) - h_c(\sigma) = K \quad (3.19)$$

Où K est une constante de l'échangeur. Avec l'équation (3.16), on peut voir que K est reliée à la puissance appliquée :

$$K = h_{do} - h_{ci} = \frac{\dot{Q}}{\dot{n}_3} = \beta T_{do}^2 - \alpha T_{ci}^2 \quad (3.20)$$

La combinaison de (3.12) et (3.18) donne :

$$\phi = \frac{T_c^4(\sigma) - T_d^4(\sigma)}{4(A_c + A_d)} = -\dot{n}_3 \frac{dh_c}{d\sigma} \quad (3.21)$$

$T_d(\sigma)$ peut être éliminée grâce à l'équation (3.20). Après intégration, on obtient :

$$\sigma = \frac{\alpha\beta\dot{n}}{2cK} \left| \ln \frac{(\beta - \alpha)T_c^2 + K}{(\beta + \alpha)T_c^2 - K} \right|_{T_{co}}^{T_{ci}} \quad (3.22)$$

En changeant les variables suivantes par :

$$t = \frac{T_{co}}{T_{ci}} < 1 \text{ qui est une mesure de } T_{co} \quad (3.23)$$

$$q = \frac{\dot{Q}}{\dot{n}_3\beta T_{ci}^2} < 1 \text{ qui est une mesure de } \dot{Q} \quad (3.24)$$

$$S = \frac{c\sigma T_{ci}^2}{\alpha\dot{n}_3} \text{ qui est une mesure de } \sigma \quad (3.25)$$

$$(3.26)$$

Alors l'équation (3.22) devient :

$$S = \frac{1}{q} \ln \frac{[(1+r)t^2 + q][(1-r) - q]}{[(1-r)t^2 - q][(1+r) + q]} \quad (3.27)$$

Cette équation permet de calculer la surface d'échangeur nécessaire pour une température et une puissance frigorifique. Nous allons modifier cette équation pour avoir la température en fonction de la puissance pour une surface d'échangeur donnée.

$$\underbrace{\frac{[(1+r) + q]}{[(1-r) - q]}}_{a(q,S)} e^{qS} [(1-r)t^2 - q] = [(1+r)t^2 + q] \quad (3.28)$$

On obtient au final :

$$t = \sqrt{\frac{(a+1)q}{a(1-r) - (1+r)}} \quad (3.29)$$

Le terme de droite est dépendant de la puissance frigorifique et de la surface de l'échangeur. On obtient ainsi :

$$T_{co} = \sqrt{\frac{(a+1)q}{a(1-r) - (1+r)}} T_{ci} \quad (3.30)$$

Avec cette équation et l'équation (3.17), la température du point froid $T_{di} = T_{mc}$ peut être calculée en fonction de \dot{n}_3 , \dot{n}_4 , S , \dot{Q} et T_{ci} . Ces variables sont fixées ou connues par l'opérateur.

Sur la figure 3.6, la puissance frigorifique est tracée en fonction du carré de la température pour plusieurs longueurs d'échangeurs. Ces courbes sont calculées pour $\dot{n}_3 = 30 \mu\text{mol/s}$, $\dot{n}_4 = 90 \mu\text{mol/s}$, $d = 400 \mu\text{m}$ et $T_{ci} = 0.6 \text{ K}$. A «haute température», le comportement de la puissance frigorifique est en T^2 , au dessus de 100 mK. A «basse température», cette droite s'infléchit légèrement car la résistance de Kapitza devient élevée. Cette figure montre que la longueur de l'échangeur joue un rôle important pour la puissance frigorifique de l'échangeur. Plus l'échangeur est long, plus la puissance est élevée.

Pour évaluer la pertinence de ce modèle, nous allons comparer ces résultats à des mesures expérimentales.

3.3 Études expérimentales de l'échangeur

Nous avons construit un ensemble expérimental qui permet de répondre à deux objectifs. Le premier objectif est de comparer les performances et le

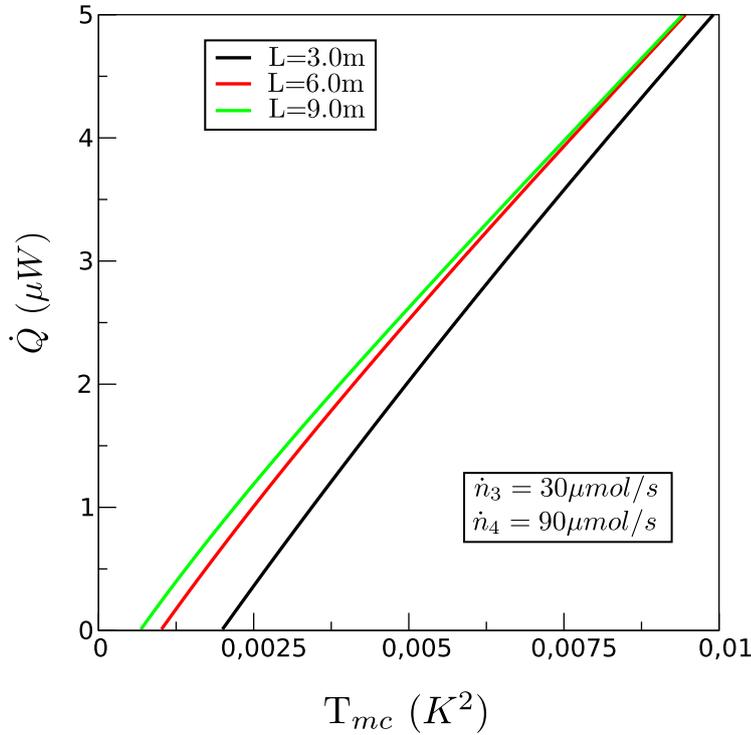


Figure 3.6 – Modélisation de la puissance frigorifique au point froid pour trois longueurs d'échangeurs.

comportement de l'échangeur avec les prédictions des modèles théoriques. Le deuxième objectif est de définir la robustesse de l'échangeur à la concentration d' 3He en entrée.

Dans un premier temps nous allons décrire le dispositif expérimental. Ensuite nous discuterons les expériences réalisées et leurs résultats.

3.3.1 Dispositif expérimental

Pour pouvoir explorer les domaines de fonctionnement, le réfrigérateur est en cycle ouvert tel que décrit dans la partie 2.5. La concentration d' 3He en entrée est ajustée par l'ajout d' 4He dans l' 3He à température ambiante comme indiqué dans la figure 3.7. Pour cela l'opérateur règle le débit d' 3He et le débit d' 4He indépendamment. Un troisième débitmètre permet de régler le débit d' 4He injecté dans l' 3He à température ambiante. Cette dernière ligne permet de contrôler la concentration d' 3He injecté dans l'échangeur. Les fluides sont thermalisés dans un bain d' 4He pompé. Puis l'hélium est injecté

dans l'échangeur. La pression du système est régulée en aval du cryostat.

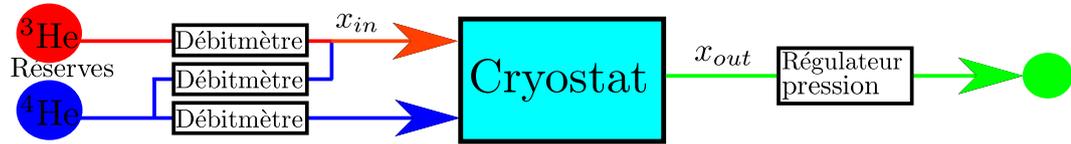


Figure 3.7 – Schéma de gestion de l'hélium à température ambiante. La concentration en ^3He est assurée par deux débitmètres. Le débitmètre sur la ligne rouge règle le débit d' ^3He . Le débitmètre du milieu règle le débit d' ^4He mélangé à ^3He . Le débitmètre sur la ligne bleu règle le débit d' ^4He dans le réfrigérateur à dilution.

Échangeurs

Deux échangeurs ont été construits pour ces tests. Le premier échangeur a servi à vérifier que le réfrigérateur fonctionne correctement à des débits élevés, et d'effectuer les tests en concentration. La série de mesures étudiant les effets de la concentration d' ^3He a été réalisée sur le deuxième échangeur. Cet échangeur est composé uniquement d'une partie extracteur pour être proche des conditions du modèle de l'extracteur, partie 3.2.1. La figure 3.8 est un schéma général de l'échangeur ; les dimensions des capillaires de chaque échangeur se trouvent dans le tableau 3.1. Ces diamètres ont été choisis pour satisfaire les critères énoncés dans le précédent chapitre, *i.e.* la vitesse de circulation dans l'extracteur devrait dépasser la vitesse critique pour qu'il y ait un entraînement de ^3He par ^4He . Et la surface d'échange dans l'échangeur diphasique devrait être suffisamment grande pour que la puissance frigorifique soit d'environ $1 \mu\text{W}$ à une température proche de 50 mK .

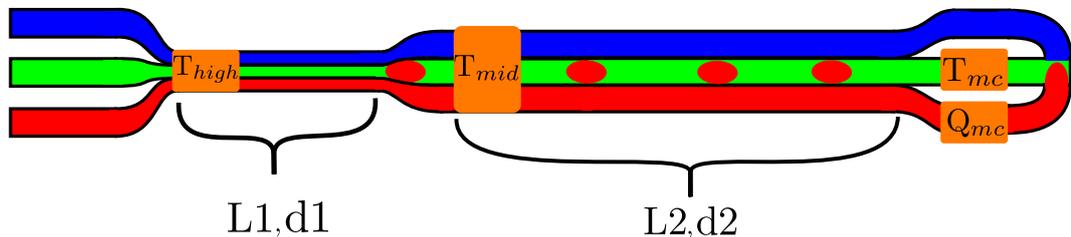


Figure 3.8 – Schéma de l'échangeur à contre-courant. Les capillaires sont soudés à l'étain à plat, sous forme de nappe.

Série de mesures	L1 (cm)	d1 (μm)	v1(cm/s) @100 $\mu\text{mol/s}$	L2 (cm)	d2(μm)	v2(cm/s) @100 $\mu\text{mol/s}$
1	50	82	52	300	400	2
2	230	90	43	—	—	—

Table 3.1 – *Descriptif des échangeurs utilisés pour les tests*

Instrumentation

Pour mesurer la puissance frigorifique du système, un chauffage est placé sur le capillaire d' ^3He juste avant le point froid. La mesure de la température se fait sur le capillaire de mélange. Ainsi, le thermomètre est thermiquement isolé du chauffage et ne mesure que la température du mélange.

Des thermomètres sont placés à différents points de l'échangeur, voir la figure 3.8 et le tableau 3.2. Les thermomètres sont positionnés à chaque extrémité de l'extracteur pour le premier échangeur. Ce positionnement permet de suivre à la fois l'extracteur et l'échangeur diphasique. Pour le deuxième échangeur ils sont placés tout les tiers de longueur d'échangeur. On suit alors le profil de température de l'échangeur.

Les thermomètres de l'échangeur sont montés sur l'ensemble des trois capillaires de l'échangeur et les températures mesurées sont donc des moyennes des températures des fluides dans les trois capillaires.

Série de mesures	Thermomètre	distance du point froid(cm)	Type	commentaire
1	T-high-1	350	carbone	entrée de l'échangeur
	T-mid-1	302	carbone	sortie de l'extracteur
	T-mc-1	0	Ge ou RuO_2	chambre de mélange
2	T-high-2	156	carbone	2/3 de l'extracteur
	T-mid-2	68	carbone	1/3 de l'extracteur
	T-mc-2	0	RuO_2	chambre de mélange

Table 3.2 – *Descriptif des thermomètres placés sur les échangeurs. Les thermomètres mesurent la température moyenne des 3 capillaires.*

Les résistances carbone sont des Matsushita 10 Ω . Au cours des manipulations, nous avons observé que la résistance du thermomètre Germanium, noté Ge, sature en dessous d'environ 150 mK. Ensuite, nous l'avons remplacé par un thermomètre RuO_2 .

L'étalonnage des résistances carbone a été effectué au point froid de l'échangeur 1 avec le thermomètre RuO₂ comme référence d'étalonnage. La résistance du thermomètre Germanium, noté Ge, est saturée en dessous d'environ 150 mK. Les thermomètres sont mesurés en 4-fils par un TRMC2. Le chauffage est piloté par une source de courant 0-100 mA.

3.3.2 Mesures et résultats

D'abord, nous discutons la puissance frigorifique du réfrigérateur dans le cas où la concentration d'³He injectée est 90 %. Ensuite, nous décrivons la différence de fonctionnement de l'échangeur monophasique pour des vitesses d'écoulement supérieures et inférieures à la vitesse critique. Finalement, nous abordons l'effet de la concentration en ³He à l'injection sur le fonctionnement du réfrigérateur.

Puissance frigorifique

L'analyse du fonctionnement du réfrigérateur se fait en premier lieu par la puissance frigorifique au point froid.

La puissance de chauffage \dot{Q} est injectée sur l'³He, la mesure se fait par un thermomètre à la sortie du point froid, voir figure 3.8. Le chauffage et le thermomètre sont séparés pour que la température mesurée soit celle du fluide et non celle du chauffage. Ce dispositif permet une comparaison directe des résultats expérimentaux avec les résultats des modèles théorique.

La puissance frigorifique du premier échangeur est tracée sur la figure 3.9. \dot{Q}/\dot{n}_4 est mesuré pour plusieurs concentrations x et plusieurs débits. Toutes ces mesures suivent la même loi en T^2 au dessus de 100mK.

L'ajustement des mesures avec une loi en T^2 donne :

$$\dot{Q}/\dot{n}_4 = 5.31T^2 - 0.018 = 5.31(T^2 - 0.058^2) \quad (3.31)$$

Il y a un écart de 8 % entre la valeur mesurée, 5.31 J/(mol.K²), et la valeur théorique, 5.76 J/(mol.K²) du coefficient.

Pour être plus précis, les données vont être comparées à la prédiction du modèle de l'échangeur diphasique, de la section 3.2.2. La figure 3.10 montre que les valeurs de \dot{Q} sont en bon accord avec les résultats du modèle diphasique au dessus de 100 mK. Une puissance de 0.7 μ W a été retranchée sur les valeurs de puissance du modèle pour tenir compte des pertes thermiques. La figure 3.11 montre qu'en dessous de 100 mK les mesures s'écartent du modèle théorique. Cet écart doit être dû à des échauffements par friction dans les fluides et/ou par conduction dans les parois des capillaires et/ou dans

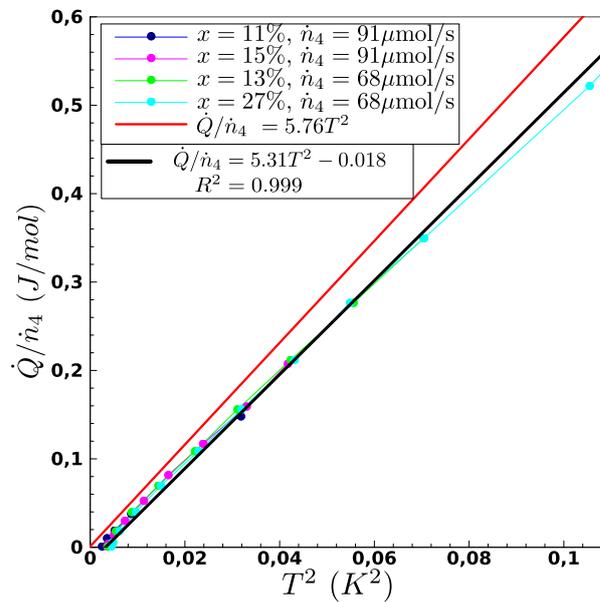


Figure 3.9 – Puissance frigorifique de l'échangeur 1 pour différentes concentrations et débits. La droite noire est l'ajustement de la série de mesures $x = 27\%$, $\dot{n}_4 = 68\mu\text{mol/s}$. L'équation de cette droite est $\dot{Q}/\dot{n}_4 = 5.31T^2 - 0.018$ J/mol. La droite rouge est la courbe théorique, $\dot{Q}/\dot{n}_4 = 5.76T^2$ J/mol.

les fluides. Ces contributions ne sont pas prises en compte dans le modèle présenté.

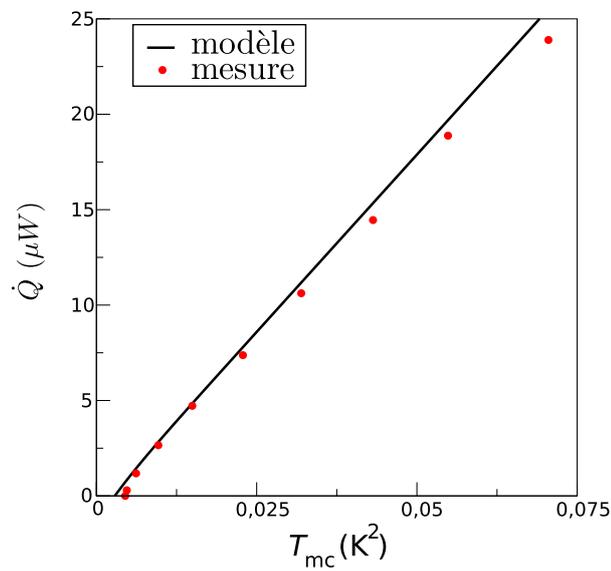


Figure 3.10 – Comparaison des résultats expérimentaux pour l'échangeur diphasique avec les prédictions du modèle. Les conditions sont ici : $\dot{n}_3 = 22.3\mu mol/s$, $\dot{n}_4 = 68.5\mu mol/s$, $d = 400\mu m$, $L = 3 m$ et $T_{ci} = 0.5 K$. Pour cette série de mesures, T_{ci} varie entre 440 mK et 690 mK. Cependant cet écart n'introduit pas de modification significative de la courbe issue du modèle.

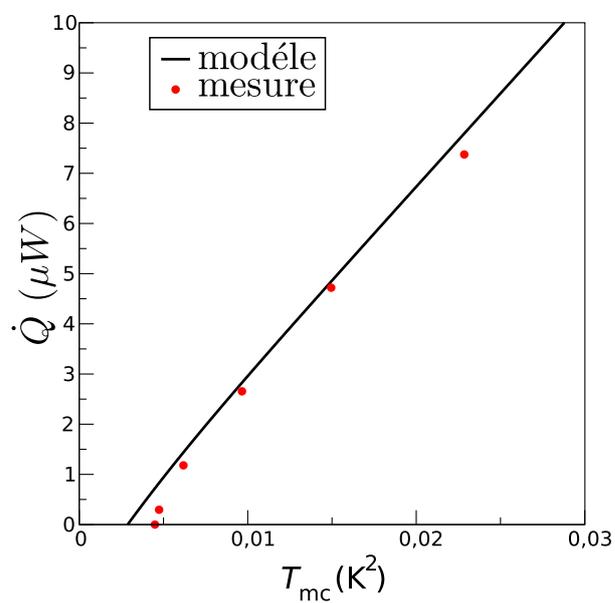


Figure 3.11 – Comparaison du modèle de l'échangeur diphasique et des mesures, partie basse température de la figure 3.10.

	A	B	C
\dot{n}_4 ($\mu\text{mol/s}$)	82	41	103
\dot{n}_3 ($\mu\text{mol/s}$)	30	15	37
v_{4-High} (cm/s)	35	17	47
$v_{mix-High}$ (cm/s)	48	24	61

Table 3.3 – Tableau des débits et des vitesses dans la partie haute de l'échangeur

Court-circuit thermique

Un des rôles de l'extracteur est de découpler thermiquement l'étage de prérefroidissement de l'échangeur diphasique. Pour cela la vitesse doit être assez élevée, supérieur à 20 cm/s. Nous pouvons vérifier ce phénomène dans l'extracteur.

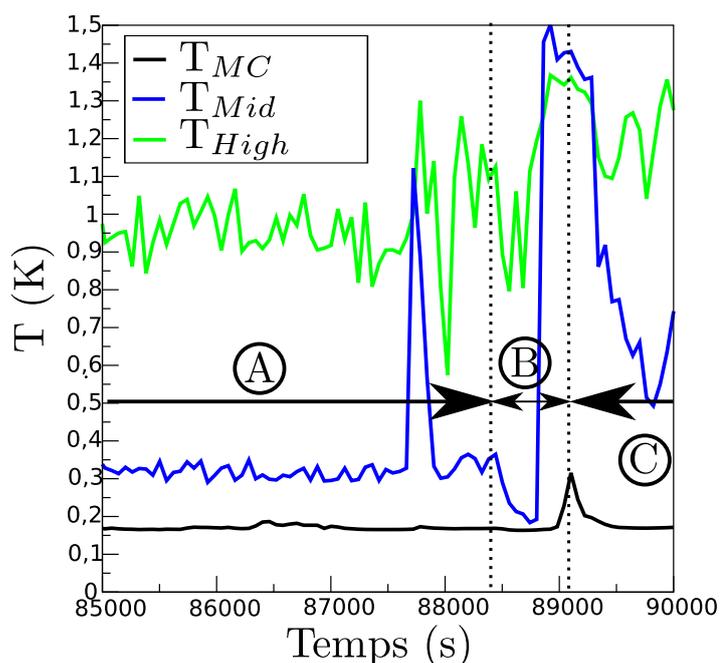


Figure 3.12 – Court-circuit thermique sur l'échangeur chaud. Les débits et vitesses dans les capillaires fins sont donnés dans le tableau 3.3

Cette mesure a été effectuée sur le premier échangeur. Sur la figure 3.12 est tracée la température des thermomètres de l'échangeur en fonction du temps. Les trois zones correspondent à différents débits, voir tableau 3.3. Dans la

zone A, les températures sont stables, mais bruitées. Il y a un gradient thermique tout au long de l'échangeur. La vitesse dans le capillaire d' ^4He est supérieure à 20 cm/s. Dans la zone B, le débit est diminué de telle façon que $v_{4-High} < 20$ cm/s. Si $T_{mid} \approx T_{high}$, il n'y a plus de gradient thermique sur l'extracteur. T_{MC} augmente aussi mais avec un décalage en temps. Dans la zone C, $v_{4-High} > 20$ cm/s, les thermomètres retrouvent leurs températures initiales.

La vitesse de l' ^4He dans le capillaire est donc un point important du fonctionnement de l'échangeur. La vitesse limite séparant les deux régimes n'est pas ici clairement déterminée. Nous détaillerons plus dans le chapitre suivant cette discussion de vitesse critique.

Effet de la concentration en ^3He à l'injection

Dans la partie 3.2.1, nous avons discuté l'influence de la concentration d' ^3He en entrée sur la dilution, mais la limite de fonctionnement n'apparaît pas clairement à partir du modèle. Pour vérifier quelle est la concentration d' ^3He minimale acceptable en entrée de l'échangeur, nous avons mesuré la température de la chambre de mélange, T_{MC} en fonction de la concentration d' ^3He en entrée : $x_{in} = \frac{\dot{n}_3}{\dot{n}_3 + \dot{n}_{4in}}$. Cette concentration est contrôlée par le mélange à chaud de \dot{n}_3 et \dot{n}_{4in} . Un premier débitmètre contrôle \dot{n}_3 , un deuxième contrôle \dot{n}_4 indépendamment. Pour toutes les mesures, la concentration en sortie $x_{out} = \frac{\dot{n}_3}{\dot{n}_3 + \dot{n}_{4in} + \dot{n}_4}$ est gardée constante. Pour cela la somme de \dot{n}_{4in} et \dot{n}_4 est constante. Ces mesures ont été faites dans plusieurs conditions. Les séries de mesures ont été regroupées dans plusieurs figures :

figure 3.13 Les courbes sont mesurées sur les deux échangeurs ; le débit d' ^3He est le même pour les deux mesures.

figure 3.14 Les courbes sont mesurées sur le deuxième échangeur, la concentration de sortie, x_{out} est constante, $x_{out} = 23.9\%$ et on fait varier \dot{n}_3 .

figure 3.15 Les courbes sont mesurées sur le deuxième échangeur, \dot{n}_3 est constant, 15 $\mu\text{mol/s}$ et on fait varier x_{out} .

figure 3.16 Les courbes sont mesurées sur le deuxième échangeur, \dot{n}_3 est constant, 30 $\mu\text{mol/s}$ et on fait varier x_{out} .

Les mesures ont été faites sur les deux premiers échangeurs. La figure 3.13 compare les résultats obtenus sur les deux échangeurs dans les mêmes conditions de débit et de concentration en sortie. L'échangeur 1 permet d'atteindre des températures plus basses que l'échangeur 2. La température de la chambre de mélange ne semble pas influencée par x_{in} tant que $x_{in} > 70\%$.

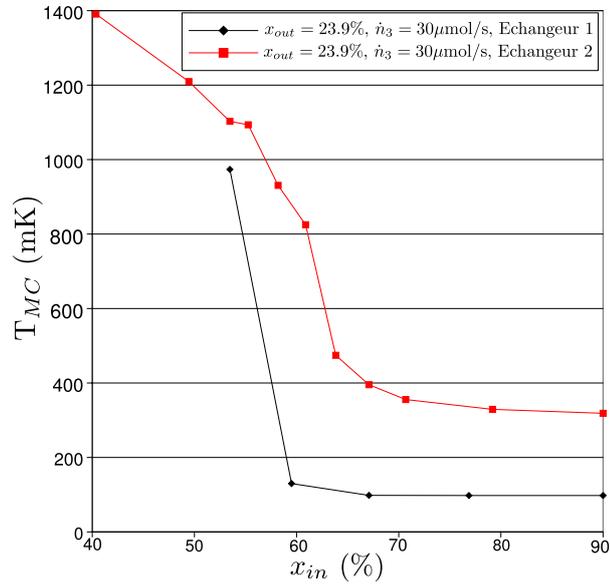


Figure 3.13 – Température de la chambre de mélange en fonction de la concentration en entrée. Comparaison des deux échangeurs.

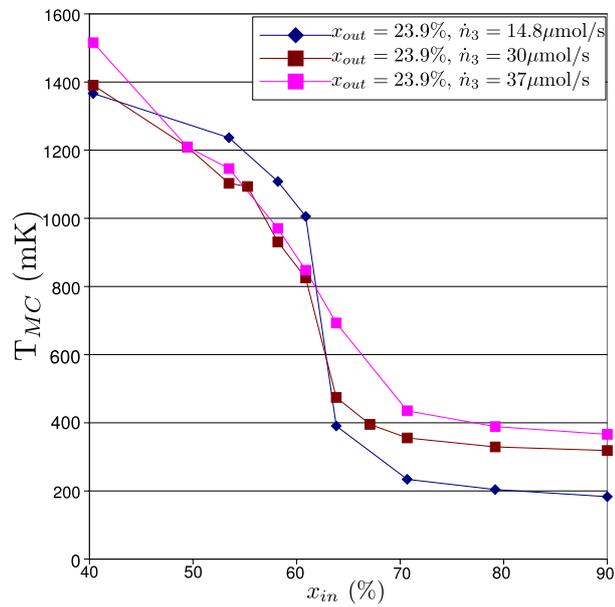


Figure 3.14 – Température de la chambre de mélange en fonction de la concentration en entrée, influence du débit, échangeur 2.

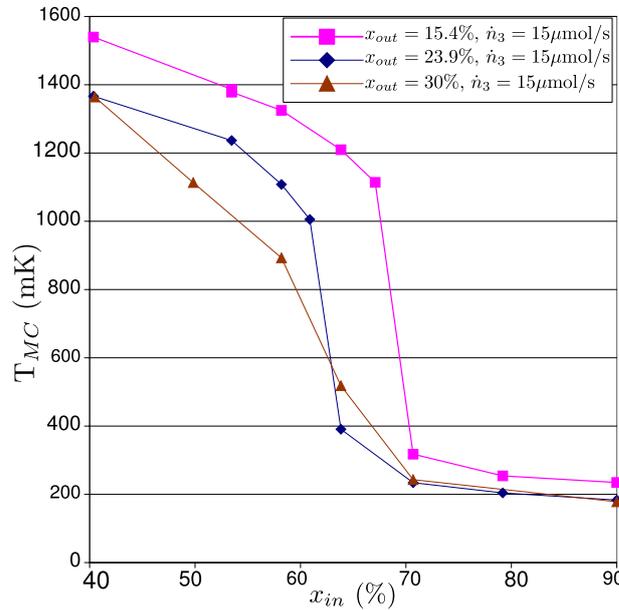


Figure 3.15 – Température de la chambre de mélange en fonction de la concentration en entrée, influence de la concentration de sortie, échangeur 2.

En dessous de cette concentration la température de l'échangeur 2 augmente brusquement. La limite est de 60% dans le cas de l'échangeur 1. La plupart des mesures ont été faites sur le deuxième échangeur. Comme celui-ci n'est constitué que d'un extracteur, les résultats expérimentaux devraient se rapprocher de ceux du modèle de l'extracteur. La comparaison des courbes à différents débits, figure 3.14, montre qu'à concentration x_{out} constante le débit d' ^3He joue un rôle sur la température du point froid pour $x_{in} > 70\%$. Mais le débit n'a aucun effet sur la concentration à laquelle a lieu le décrochage en température.

La comparaison des courbes à différentes concentrations de sortie, figures 3.15 et 3.16, montre que la concentration de sortie influence peu la température de la chambre de mélange. Cependant la concentration en sortie modifie légèrement la température de décrochage.

Le modèle de l'extracteur présenté à la partie 3.2.1 donne une concentration d' ^3He minimale en entrée à ne pas dépasser de l'ordre de 40%. Avec ce modèle on s'attend à ce que la puissance frigorifique de l'échangeur diminue régulièrement quand x_{out} diminue. Les mesures faites ne permettent pas de valider ce modèle. En effet, la concentration x_{out} doit être supérieure à 70%.

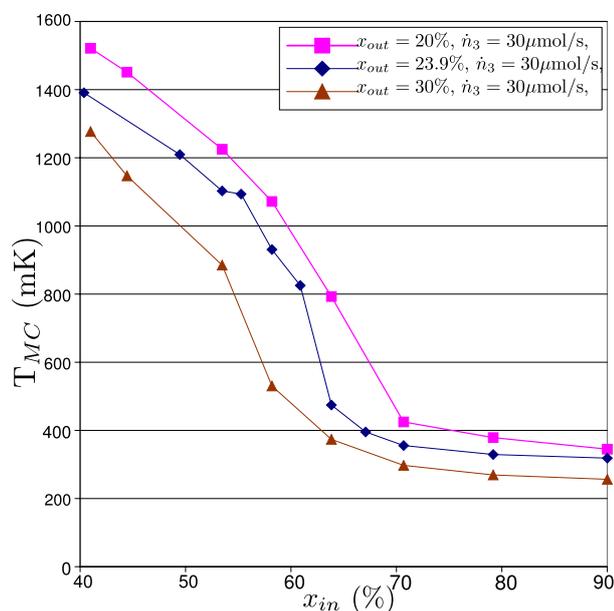


Figure 3.16 – Température de la chambre de mélange en fonction de la concentration en entrée, influence de la concentration de sortie, échangeur 2.

La transition de la température de la chambre de mélange est brutale. Cette transition est certainement liée à la présence d' ^4He superfluide dans le capillaire d'injection d' ^3He . Un contre-courant d' ^3He dans le phase dilué et concentré dans ce capillaire pourrait former un court-circuit thermique. Cet effet a aussi été observé dans des réfrigérateurs à dilution classiques. Néanmoins, une première conclusion est que la concentration d' ^3He en entrée doit être supérieure à 70 %. Face à ce résultat, nous n'avons pas poussé l'étude plus en amont. Nous allons maintenant mesurer la concentration d' ^3He qui peut être extraite du système de séparation.

3.4 Séparation isotopique par superfuite

Cette partie est consacrée à la séparation de l' ^4He du mélange par une superfuite seule. Après avoir décrit le principe de l'expérience et le dispositif expérimental utilisé, les résultats seront discutés.

3.4.1 Principe de l'expérience

Dans le mélange ^3He - ^4He , une partie de l' ^4He est superfluide. Ce superfluide peut être extrait grâce à une superfuite. La limite d'enrichissement est définie par la ligne λ du diagramme de phase, figure 2.1. La circulation de l' ^4He se fait par la différence de pression entre les deux chambres du dispositif, voir figure 3.17. La pression pousse l' ^4He superfluide à passer au travers de la superfuite. Le liquide normal, un mélange d' ^3He et d' ^4He , reste dans la boîte. Le mélange est extrait de la boîte par un capillaire fin.

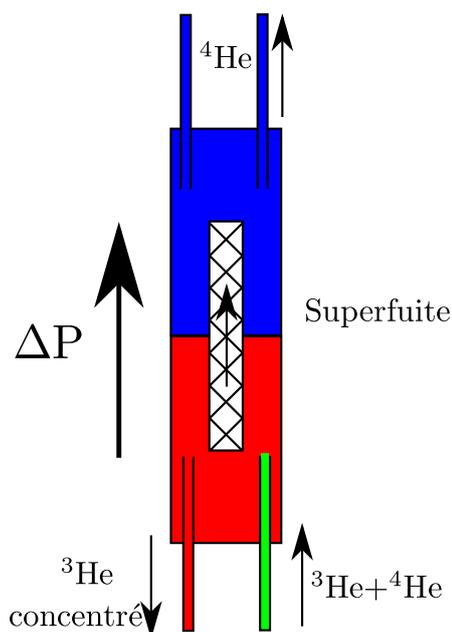


Figure 3.17 – Schéma de la boîte de séparation de l'hélium. Le mélange ^3He - ^4He est injecté dans la chambre basse de la superfuite avec plusieurs bars de pression. La pression dans la chambre haute est de 1 bar. Par différence de pressions l' ^4He passe au travers de la superfuite. L' ^3He concentré est extrait de la chambre basse.

Pour s'affranchir des problèmes de pressions fontaine et osmotique, la différence de pression ΔP sur la superfuite est de plusieurs bars ; l'ensemble est isotherme, plongé dans un bain d' ^4He pompé.

3.4.2 Dispositif expérimental

L'étude en pression implique des pressions de plusieurs bars. Le Vycor est un matériau poreux utilisé pour faire des superfuites. Ce matériau a l'avantage de supporter les fortes pressions. L'ensemble de l'expérience est schématisé en figure 3.18. Le barreau de Vycor a pour dimension 10 mm de diamètre et 6 cm de long. La figure 3.18 est un schéma du test. La concentration et

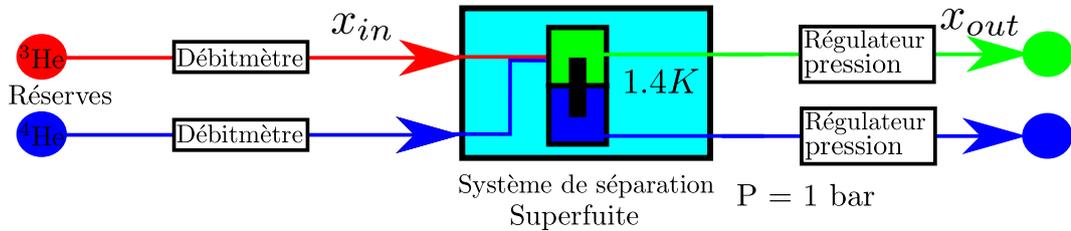


Figure 3.18 – Schéma de principe du test de la superfuite. La concentration d' ^3He à l'entrée de la superfuite est contrôlée par les débits d' ^3He et d' ^4He injectée. La concentration en sortie est analysée par un spectromètre de masse.

le débit en entrée sont régulés par les débitmètres en entrée. La pression de chaque coté de la superfuite est contrôlée par des régulateurs de pression en sortie du cryostat. La pression est ajustée pour que l'hélium se condense dans le dispositif. La température du bain est de 1.4 K. La pression d'injection du mélange se trouve entre 4 et 25 bars selon le débit. La pression de sortie est régulée à 1 bar des deux cotés de la superfuite. La chute de pression sur la partie mélange du dispositif est réalisée par deux capillaires, un en entrée et un en sortie, dont les diamètres internes sont : $d = 31\mu\text{m}$ et $L = 80\text{ cm}$.

3.4.3 Résultats

La mesure de la concentration d' ^3He est faite par un spectromètre de masse. Ce spectromètre n'est pas directement connecté au banc de mesures. Un échantillon de gaz est récupéré dans une bouteille vide, puis analysé. Ce

mode opératoire ne permet pas de mesurer en continu la concentration d' ^3He en sortie. Les mesures ont été faites pour différentes concentrations en entrée, entre 18 et 24 %, et différentes pressions d'injections entre 8 et 25 bars. La concentration d' ^3He en sortie est toujours dans une gamme de 35 à 40 %. Cette concentration est proche de la concentration de la ligne de transition superfluide.

3.5 Conclusion

Les premières expériences menées sur l'échangeur du réfrigérateur à dilution spatialisable ont montré qu'il est possible de faire fonctionner ce système avec des débits d'hélium de l'ordre de 100 $\mu\text{mol/s}$. Nous avons vérifié que la puissance frigorifique obtenue par les mesures est proche de la valeur théorique. Le débit d' ^4He doit dépasser une vitesse critique pour que la conduction thermique du superfluide ne thermalise pas tout l'échangeur à la température du prérefroidissement.

Cependant la température de l'échangeur devient élevée quand la concentration d' ^3He à l'injection est au-dessous de 70 %. D'un autre côté la séparation de l' ^3He de l' ^4He grâce à une superfuite ne permet pas d'obtenir de l' ^3He à plus de 40 %. Des investigations supplémentaires seraient nécessaires pour comprendre à quoi est dû le décrochage de l'échangeur quand la concentration d' ^3He est trop faible. Nous avons décidé de nous focaliser sur un autre système plus prometteur.

Chapitre 4

Réfrigérateur à dilution en cycle fermé

Dans un réfrigérateur à dilution standard, la purification de ^3He se fait par distillation. Nous adaptons ici cette technique pour pouvoir faire circuler à la fois ^3He et ^4He et ainsi refermer le cycle du réfrigérateur à dilution à cycle ouvert. ^3He est extrait du bouilleur par une pompe mécanique et ^4He par une pompe à pression fontaine. Ils sont ensuite réinjectés dans l'échangeur. Dans ce chapitre nous allons décrire le fonctionnement du bouilleur et de la pompe à pression fontaine. Ensuite l'ensemble expérimental permettant de tester cette technique sera décrit. Nous finirons par les résultats des expériences sur les trois parties du réfrigérateur, l'échangeur, la pompe à pression fontaine et le bouilleur. Cette technique de séparation fait l'objet d'un brevet. Des techniques similaires ont été étudiées, voir références [23] et [24], sans être destinées à une utilisation spatiale.

4.1 Description du cycle fermé

La figure 4.1 schématise la dilution spatiale en cycle fermé. Le système est composé de trois parties, l'échangeur à contre-courant décrit dans les parties précédentes, le bouilleur et la pompe à pression fontaine. La séparation de ^3He et ^4He se passe dans le bouilleur. Les vapeurs dans le bouilleur sont très riches en ^3He . ^3He est extrait en pompant le gaz. Après avoir été comprimé, il est condensé dans le pot à 1 K puis injecté dans l'échangeur. ^4He circule grâce à l'effet fontaine au travers de la superfuite. Il circule ensuite dans le pot à 1 K et le bouilleur pour être prérefroidi avant d'être injecté dans l'échangeur.

Dans une utilisation spatiale, l'interface liquide-gaz sera localisée par un ma-

tériau poreux. Une étude a été faite pour la NASA démontrant la faisabilité de ce système, voir la référence [17]. L'étude de ce matériau poreux et de son intégration au bouilleur ne sera pas faite dans cette thèse.

4.1.1 La pompe à pression fontaine

L' ^4He superfluide est extrait du bouilleur à travers une superfuite grâce à l'effet fontaine. Cet effet apparaît quand il y a une différence de température entre les deux extrémités d'une superfuite, voir 2.2. La puissance de chauffage injectée dans le superfluide, \dot{Q}_{fp} , est reliée au débit d' ^4He , \dot{n}_4 , et à la température du fluide au point chaud de la superfuite, T_{fp} par :

$$\dot{Q}_{fp} = \dot{n}_4 s_{40} T_{fp} \quad (4.1)$$

Grâce à cet effet l' ^4He superfluide est extrait du bouilleur et réinjecté dans le capillaire de circulation d' ^4He . L' ^4He est ensuite refroidi à 1.4 K par un refroidisseur externe puis dans le bouilleur avant d'être réinjecté dans l'échangeur. Si la vitesse est suffisamment faible dans la superfuite, la condition $\Delta\mu_4 = 0$ est réalisée dans la superfuite [25], voir équation(2.20). Donc le potentiel chimique de l' ^4He dans le bouilleur est égal au potentiel chimique de l' ^4He dans la partie chaude de la pompe à pression fontaine : $\mu_{4still}(T_{still}, x_{still}) = \mu_{4fp}(T_{fp})$. L'équilibre des pressions sur le circuit de circulation de l' ^4He donne l'égalité suivante :

$$P_{fp} = \Delta P_{capillaire} + \Pi_{still} + P_{fstill} \quad (4.2)$$

où P_{fp} est la pression fontaine dans la partie chaude la pompe à pression fontaine, $\Delta P_{capillaire}$ est la perte de charge dans les capillaires entre la pompe à pression fontaine et le bouilleur. Π_{still} est la pression osmotique dans le bouilleur et P_{fstill} est la pression fontaine dans le bouilleur. Cette équation peut être simplifiée en écrivant :

$$\Delta P_{fp} = P_{fp} - P_{fstill} \quad (4.3)$$

La pression fontaine s'écrit alors :

$$\Delta P_{fp} = \frac{1}{v_{40}} \int_{T_{still}}^{T_{fp}} s_{40} dT \quad (4.4)$$

où s_{40} est l'entropie molaire de l' ^4He pur. La chute de pression dans les capillaires, $\Delta P_{capillaire}$, se traduit par une augmentation de température de travail de la pompe à pression fontaine. Celle-ci ne fonctionne qu'avec de l' ^4He superfluide. Donc la concentration et la température maximum possible du

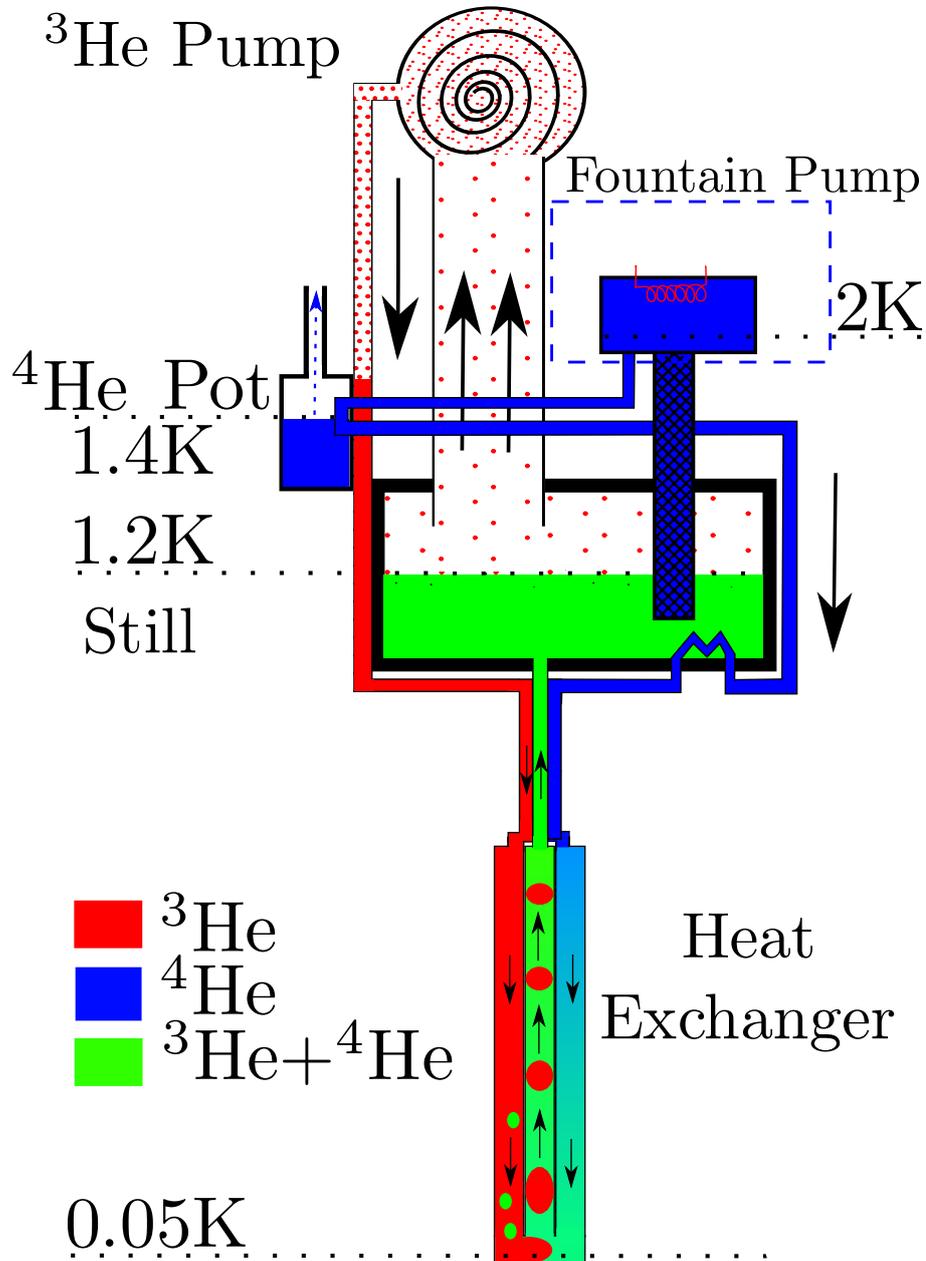


Figure 4.1 – Schéma de principe de la dilution en cycle fermé. $L^3\text{He}$ est évaporé dans le bouilleur puis aspiré par une pompe. Après avoir été comprimé par la pompe il se condense dans le pot ${}^4\text{He}$. $L^3\text{He}$ liquide est alors prérefroidi par le bouilleur et enfin injecté dans le bouilleur. $L^4\text{He}$ passe par la superfuite grâce à l'effet fontaine. Il est ensuite prérefroidi par le pot ${}^4\text{He}$ et le bouilleur avant d'être réinjecté dans l'échangeur.

bouilleur sont atteintes pour $\mu_{4still}(T_{still}, x_{still}) = \mu_{4fp}(T_{fp} = T_\lambda)$, où T_λ est la température de transition superfluide.

4.1.2 Le bouilleur

La séparation de l' ^3He du mélange est possible par évaporation. La figure 4.2 montre que la pression de vapeur saturante de l' ^3He est plus haute que celle de l' ^4He . Donc, le gaz au-dessus du mélange sera composé majoritairement d' ^3He . Grâce aux données de Sydorjak et al. [26], il est possible de

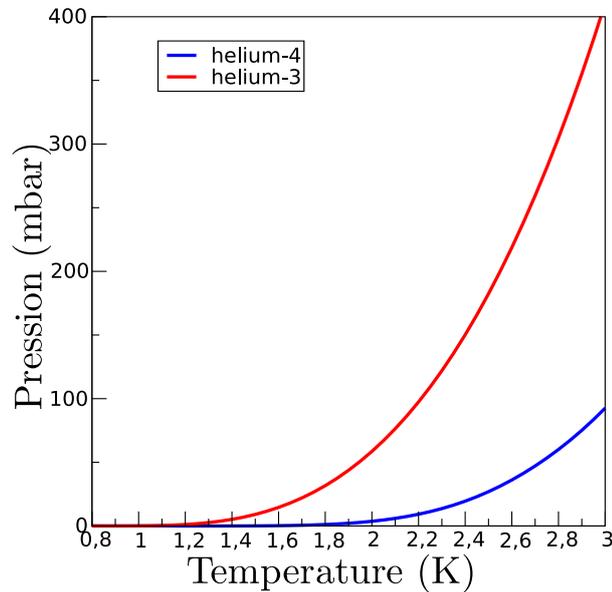


Figure 4.2 – Pression de vapeur saturante de l' ^3He et de l' ^4He en fonction de la température

connaître la concentration dans les vapeurs en fonction de la concentration et de la température du bain. Les mesures faites dans le chapitre précédent ont montré que le fluide injecté dans la dilution doit avoir une concentration en ^3He supérieure à 70 % pour que le refroidissement s'effectue correctement. La concentration d' ^3He limite dans les vapeurs est une première contrainte pour le fonctionnement du bouilleur.

Une fois vaporisé, l' ^3He est aspiré et recomprimé grâce à une pompe. La pression de sortie de pompe doit être suffisante pour que l' ^3He se liquéfie à la température du prérefroidisseur, ici le pot ^4He comme indiqué sur la figure 4.2. Le liquide est ensuite prérefroidi dans le pot à 1 K puis dans le bouilleur

avant d'être injecté dans l'échangeur.

La pompe de circulation de l' ^3He est un point critique du réfrigérateur à dilution en cycle fermé pour une utilisation sur satellite. Il n'existe pas de pompe de type «commercial» répondant aux exigences du spatial qui conviennent à ce système. Néanmoins des pompes spatialisables sont en cours de développement. La principale difficulté des pompes en question est le vide limite. Par exemple, actuellement une pompe spatialisable conçue pour une détente JT ^3He à un vide limite de 40 mbar [27]. L'objectif est donc de faire fonctionner le système avec la plus haute pression possible.

A partir des contraintes de la pompe à pression fontaine, de pureté de l' ^3He réinjecté et de la pompe de circulation de l' ^3He , il est possible de calculer le régime de fonctionnement du bouilleur. Nous allons estimer la zone de fonctionnement du bouilleur en fonction des paramètres x , P_{still} , T_{still} . Une des contraintes est la concentration en ^3He dans les vapeurs. Roberts et al.[28] ont calculé la concentration dans les vapeurs, à partir de considérations thermodynamiques, données rapportées par Taconis et al. [29]. La concentration d' ^3He dans les vapeurs en fonction de la concentration dans le liquide est présentée à la figure 4.3 pour différentes pressions du bouilleur.

Les mesures exposées dans le chapitre 3, ont montré que la concentration en ^3He à l'injection devait être supérieure à 70 % pour que le processus de dilution fonctionne correctement. Pour $x_{liquide} = 10\%$, la pression de travail devra être inférieure à quelques dizaines de mbars.

Un deuxième critère est que la pompe à pression fontaine puisse fonctionner. Pour cela la température de la pompe à pression fontaine doit être inférieure à la température de transition superfluide $T_\lambda = 2.17\text{K}$. La température de la pompe dépend du potentiel chimique μ_{40} de l' ^4He pur. Si la vitesse de l' ^4He dans la superfuite n'est pas trop élevée, μ_{40} est constant le long d'une superfuite. Le potentiel chimique de l' ^4He dans le bouilleur μ_4 est égal à celui de la partie chaude de la pompe à pression fontaine, $\mu_{40}(T_{fp}) = \mu_4(T_{still}, x_{still})$. Autrement dit, la température et la concentration du bouilleur fixent la température minimum de la pompe à pression fontaine, dans la limite $\dot{n}_4 \rightarrow 0$ donc $P_{capillaire} \rightarrow 0$. Cette température minimum est tracée sur la figure 4.4. Le potentiel chimique de l' ^4He dans le bouilleur $\mu_4(T_{still}, x_{still})$ du mélange est calculé d'après l'expression classique de London[4] :

$$\mu_4(T_{still}, x_{still}) = -RT \ln(1 - x) - \mu_4^E \quad (4.5)$$

μ_4^E est un ajustement des données de Radebaugh[9] : $\mu_4^E = \sqrt{\frac{T}{0.5625}}x^2$, valable pour $x < 19\%$ et $T < 1.2\text{K}$. μ_4^E contribue faiblement à μ_4 .

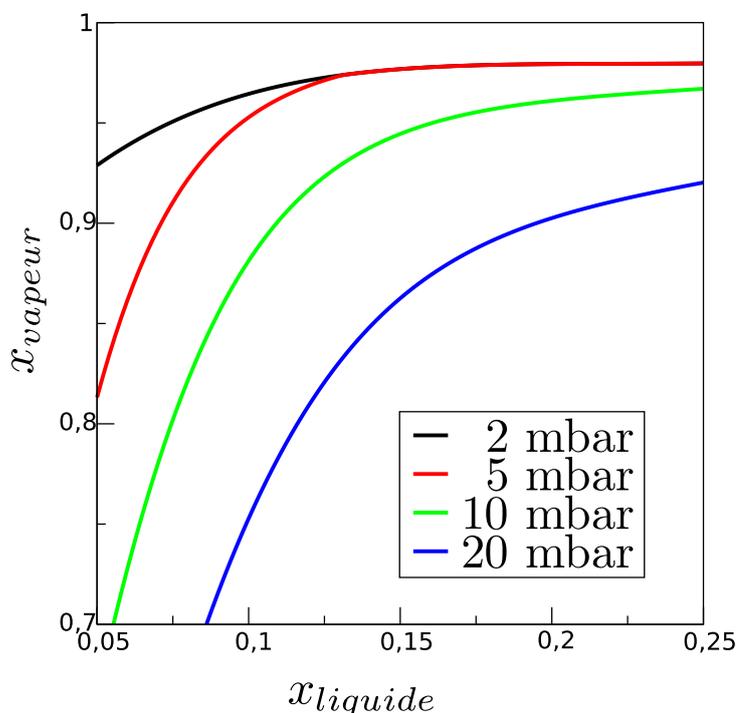


Figure 4.3 – Concentration d' ^3He dans les vapeurs du bouilleur en fonction de la concentration dans le liquide pour différentes pressions

A partir du potentiel chimique $\mu_{40}(T)$ de l' ^4He tabulé par Donnelly et al.[30], la température de la pompe à pression fontaine est calculée. Sydorjak et al.[26] ont mesuré la pression de vapeur saturante du mélange ^3He - ^4He sur toute la gamme de concentration et entre 0.6 K et 2.4 K. A partir de ces mesures, la température du bouilleur pour différentes pressions est calculée.

Cette figure combinée à la figure 4.3 donne les limites d'utilisation du bouilleur. Il apparaît que la pression joue un rôle important dans le domaine de fonctionnement du bouilleur. Les meilleures conditions sont atteintes à basses pressions. Néanmoins le bouilleur devrait pouvoir fonctionner jusqu'à 10 mbar et peut-être au-delà. Il faudra pour cela avoir la perte de charge la plus faible possible dans les capillaires du circuit d' ^4He , tout en tenant compte des contraintes de l'échangeur. A partir de ces considérations, un prototype a été construit et des expériences ont été menées pour valider expérimentalement le concept et définir les points difficiles.

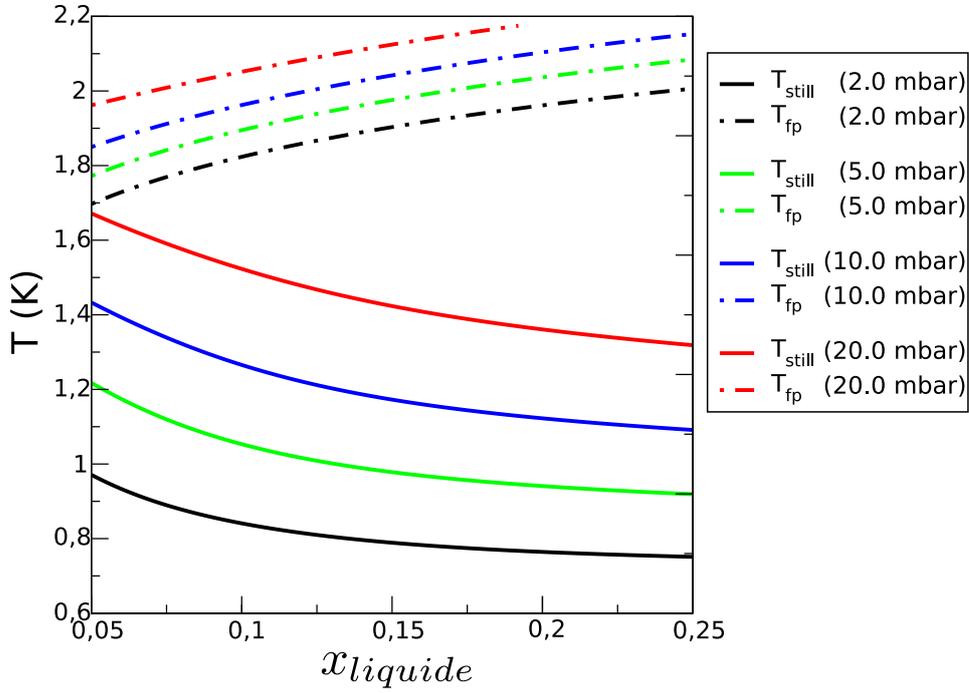


Figure 4.4 – Ligne pleine : Température du bouilleur, ligne pointillée : Température de la pompe à pression fontaine en fonction de la concentration $d^3\text{He}$ dans le liquide du bouilleur

Puissance frigorifique du bouilleur

L'évaporation de $l^3\text{He}$ du bouilleur contrôle le débit de circulation. Le débit d'évaporation de $l^3\text{He}$ est lié à la puissance frigorifique du bouilleur :

$$\dot{Q}_{still} = \dot{n}_3 L_{34}(T_{still}, x_{still}) \quad (4.6)$$

$L_{34}(T, x)$ est la chaleur latente d'évaporation de $l^3\text{He}$ pour une température T et une concentration x_{still} du liquide. D'après Radebaugh [9], la chaleur latente du mélange peut s'écrire :

$$L_{34}(x_v, T) = x_v L_3(T) + (1 - x_v) L_4(T) - [H^E(x_l, T) + (x_v - x_l) \frac{\partial H^E(x_l, T)}{\partial x_l}] \quad (4.7)$$

L_3 et L_4 sont les chaleurs latentes de $l^3\text{He}$ et de $l^4\text{He}$, pour les valeurs numériques voir [9] et [30]. La contribution du terme en H^E est petite par rapport aux autres termes. En prenant une condition nominale de fonctionnement $x = 10\%$ et $T_{still} = 1.05\text{ K}$, c'est-à-dire pour une pression de 5 mbar, la

puissance frigorifique du bouilleur est de 1 mW pour un débit de 30 $\mu\text{mol/s}$. La puissance frigorifique du bouilleur est reliée au débit d' ^3He qui s'évapore. Donc le débit d' ^3He est ajusté par le chauffage du bouilleur. De plus, la puissance frigorifique du bouilleur sert aussi à prérefroidir l' ^3He et l' ^4He purs, avant l'injection dans l'échangeur.

4.1.3 Étage de prérefroidissement

Avant d'être injectés dans l'échangeur, l' ^3He et l' ^4He doivent être respectivement refroidis depuis 4.2K et 2K jusqu'à la température du bouilleur. La puissance frigorifique du bouilleur n'est pas suffisante pour refroidir ces fluides. Un étage de refroidissement intermédiaire est nécessaire. Nous allons calculer la puissance nécessaire à différentes températures de cet étage et dans le bouilleur.

Si il n'y a pas d'échangeur de chaleur entre le gaz entrant et le gaz sortant, la puissance frigorifique nécessaire pour refroidir l' ^3He est la somme des contributions du refroidissement du gaz jusqu'à la température de liquéfaction et de la chaleur latente de liquéfaction :

$$\dot{Q} = \dot{n}_3 \left[\underbrace{5/2R(T_{\text{bain}} - T_{\text{prerefroidissement}})}_{\text{refroidissement du gaz}} + \underbrace{L_{30}(T_{\text{prerefroidissement}})}_{\text{liquéfaction}} \right] \quad (4.8)$$

La puissance nécessaire pour refroidir l' ^4He est :

$$\dot{Q} = \dot{n}_4 (H_{40}(T_{fp}) - H_{40}(T_{pot})) \quad (4.9)$$

Ces deux puissances sont tracées en figure 4.5 pour plusieurs températures de l'étage de prérefroidissement.

Le tableau 4.1 présente la puissance nécessaire pour refroidir $\dot{n}_3 = 30\mu\text{mol/s}$ d' ^3He et $\dot{n}_4 = 120\mu\text{mol/s}$ d' ^4He de la température du prérefroidissement T_{pot} jusqu'à la température du bouilleur, ici 1 K. La puissance nécessaire pour refroidir l' ^3He est calculée avec :

$$\dot{Q} = \dot{n}_3 (H_{30}(T_{pot}) - H_{30}(T_{still})) \quad (4.10)$$

L'enthalpie de l' ^3He est calculée à partir de la chaleur spécifique de l' ^3He [9], la précision sur la chaleur spécifique est de l'ordre de 2 à 5 %.

Le bouilleur a une puissance frigorifique de l'ordre de 1 mW. Nous avons vu que la puissance injectée dans le bouilleur contrôle le débit d' ^3He . Pour pouvoir contrôler ce débit d' ^3He , il est nécessaire d'avoir une marge de manœuvre. Donc la température de l'étage de prérefroidissement doit être inférieure à 2 K.

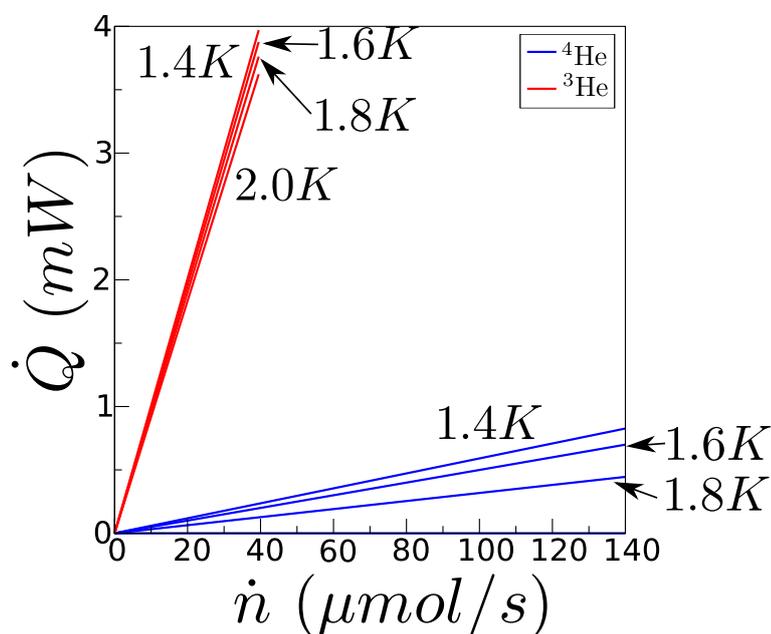


Figure 4.5 – Puissance frigorifique nécessaire pour le prérefroidissement de $l^3\text{He}$, depuis 4.2 K, et de $l^4\text{He}$, depuis 2 K, jusqu'à une température intermédiaire. Les températures indiquées sont les températures du prérefroidisseur.

4.2 Dispositif expérimental

Un prototype a été construit pour valider le concept du réfrigérateur à dilution spatiale en cycle fermé. Le prototype a été conçu pour vérifier que le fonctionnement est conforme à la description faite précédemment. Il doit permettre de déterminer les points critiques du système, les paramètres de fonctionnement et les spécifications pour une pompe de circulation. De plus, ce prototype doit permettre d'améliorer la compréhension de l'échangeur. Plusieurs séries de mesures ont été réalisées. Entre ces mesures, des modifications ont été apportées pour ajuster le régime de fonctionnement en fonction des objectifs à atteindre. Nous allons maintenant décrire l'ensemble expérimental.

4.2.1 Canne cryogénique

L'ensemble expérimental se trouve dans une boîte à vide pour être protégé des apports de chaleur par conduction et convection. Cette boîte à vide se trouve au bout d'une canne qui sert à la fois de support mécanique, de tube de pompage, d'amenée de courant,... Cette canne s'insère dans un vase rempli

T_{pot} (K)	$\dot{Q}(\dot{n}_3 = 30\mu\text{mol/s})$	$\dot{Q}(\dot{n}_4 = 120\mu\text{mol/s})$	$\dot{Q}_{Tot}(mW)$
2.0	0.18	0.78	0.96
1.8	0.13	0.40	0.53
1.6	0.09	0.19	0.28
1.4	0.06	0.08	0.15

Table 4.1 – Puissance nécessaire pour refroidir $\dot{n}_3 = 30 \mu\text{mol/s}$ d' ^3He et $\dot{n}_4 = 120\mu\text{mol/s}$ d' ^4He de la température du prérefroidissement T_{pot} jusqu'à la température du bouilleur, ici 1 K. Cette puissance doit être absorbée par le bouilleur.

d' ^4He liquide, à 4 K. Ce vase à double paroi est plongé dans un bain d'azote liquide pour le prérefroidir et protéger du rayonnement 300 K. La canne a été conçue et réalisée par le Service d'Etude et Réalisation d'Appareillages Scientifiques (SERAS).

Dans la boîte à vide se trouve le cœur du réfrigérateur. La figure 4.6 montre un dessin en coupe du réfrigérateur et une photo du réfrigérateur à dilution construit. Chaque élément va être décrit.

Bouilleur

La fonction du bouilleur est de séparer l' ^3He du mélange ^3He - ^4He . L'évaporation de l' ^3He est régulée par la puissance appliquée sur une résistance électrique dans le bain. Le chauffage, \dot{Q}_{still} , est un fil de constantan enroulé de 750 Ω .

Comme l' ^4He du mélange est superfluide, un film d' ^4He recouvre les parois du bouilleur. Ce film remonte dans le tube de pompage et s'évapore. La concentration d' ^3He dans les vapeurs dépend donc du débit du film d' ^4He . Pour restreindre ce débit, un coupe-film est placé à l'entrée du tube de pompage. Ce coupe-film est un orifice de 1 mm de diamètre pour 1 mm d'épaisseur. Le débit d' ^4He dans le film dépend de la température et du périmètre du trou, voir [14]. Entre 1.0 K et 1.3 K, une valeur majorée du débit d' ^4He par cm de périmètre est de $8.10^{-5} \text{ cm}^3/(\text{s.cm})$. Le débit d' ^4He maximum qui passera par ce film est de 0.9 $\mu\text{mol/s}$. Pour un débit d' ^3He entre 10 et 30 $\mu\text{mol/s}$, le taux d' ^4He dans les vapeurs dues au film sera entre 3 et 8 %.

Pompe à pression Fontaine

La séparation de l' ^4He du mélange et sa circulation sont réalisées grâce à la pompe à pression fontaine. Celle-ci est constituée d'une superfuite et

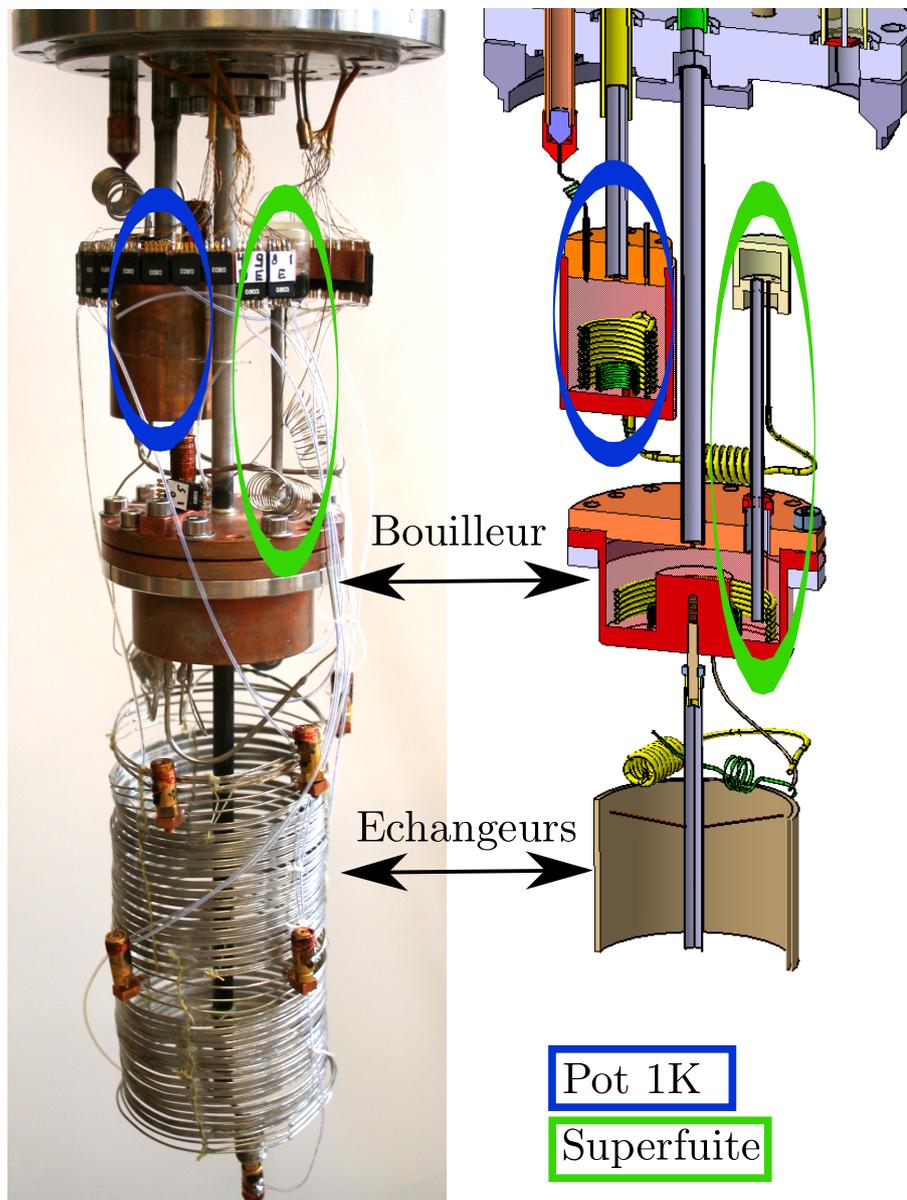


Figure 4.6 – Photo et dessin du réfrigérateur à dilution

d'un chauffage. La superfuite est constituée d'un capillaire d'inox dans lequel de la poudre d' Al_2O_3 a été tassée au marteau. La taille moyenne des grains d'alumine est de 75 nm et la porosité de la superfuite est de 50 %.

Le chauffage est un fil de constantan torsadé d' $1\text{ k}\Omega$. La puissance fournie par le chauffage n'est pas transformée entièrement en énergie mécanique pour

faire circuler l' ^4He , une partie s'échappe par les fuites thermiques. Il y a plusieurs possibilités de fuites thermiques :

Conduction dans le capillaire La conduction dans les parois en inox du capillaire de la superfuite est estimée à $10 \mu\text{W}$.

Conduction dans l' ^4He de la superfuite Pour $T > 1.5 \text{ K}$, la conduction thermique de l' ^4He est dominée par la contre circulation normale-superfluide. Dans le cas d'une superfuite, la circulation du normal est dépendante de la taille des pores, plus les pores sont petits et plus le normal circule difficilement. La conduction thermique par contre-circulation dépend donc de la taille des pores de la superfuite. Schmidt et al. [31] ont mesuré la conduction thermique de l' ^4He pour plusieurs tailles de pores de superfuite. A partir de ces résultats¹, nous estimons que la puissance de fuite par cette contribution est de $30 \mu\text{W}$

Mais la température de la transition varie dans les matériaux poreux en fonction de la taille des pores [32]. Par exemple dans le vycor, un verre poreux, le diamètre des pores est de 4 nm et la température de transition superfluide est de 1.95 K. Cette température est très contraignante pour le fonctionnement de la pompe à pression fontaine.

Capillaires de prérefroidissement

L' ^3He et l' ^4He sont prérefroidis successivement par le pot ^4He puis par le bouilleur avant d'être injectés dans l'échangeur. Les échangeurs de prérefroidissement à l'intérieur du pot à 1 K et du bouilleur sont visibles sur le dessin en coupe. Le circuit de prérefroidissement des fluides est schématisé sur la figure 4.7. Pour dimensionner chacun de ces capillaires, les critères utilisés sont :

- C1** Connecter le capillaire venant du bain à celui du pot à 1 K avec peu de pertes de charges par rapport au pertes de charges dans le reste de l'appareil.
- C2** Créer une perte de charge suffisante, en prenant en compte la perte de charge de l'ensemble du système, pour que la pression amont soit supérieure à la pression de vapeur saturante de l' ^3He injecté à la température du pot à 1 K.
- C3** La conduction thermique du superfluide est très élevée. Pour ne pas avoir un court-circuit thermique entre la pompe à pression fontaine et le pot à 1 K, l'écoulement de l' ^4He doit être turbulent.

1. les valeurs les plus basses dans la Figure 4 de Schmidt et al. pour une taille de grains de 50 nm et une porosité de 75 %

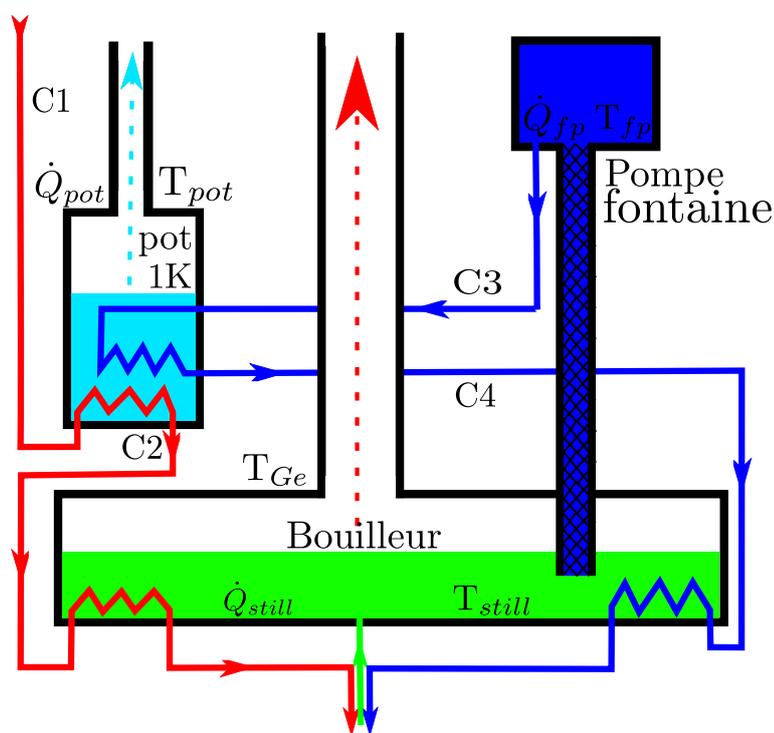


Figure 4.7 – Schéma de la partie chaude du réfrigérateur en cycle fermé.
Les dimensions des capillaires sont dans le tableau 4.2.

C4 Ne pas avoir de court-circuit thermique entre le pot à 1 K et le bouilleur, explication idem à C3

Les dimensions des capillaires notés C1 à C4 se trouvent dans le tableau 4.2.

Échangeur

Les échangeurs ont été décrits dans les chapitres précédents. Nous avons vu qu'ils n'étaient pas encore parfaitement compris. Pour comprendre le fonctionnement des échangeurs, des thermomètres sont installés sur chacun des capillaires de l'échangeur, en sortie de l'extracteur et au milieu de l'échangeur diphasique, voir figure 4.8. La longueur de l'échangeur diphasique a été calculée à partir du modèle de l'échangeur diphasique, voir section 3.2.2, pour avoir 1 μW de puissance frigorifique à 50 mK avec $\dot{n}_3 = 25 \mu\text{mol/s}$ et $\dot{n}_4 = 100 \mu\text{mol/s}$.

Pour compléter l'étude, l'extracteur a été modifié sur la dernière série de mesures. Le tableau 4.3 donne les dimensions de l'échangeur.

Capillaire		Série 1	Série 2	Série 3	Série 4	Série 5
C1	d(μm)	200	200	200	200	77
	L(m)	0.10	0.10	0.10	0.10	0.03
C2	d(μm)	71.8	71.8	71.8	71.8	83
	L(m)	1.00	1.00	1.00	1.00	0.12
C3	d(μm)	71.8	77	77	77	77
	L(m)	0.50	0.10	0.10	0.10	0.10
C4	d(μm)	71.8	77	77	77	137
	L(m)	0.50	0.10	0.10	0.10	0.14

Table 4.2 – Dimensions des capillaires dans la partie haute du réfrigérateur. Évolution selon les séries de mesures

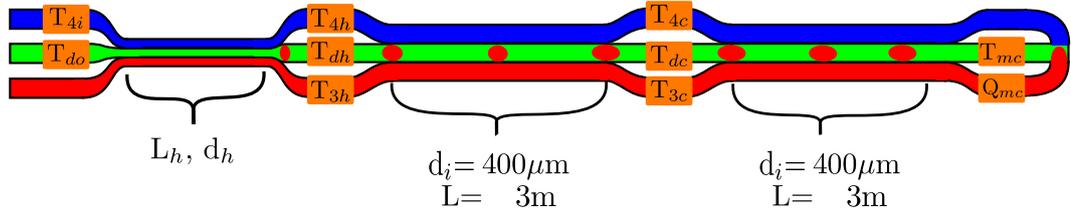


Figure 4.8 – Description de l'échangeur. d est le diamètre intérieur des capillaires et L la longueur. Les rectangles orange sont les thermomètres placés sur l'échangeur (T_i) ou le chauffage sur la chambre de mélange (\dot{Q}_{mc}). A noter que le thermomètre T_{4i} n'est présent que sur la série de mesures 3. Le thermomètre T_{do} n'est présent que sur la série de mesures 4. L_h et d_h sont définis dans la table 4.3

	d_h (μm)	L (m)
Échangeur 1	72	0.5
Échangeur 2	197	0.6

Table 4.3 – Dimensions des capillaires de la partie chaude des deux échangeurs

L'échangeur se compose de trois capillaires soudés en parallèles et enroulés en forme de spirale autour d'un cylindre. Il est rigidifié par du fil de kevlar grâce à des nœuds. Ce fil est aussi utilisé pour fixer l'échangeur au support. Le support de l'échangeur est un tube de composite fibre de carbone-epoxy situé sur l'axe du cylindre que forme l'échangeur. Ce support est fixé au

bouilleur.

4.2.2 Thermométrie

L'étude de l'échangeur passe par la mesure de sa température en différents endroits. Pour comprendre plus précisément l'échangeur, un thermomètre est placé sur chaque capillaire entre la partie chaude et la partie froide et au milieu de l'échangeur froid, voir figure 4.8. Chaque thermomètre mesure la température d'un capillaire. Ces thermomètres sont isolés thermiquement des autres capillaires.

Le tableau 4.4 liste les thermomètres, le types de résistance et l'étalonnage. Les figures 4.7 et 4.8 récapitulent aussi l'emplacement des thermomètres.

Thermomètre	Type de résistance	Gamme	Étalon
T_{still}	Allan-Bradley 20 Ω	1.0 K->2.2 K	T_{ge}
T_{ge}	germanium Lakeshore	0.3 K->3.0 K	Lakeshore
T_{fp}	Allan-Bradley 100 Ω	1.3 K->2.2 K	T_{ge}
T_{pot}	RuO ₂ 1.6 k Ω	10 mK->2.2 K	T_{ge} + MCT
T_{mc}	RuO ₂ 1.6 k Ω	10 mK->2.2 K	T_{ge} + MCT
T_{3c}	RuO ₂ 1.6 k Ω	10 mK->2.2 K	T_{ge} + MCT
T_{dc}	RuO ₂ 1.6 k Ω	10 mK->2.2 K	T_{ge} + MCT
T_{4c}	RuO ₂ 1.6 k Ω	10 mK->2.2 K	T_{ge} + MCT
T_{3h}	RuO ₂ 1.6 k Ω	10mK->2.2 K	T_{ge} + MCT
T_{dh}	RuO ₂ 1.6 k Ω	10mK->2.2 K	T_{ge} + MCT
T_{4h}	RuO ₂ 1.6 k Ω	10mK->2.2 K	T_{ge} + MCT
T_{4i} ou T_{do}	RuO ₂ 1.6 k Ω	10 mK->2.2 K	T_{ge} + MCT

Table 4.4 – Liste des thermomètres et de leurs caractéristiques. Les étalons sont le thermomètre T_{ge} et le thermomètre à courbe de fusion (MCT)

Étalonnage L'étalonnage des thermomètres Allan-Bradley, T_{still} et T_{fp} , a été effectué avec les thermomètres en place, dans une configuration de la canne sans échangeur. Le thermomètre étalon est une résistance de germanium calibrée par Lakeshore, GR-200A-250. Pour assurer la thermalisation de toutes les parties, de l'⁴He superfluide est injecté dans le bouilleur et dans la pompe à pression fontaine. Le chauffage du bouilleur sert à réguler la température.

Les thermomètres RuO₂ ont été montés au CEA de Saclay dans un support

en cuivre doré. L'étalonnage de ces thermomètres a été fait dans un réfrigérateur à dilution classique, $T_{min} < 10$ mK, au laboratoire. Les thermomètres ont été montés sur une plaque de cuivre avec le thermomètre étalon germanium de Lakeshore et un thermomètre à courbe de fusion ^3He (MCT), la description complète se trouve à la référence [33]. La plaque de support des thermomètres est reliée par un barreau de laiton à la boîte de mélange. La température de la plaque est régulée grâce à un chauffage. Le laiton sert de résistance thermique entre la plaque et la boîte de mélange. Ainsi la température des thermomètres peut être élevée sans que cela ne perturbe la boîte de mélange.

Cablage électriques Les fils électriques pour les chauffages et les mesures des thermomètres sont thermalisés dans le bain à 4 K puis sur le pot à 1 K *via* des connecteurs, visibles sur la figure 4.6. Les fils sont en NbTi multifilaments, supraconducteurs, avec une matrice CuNi. Le diamètre des fils est de 69 μm , provenant de supercon-wires. Ces fils ont une conductance électrique élevée et une conduction thermique faible.

Mesures La mesure des thermomètres se fait par un TRMC2 muni de 4 cartes E. Chaque thermomètre est câblé en 4 fils. La tension appliquée est choisie pour qu'il n'y ait pas de chauffage des thermomètres.

4.2.3 Chauffages

Les chauffages sont listés dans le tableau 4.5. Les figures 4.7 et 4.8 récapitulent l'emplacement des chauffages.

Chauffage	résistance	Type de résistance	Contrôle
\dot{Q}_{mc}	149k Ω	résistance à film métallique	NI6230 +source de courant
\dot{Q}_{still}	750 Ω	fil de constantan torsadé et bobiné	Fieldpoint
\dot{Q}_{fp}	1000 Ω	fil de constantan torsadé et bobiné	Fieldpoint
\dot{Q}_{pot}	1000 Ω	résistance à film métallique	Fieldpoint

Table 4.5 – Liste des chauffages et de leurs caractéristiques

Le Fieldpoint est un boîtier électronique autonome et modulable de National instrument pilotable par ordinateur. Nous l'avons équipé d'un module de sources de courant et d'un module de mesures de tensions. Les chauffages du bouilleur, de la pompe à pression fontaine et du pot à 1 K seront donc

contrôlés par l'ordinateur *via* le fieldpoint et ses modules.

Le chauffage de la boîte de mélange est contrôlé par une source de courant pilotable par une source de tension 0-10 V. Cette source fournit un courant dans la gamme 0-20 μA et une puissance maximale de 80 μW sur une résistance de 200 k Ω . Cette source de courant a été réalisée au service électronique du laboratoire. Elle génère un courant stable avec un bruit maximal de 4 nA/ $\sqrt{\text{Hz}}$. La carte NI6230 pilote cette source de courant en 0-10 V.

4.2.4 Panneau de circulation ^3He

Le panneau de circulation des fluides sert à pomper, nettoyer, mesurer et recirculer l' ^3He . La figure 4.9 schématise le panneau de circulation et la connexion avec le cryostat. La pression du fluide est mesurée en amont et en aval de la pompe. Le débit est mesuré juste avant d'être réinjecté dans le cryostat. Les différents capteurs sont décrits dans le tableau 4.6. A l'exception de la pression sur le pot à 1 K, toutes les mesures sont stockées sur ordinateur *via* le fieldpoint.

Nom	Type	Gamme de mesure
Pompe	Edwards	8 m ³ /h
Débitmètre	Brooks 5150	0-66 $\mu\text{mol/s}$
P1	Keller	0-100 mbar
P2->P7	Keller	0-2 bar
P8	Keller	0-100 mbar

Table 4.6 – Description des éléments du panneau de contrôle

4.2.5 Mesures

Les mesures des thermomètres, des pressions et du débit sont récupérées sur ordinateur par un programme labview. Le contrôle des chauffages se fait par le même programme. La chaîne de mesures est décrite par la figure 4.10.

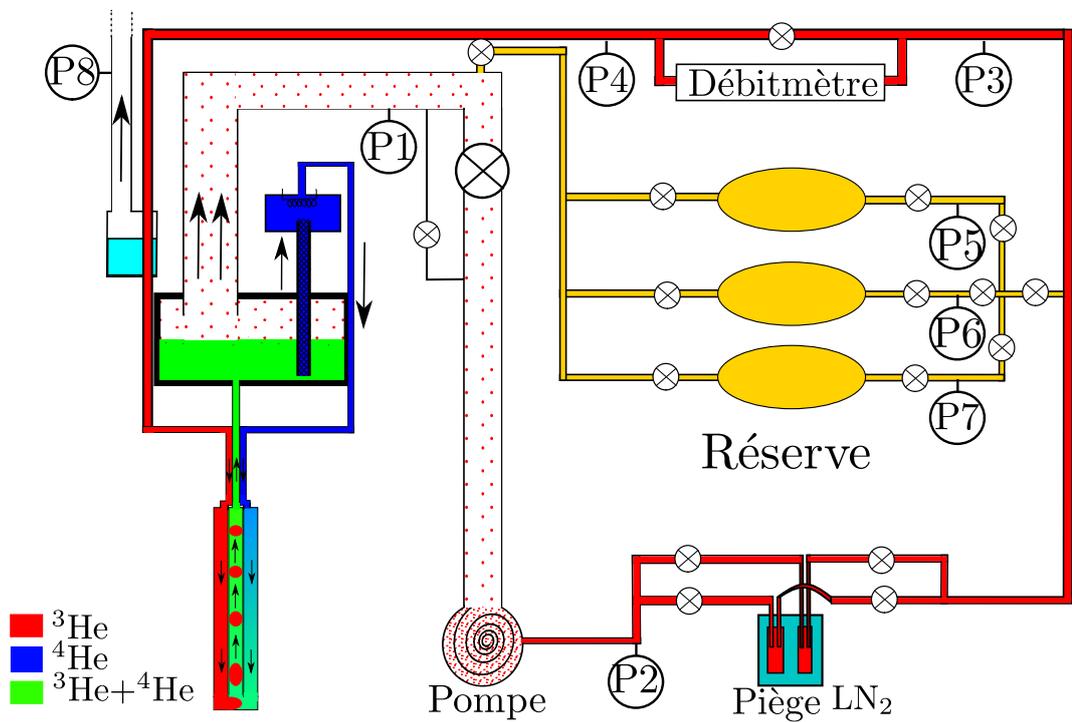


Figure 4.9 – Schéma partiel du panneau de contrôle des fluides. La description des capteurs de pressions, noté P_i , et du débitmètre se trouvent dans le tableau 4.6

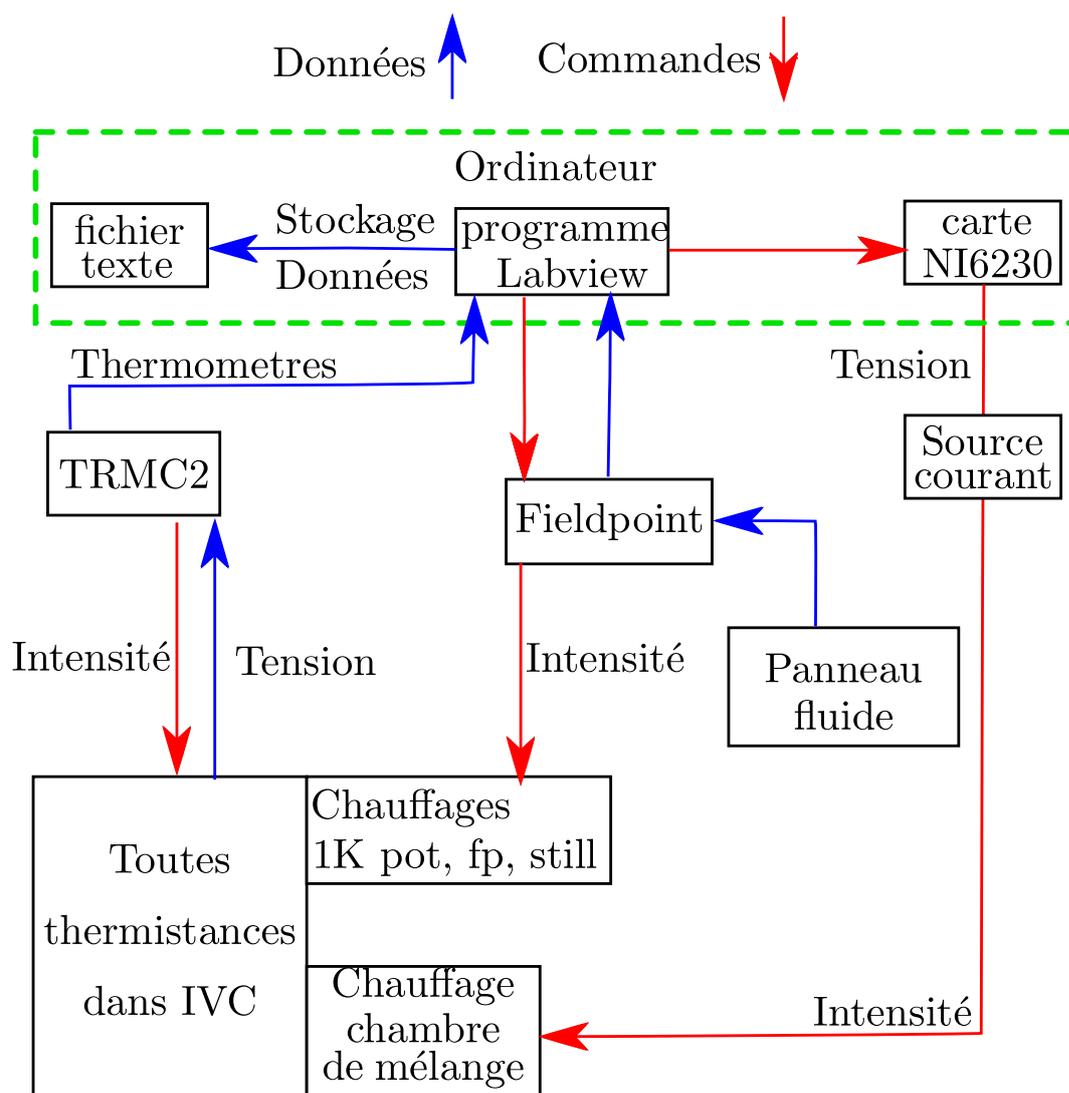


Figure 4.10 – Schéma de principe de la chaîne de mesure.

4.3 Expériences et Résultats

Le but des expériences est de valider le concept de la séparation ^3He - ^4He et de connaître l'influence du bouilleur et de la pompe à pression fontaine sur l'échangeur. Nous voulons aussi améliorer la compréhension de l'échangeur, étudier l'influence de la pression du bouilleur sur le réfrigérateur et connaître la pression maximale admissible sur le bouilleur.

Plusieurs séries de mesures ont été réalisées, ces séries de mesures diffèrent par les dimensions des capillaires utilisées, tableaux 4.2 et 4.3. Les deux premières séries de mesures ont servi à ajuster la perte de charge sur le circuit d' ^4He pour atteindre le débit voulu, $\dot{n}_{4max} > 150 \mu\text{mol/s}$ et à découvrir le comportement du réfrigérateur. Les séries suivantes ont permis de se focaliser sur des mesures systématiques. La discussion des résultats se base sur les mesures systématiques.

Les résultats sont présentés par partie du système. Tout d'abord, nous discuterons de la pompe à pression fontaine et de la circulation d' ^4He dans le système. Ensuite nous aborderons le bouilleur et son domaine de fonctionnement. Enfin nous reviendrons sur les mesures faites sur l'échangeur.

4.3.1 Pompe à pression fontaine

L'expérience consiste simplement à faire des pas d'intensité sur le chauffage de la pompe à pression fontaine, \dot{Q}_{fp} . Comme \dot{n}_4 est directement lié à \dot{Q}_{fp} , équation (4.1), les pas en intensité de courant sont des pas en débit d' ^4He . Le temps de stabilisation en température de l'ensemble du réfrigérateur est de l'ordre de l'heure.

Le calcul de \dot{n}_4 par l'équation (4.1) surestime le débit d' ^4He réel, car il suppose que toute la puissance injectée soit convertie en puissance mécanique pour faire circuler l' ^4He . Or, une partie de cette puissance s'échappe par conduction dans le fluide et par les matériaux. Nous verrons dans la partie 4.3.3 qu'il est possible de calculer une valeur minimale du débit d' ^4He , à partir de la puissance frigorifique. L'écart entre ces deux valeurs est de l'ordre de 30 %. La valeur du débit \dot{n}_4 indiquée par la suite est toujours calculée à partir de la pompe à pression fontaine. Nous discuterons tout d'abord les différents modes d'écoulement de l' ^4He .

Régimes d'écoulement

L' ^4He a plusieurs régimes hydrodynamiques. Ces régimes sont séparés par des vitesses critiques. Cette partie récapitule certaines propriétés de l'hélium dans ces différents régimes et comment déterminer ces vitesses critiques. Une discussion compare les résultats de la littérature avec les mesures réalisées.

Littérature La discussion sur les vitesses critiques de l'hélium et les différents régimes hydrodynamiques est un sujet complexe qui n'est pas encore totalement exploré.

On distingue deux vitesses critiques dans l' ^4He pur :

v_{c1} Cette vitesse délimite un régime à basse vitesse où aucune perte de charge n'est mesurable et un régime avec une perte de charge sur l'écoulement. Cette vitesse est définie empiriquement par l'équation[34] :

$$v_{c1}d^{1/4} = 1 \text{ cm}^{5/4}/\text{s} \quad (4.11)$$

Pour $v > v_{c1}$, dans un écoulement isotherme la chute de pression est définie par un écoulement de poiseuille. Si l'écoulement n'est pas isotherme, il faut ajouter la pression fontaine[35] :

$$\Delta P_{fp} = \frac{1}{v_{40}} \int_{T_{\text{froid}}}^{T_{\text{chaud}}} s_{40} dT \quad (4.12)$$

v_{c2} Au-dessus de cette vitesse, la vitesse de la composante normale de l' ^4He v_n n'est plus nulle, voir Satoh et al. [35]. Comme le normal est entraîné dans l'écoulement, la conduction thermique du superfluide diminue. Pour un capillaire de 200 μm , Satoh trouve $v_{c2} \approx 25\text{cm/s}$. D'autre part, Van Sciver décrit v_{c2} en terme de nombre de Reynolds. Pour un nombre de Reynolds critique $\Re_c > 1200$, le normal devient turbulent. Il définit alors v_{c2} comme :

$$v_{c2}^{VS} \approx \frac{\eta_n \Re_c}{\rho d} \quad (4.13)$$

Dans cette définition, la vitesse critique est fortement dépendante de la température *via* la viscosité du normal. La viscosité du normal diverge à une température de 1 K [30]. Il ne sera pas possible de définir v_{c2} en-dessous de 1 K par la méthode de Van Sciver.

Okuyama et al. [36] ont mesuré à froid la vitesse de l' ^3He dans un flux d' ^4He superfluide. Ils ont montré qu'il existe une vitesse critique de l' ^4He à partir de laquelle l' ^3He commence à circuler. Empiriquement, cette vitesse est définie par :

$$v_{c2}^{\text{satoh}} d = 0.25 \text{ (cm}^2/\text{s)} \quad (4.14)$$

Une autre approche est d'estimer le chauffage de démarrage de la pompe à pression fontaine. Pour cela, il faut évaluer la puissance maximale pouvant être transportée par contre-courant normal-superfluide entre la pompe à pression fontaine et le pot à 1 K, *i.e.* dans le capillaire C3. Lorsque cette puissance est dépassée, l' ^4He devrait se mettre en mouvement pour transporter plus de chaleur. Il existe une équation phénoménologique pour la conduction de chaleur de l' ^4He tenant en compte de la friction mutuelle entre la composante normale et superfluide de l' ^4He [37] :

$$\dot{Q} = \frac{\pi d^2}{4} \left[\frac{AT_\lambda}{L} \int_{T_{pot}/T_\lambda}^{T_{fp}/T_\lambda} [t^{5.6}(1 - t^{5.6})]^3 dt \right]^{1/3} \quad (4.15)$$

où $A = 832 \times 10^{12} \text{ W}^3/\text{Km}^5$, d est le diamètre du capillaire, L la longueur du capillaire, T_{fp} la température de la pompe à pression fontaine et T_{pot} la température du pot à 1 K. Par exemple, pour un capillaire de dimensions : $L = 10 \text{ cm}$, $d = 77 \mu\text{m}$ et des températures de $T_{fp} = 1.8 \text{ K}$ et $T_{pot} = 1.4 \text{ K}$, la puissance maximale passant par contre-circulation est de 0.11 mW. Cette puissance correspond à un débit critique de $\dot{n}_{4c} = 28 \mu\text{mol/s}$.

Mesures Rappelons d'abord que nous avons vu, dans la partie 3.3.2, qu'un court-circuit thermique apparaissait entre le haut et le bas de l'extracteur, $d = 82 \mu\text{m}$, lorsque la vitesse de l' ^4He passait de 42 cm/s à 21 cm/s. Dépasser v_{c2} empêche la contre circulation normal-superfluide, donc la conduction thermique baisse. v_{C2}^{VS} ne peut pas être calculée car la température de travail $T < 1 \text{ K}$. Le calcul de vitesse critique d'Okuyama donne $v_{c2}^{sato} \approx 30 \text{ cm/s}$. Ce qui est compatible avec notre expérience.

Dans cette nouvelle expérience, la température de la pompe à pression fontaine est reliée au débit d' ^4He . Sur la figure 4.11, nous remarquons qu'à 30 $\mu\text{mol/s}$ la température de la pompe à pression fontaine fait un saut : la circulation de l' ^4He démarre. La puissance de chauffage correspondant avec la circulation de démarrage de 30 $\mu\text{mol/s}$ est en bon accord avec la valeur prédite en utilisant l'équation phénoménologique (4.15), pour la conduction maximale de l' ^4He par contre-circulation. Nous remarquons que pour $\dot{n}_4 > 50 \mu\text{mol/s}$ la température dans l'échangeur augmente. Ce point est discuté dans la partie 4.3.3.

Le saut de température, de la pompe à pression fontaine, à 30 $\mu\text{mol/s}$ est présent sur le premier et le deuxième échangeur, voir figure 4.12. Seul le capillaire C3, voir figure 4.7, n'a pas changé entre ces deux expériences. Rappelons que dans la dernière expérience, les pertes de charges sont principalement dues à l'impédance du capillaire C3. Dans l'expérience précédente l'impédance est

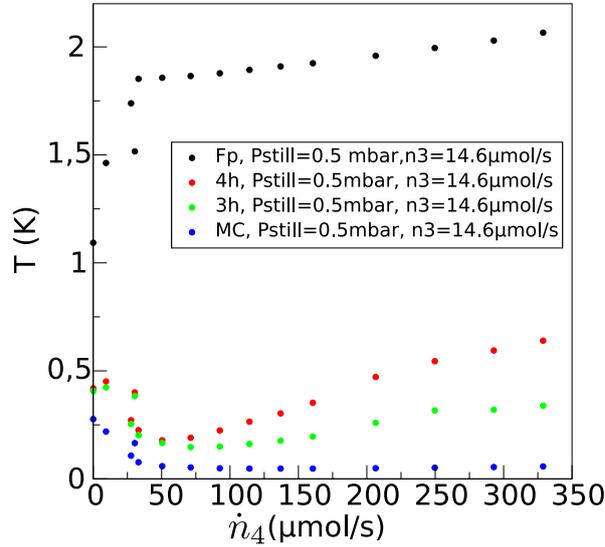


Figure 4.11 – Températures en différents points de l'échangeur en fonction du débit d' ^4He . Un thermomètre est placé sur le capillaire de sortie du mélange, T_{do} . Le diamètre de l'extracteur est de $187 \mu\text{m}$, $\dot{n}_3 = 15 \mu\text{mol/s}$, $P_{still} = 0.5 \text{ mbar}$

principalement due à l'extracteur. La vitesse dans le capillaire, ou le Reynolds, à cette cassure sont $v \approx 20 \text{ cm/s}$ (-30%), $\Re \approx 1500$. Ces valeurs correspondent bien aux valeurs critiques données dans la littérature.

Ces mesures montrent que le réfrigérateur refroidit lorsque $\Re > 1500$, figure 4.13, ou une vitesse $> 20 \text{ cm/s}$, est atteinte dans le capillaire de sortie de la pompe à pression fontaine, C3. Dans ce capillaire, le nombre de Reynolds ne dépasse pas 20 000. L'écoulement est dans le régime intermédiaire turbulent. En regardant l'évolution temporelle de la pompe à pression fontaine en l'absence de chauffage, nous nous apercevons que sa température descend très lentement pour être inférieure à la température du pot à 1 K. Une explication possible est que l' ^3He diffuse lentement des parties froides vers la pompe à pression fontaine. Nous y reviendrons plus précisément dans la partie 4.3.2.

Avec ces mesures, nous pouvons calculer les pertes de charges sur les capillaires.

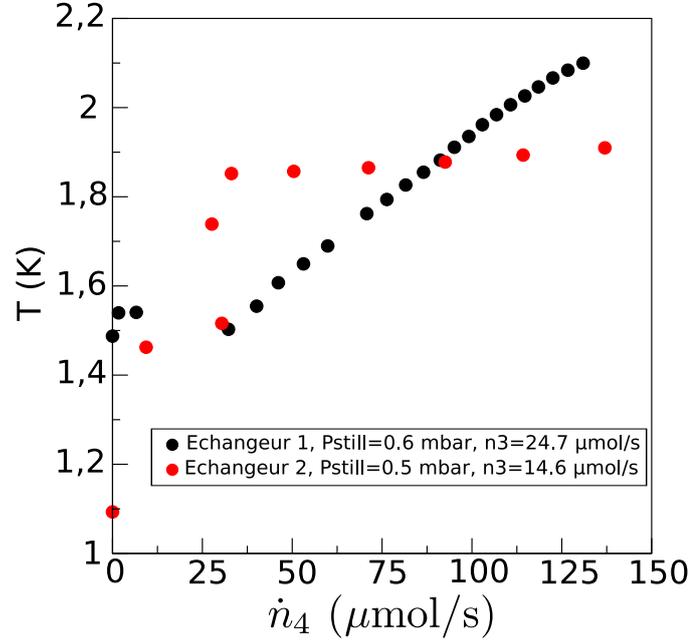


Figure 4.12 – Comparaison des températures de la pompe à pression fontaine pour les deux échangeurs.

Pertes de charges dans les capillaires

L'équilibre des pressions sur le circuit d' ^4He , allant de la pompe à pression fontaine jusqu'au bouilleur, s'écrit :

$$\Delta P_{fp} = \Delta P_{capillaire}(\dot{n}_4) + \Pi_{still}(T_{still}, x_{still}) \quad (4.16)$$

Nous considérons dans un premier temps que la variation du débit d' ^4He ne modifie pas sensiblement les conditions du bouilleur, donc $\Pi_{bouilleur}(T_{still}, x_{still})$ reste constante. L'équation (4.12) permet de calculer P_{fp} . La perte de charge dans les capillaires peut être calculée à partir des mesures.

Il faut distinguer plusieurs régimes d'écoulement dans l'hélium liquide :

Laminaire La chute de pression est calculée à partir de la formule de Poiseuille :

$$\Delta P_p = 128 \frac{\eta_m v_{40} l \dot{n}_4}{\pi d^4} \quad (4.17)$$

Turbulent intermédiaire La chute de pression est calculée par la formule de Blasius :

$$\Delta P_B = 0.241 \frac{l}{\rho} \eta_m^{\frac{1}{4}} \dot{n}_4^{\frac{7}{4}} M_4^{\frac{7}{4}} d^{-\frac{19}{4}} \quad (4.18)$$

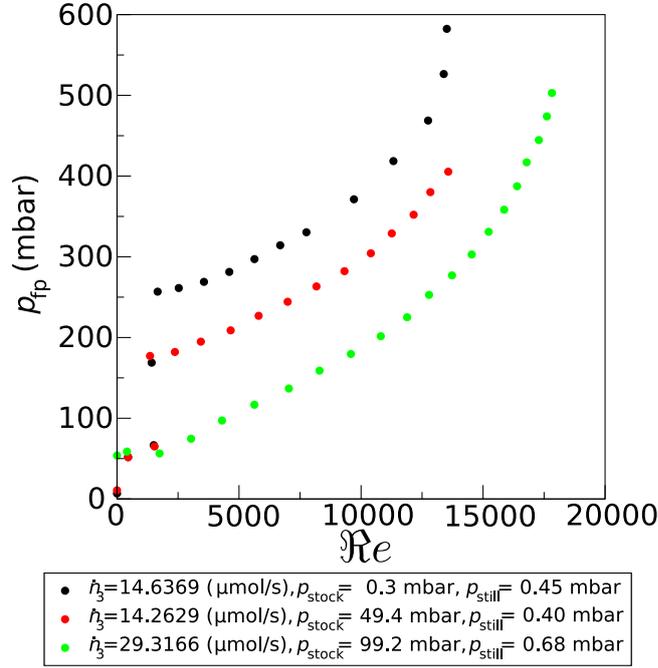


Figure 4.13 – Pression fontaine en fonction du nombre de Reynolds dans le capillaire C3.

η_n est la viscosité de la composante normale de l' ^4He . Dans une première approximation, on considère que la vitesse du fluide est assez élevée pour que $v_n = v_s = \frac{4\dot{n}_4 v_{40}}{\pi d^2}$, où v_{40} est le volume molaire de l' ^4He liquide.

La figure 4.14 est la mesure de $P_{fp} = f(\dot{n}_4)$ du deuxième échangeur. L'ajustement des mesures donne $P_{fp}(\text{Pa}) = 25327 + 4.235 \times 10^{10} \dot{n}_4^{1.77}$. L'exposant s'accorde avec la formule de Blasius : 1.75. En considérant que la perte de charge est localisée dans le capillaire en sortie de la superfuite ($l = 10$ cm, $d = 77$ μm), le calcul par la formule de Blasius donne : $P_{fp} = 1.75 \times 10^{10} \dot{n}_4^{1.75}$. L'erreur ne peut être expliquée par une erreur sur le diamètre et/ou sur la température du capillaire ($\approx 10\%$). Une explication pourrait être que Π_{still} n'est pas indépendant du débit d' ^4He . Une variation de la concentration dans le bouilleur au cours de l'expérience de 0.5% est compatible avec l'erreur sur le préfacteur. La mesure de concentration sur le bouilleur, faite par mesure de la pression et de la température du bouilleur, n'est pas assez précise pour pouvoir déterminer Π_{still} aussi précisément.

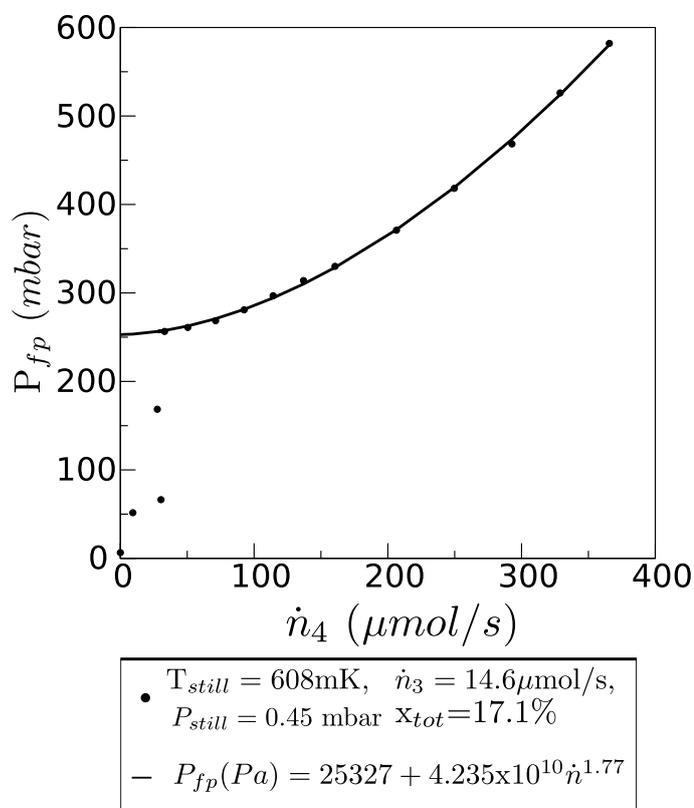


Figure 4.14 – Mesures de la pression fontaine en fonction du débit. La perte de charge est due au capillaire C3 ($L=10\text{cm}$, $d=77\mu\text{m}$, Échangeur 2)

Le même exercice sur l'échangeur 1, voir figure 4.15, montre que les données ne peuvent être ajustées avec la formule de Blasius : $P_{fp}(Pa) = 2902 + 9.083 \times 10^{12} \dot{n}_4^{2.11}$. Il y a une perte de charge importante sur l'extracteur à cause des 2 capillaires en série de diamètre $77\mu\text{m}$ et de longueur 50cm . Nos mesures ne permettent pas de faire de distinction entre la perte de charge du capillaire d' ^4He et le capillaire de retour du mélange.

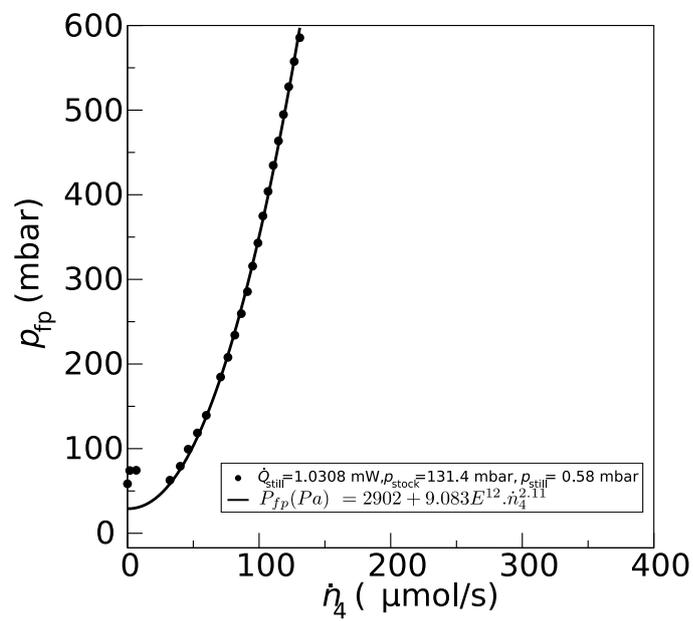


Figure 4.15 – Mesures de la pression fontaine en fonction du débit. Échangeur 1, voir le détail des capillaires tableau 4.3

Bilan sur la pompe à pression fontaine

L' ^4He circule par effet fontaine. La circulation d' ^4He n'est effective qu'au dessus d'une vitesse critique. Celle-ci a été mesurée à 20 cm/s dans un capillaire de 77 μm . La perte de charge dans le circuit d' ^4He définit le débit maximum d' ^4He . Au-dessus d'1 K, la perte de charge est calculée selon la formule de Blasius. Les dimensions des capillaires entre la pompe à pression fontaine et le bouilleur devront être choisies pour que la perte de charge sur le circuit ^4He soit dominée par le capillaire C3 : entre la pompe à pression fontaine et le pot à 1 K. La température de travail de la pompe à pression fontaine doit être la plus basse possible afin de maximiser le rapport \dot{n}_4/\dot{Q}_{pf} et de minimiser la charge thermique de la pompe à pression fontaine sur l'étage de prérefroidissement.

4.3.2 Bouilleur

Le bouilleur doit fonctionner à la plus haute pression possible pour des raisons de compatibilité avec d'éventuelles pompes de circulation de l' ^3He spatialisables. Cette étude se portera tout d'abord sur la mesure de la concentration d' ^3He dans le bouilleur et de sa dépendance au débit d' ^4He et d' ^3He , ainsi que de sa dépendance à la quantité d' ^3He dans le système (réfrigérateur à dilution et circuit de circulation). Nous aurons ainsi connaissance de tout les paramètres du bouilleur : T , P et x . Nous étudierons ensuite les effets de la pression du bouilleur sur l'ensemble du réfrigérateur et en particulier sur la pompe à pression fontaine.

Concentrations d' ^3He

La répartition de l' ^3He dans le circuit n'est pas, a priori, évidente à déterminer. Nous ne connaissons pas la quantité de bulles de la phase concentrée dans le capillaire de retour de mélange. A priori, il n'était pas évident pour nous que le bouilleur se comporte comme un réservoir pour l' ^3He : le réfrigérateur se met en froid dès qu'il contient assez d' ^3He pour remplir le capillaire d'injection d' ^3He et former des bulles concentrées dans la capillaire de sortie. Un éventuel surplus d' ^3He augmente la concentration d' ^3He dans le bouilleur. Le fonctionnement du bouilleur a été décrit dans la partie 4.1.2. Nous avons mesuré la concentration d' ^3He , x_{still} , la température et la pression dans le bouilleur en fonction de la quantité d' ^3He dans le système et en fonction de la puissance de chauffage sur le bouilleur. La mesure de x_{still} n'est pas directe. Nous avons trouvé deux possibilités pour connaître la concentration du bouilleur.

Pression des vapeurs Cette méthode utilise les calculs présentés à la section 4.1.2. A partir de la mesure de la pression et de la température du bouilleur, il est possible de retrouver la concentration dans le liquide. Cette méthode est limitée par le tableau de référence de Taconis et al. [29] Les données ne sont pas disponibles en-dessous de 600 mK. La précision sur la concentration sera limitée par la mesure de pression, précise à 0.1 mbar pour des pressions de travail de 0 à 10 mbar. L'avantage de cette méthode est de mesurer en continu. Le désavantage de cette méthode est que la précision dépend de la pression sur le bouilleur. Pour une mesure à 0.5 mbar, l'erreur est importante à cause de la résolution de la jauge et des pertes de charge dans la ligne de pompage.

Pression osmotique Dans la section 4.3.1, nous avons vu que nous pouvions déterminer la pression osmotique dans le bouilleur à partir du graphe $P_{fp} = f(\dot{n}_4)$. Or la pression osmotique est reliée au potentiel chimique :

$$\Pi = \frac{\mu(x=0, T_{still}) - \mu(x, T_{still})}{v_{40}} \quad (4.19)$$

où V_{4m} est le volume molaire de l' ^4He . Avec $\mu(x, T_{still})$, il est possible d'en déduire la concentration dans le bouilleur, soit avec l'équation (4.5), soit avec les données de Chaudhry [5]. x peut être déterminé pour toute les températures du bouilleur. Cette mesure ne peut se faire en continu.

La comparaison de ces méthodes donne des résultats concordants. Sur une série de mesures, en faisant varier le débit \dot{n}_4 à 5 mbar, $x_{still} = 0.155 \pm 0.005$ par la première méthode et $x_{still} = 0.152$ par la seconde. Ces deux méthodes sont donc complémentaires.

Les figures 4.16 et 4.17 montrent la concentration dans le bouilleur en fonction du débit d' ^3He et d' ^4He . Les droites correspondent à la concentration $x_{tot} = \frac{n_3}{n_3 + n_4}$ d' ^3He dans l'ensemble du système. Ces mesures ont été faites avec une pression d'environ 5 mbar sur le bouilleur. La température et la pression du bouilleur sont alors assez élevées pour calculer la concentration dans le bouilleur par la méthode de la pression du gaz avec assez de précision.

La concentration dans le bouilleur est principalement déterminée par la concentration totale dans le circuit. Une grande partie de l' ^3He injecté dans le système est donc située dans le bouilleur. La pression dans le tableau de vanne est liée à la perte de charge des capillaires C1 et C2, figure 4.7 et tableau 4.2, et au débit par l'équation de Poiseuille, équation (4.17). Quand \dot{n}_3 augmente, la pression augmente dans le tableau de vanne. Il y a alors transfert de matière du bouilleur vers le tableau de vanne. Donc la concentration

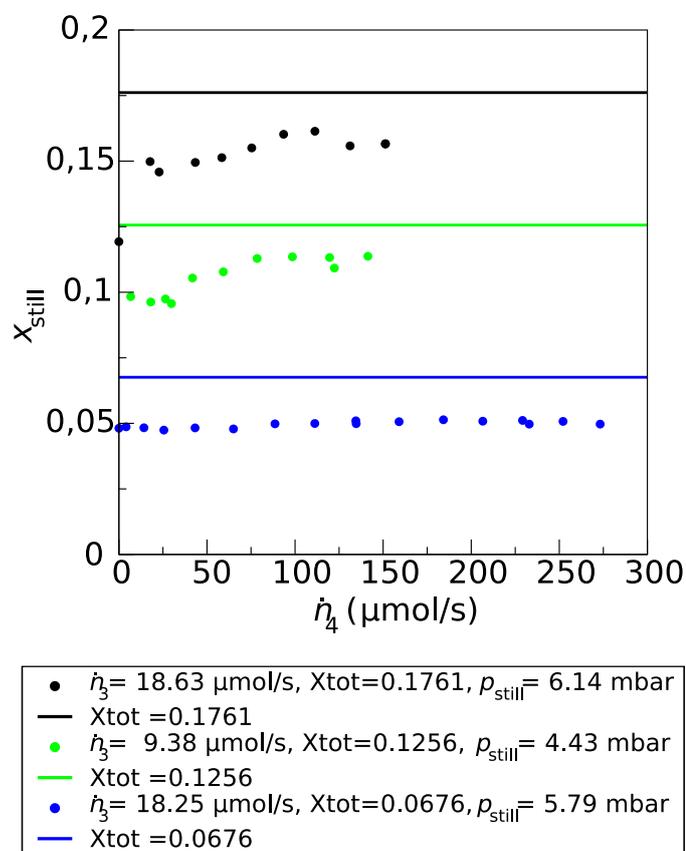


Figure 4.16 – Concentrations dans le bouilleur en fonction du débit d' ^4He .
 $x_{tot} = n_3/(n_3 + n_4)$ est la concentration d' ^3He dans l'ensemble du circuit.

dans le bouilleur dépend de \dot{n}_3 , du volume du tableau de vannes, de la perte de charge C1 et C2 et de la quantité d' ^3He dans le circuit.

L'augmentation du débit d' ^4He ne devrait pas directement entraîner de variation de la concentration du bouilleur. Tout l' ^4He du système est liquide. Donc le volume d' ^4He est conservé quel que soit \dot{n}_4 . Les variations observées de la concentration pourraient être dues à la variation de la quantité d' ^3He dans l'échangeur. Ce point est développé dans le paragraphe suivant.

Influence de la pression

Les pompes de circulation spatialisables actuelles ne permettent pas d'obtenir une pression inférieure à 1 mbar. Ces pompes étant en cours de dévelop-

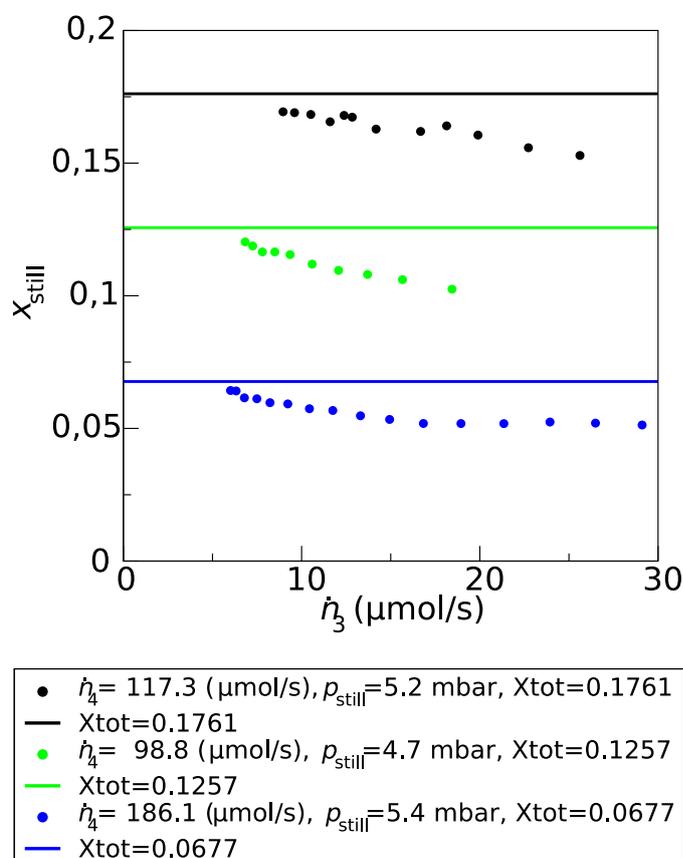


Figure 4.17 – Concentrations dans le bouilleur en fonction du débit d' ^3He .
 $x_{\text{tot}} = n_3/(n_3 + n_4)$ est la concentration d' ^3He dans l'ensemble du circuit.

pement, leurs spécifications exactes ne sont pas encore connues. Néanmoins il est envisageable d'obtenir une pression de plusieurs millibars. Nous allons étudier ici l'effet de la pression sur le réfrigérateur.

Pour faire les mesures à différentes pressions, l' ^3He est pompé au-travers d'une vanne manuelle. L'ouverture de cette vanne est ajustée pour arriver à la pression désirée. Cette méthode présente l'inconvénient de ne pouvoir régler activement la pression sur le bouilleur. La pression est donc dépendante de \dot{n}_3 . De plus l'étude se bornera à des pressions inférieures à 10 mbar.

Il va être discuté ici de l'impact de la pression du bouilleur sur la pompe à pression fontaine et la circulation d' ^4He . Nous verrons qu'à «haute pression», il peut exister des difficultés pour démarrer la pompe à pression fontaine. Nous décrirons ces difficultés et la manière de s'en affranchir.

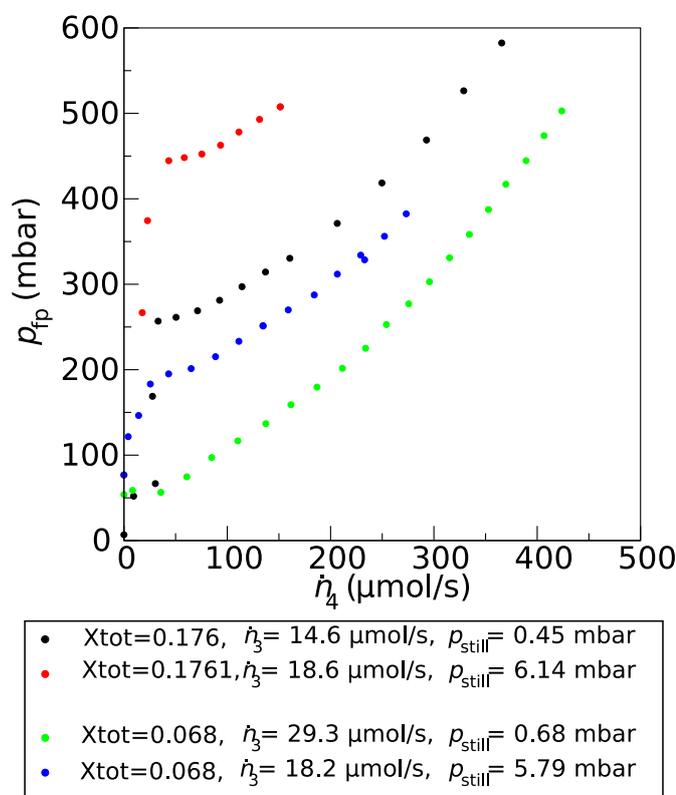


Figure 4.18 – Influence de la pression du bouilleur sur la pression fontaine. Mesures faites pour deux concentrations dans le bouilleur.

Pression fontaine Comme il a été discuté au début du chapitre, la pression du bouilleur a une influence sur sa concentration et sa température. La pression fontaine est donc affectée par la pression du bouilleur. La figure 4.18 présente la mesure de la pression fontaine pour deux concentrations et pour deux pressions du bouilleur. La pression fontaine est sensible à la pression dans le bouilleur. Comme l' ^4He doit être superfluide, la température de la pompe à pression fontaine ne doit pas être 2.17 K. Ce qui correspond à une pression fontaine d'environ 740 mbar. Le débit maximum d' ^4He dépend aussi de la pression du bouilleur et de la concentration.

Démarrage à haute pression Un problème de démarrage peut intervenir si la pression et la concentration dans le bouilleur sont trop élevées (nous l'avons observé pour $x_{total} = 17.6 \%$ et $P_{still} = 6.14 \text{ mbar}$). Dans ces conditions, si la circulation d' ^4He est arrêtée pendant plus d'une heure, l'ap-

plication d'un chauffage sur la pompe à pression fontaine pour relancer la circulation entraîne une augmentation de la température de la partie chaude de la pompe à pression fontaine au dessus de T_λ . Il est alors impossible de lancer la circulation d' ^4He . Des précautions s'imposent alors. Nous allons donner une explication de ce phénomène.

Quand l' ^4He circule, l'équilibre des pressions sur le circuit d' ^4He est décrit par l'équation (4.16). Mais quand l' ^4He ne circule pas, l'écoulement du mélange sursaturé dans l'échangeur diphasique n'impose plus de différence de potentiel chimique de l' ^4He entre le bouilleur et la chambre de mélange. Le potentiel chimique s'équilibre donc dans l'ensemble du système : l' ^3He se propage dans le capillaire de circulation d' ^4He . Le potentiel chimique de l' ^4He dans le capillaire du pot à 1 K s'égalise doucement avec le potentiel chimique de l' ^4He dans le bouilleur.

Lors du redémarrage de la pompe à pression fontaine, il faut donc tenir compte de ce potentiel chimique dans le pot à 1 K. L'équilibre des pressions sur le circuit d' ^4He s'écrit alors :

$$\Delta P_{fp} = \Delta P_{capillaire}(\dot{n}_4) + \Pi_{pot}(T_{pot}, x_{pot}) + P_{fp-pot}(T_{pot}) + \Pi_{still}(T_{still}, x_{still}) \quad (4.20)$$

où Π_{pot} est la pression osmotique due à l' ^3He présent dans l'échangeur du pot à 1 K et $\Pi_{pot} \leq \Pi_{still}$. Et P_{fp-pot} est la pression fontaine dans le capillaire du pot à 1 K.

La figure 4.19 montre le résultat du calcul de la somme de la pression osmotique dans le bouilleur et de la pression osmotique plus la pression fontaine dans l'échangeur du pot à 1 K en fonction de la concentration dans le pot à 1 K, x_{pot} . La pression osmotique Π_{still} est calculée à une concentration de 17 % et une température de 1 K, ce qui correspond à une pression de 5 mbar sur le bouilleur. Quand la circulation d' ^4He est arrêtée, la concentration d' ^3He dans le pot augmente, la pression osmotique augmente alors dans le pot à 1 K. Il existe donc une concentration où la somme des pressions considérées dépasse la pression fontaine maximum, $P_{fp} \approx 740\text{mbar}$. En conséquence, la circulation d' ^4He ne pourra pas reprendre dans cet état, car un chauffage sur \dot{Q}_{fp} entraîne une température $T_{fp} > T_\lambda$: l' ^4He transite vers l'état normal et la circulation est bloquée par la superfluïté.

Pour relancer la circulation, la pression osmotique doit être réduite. Donc il faut soit baisser la température du bouilleur, c'est-à-dire la pression du gaz, soit baisser la concentration dans le bouilleur. Comme il a été discuté dans la partie 4.3.2, la concentration du bouilleur est dominée par le rapport ^3He - ^4He dans l'ensemble du système. Il suffit donc de récupérer l' ^3He en sortie de pompe pour diminuer la concentration du bouilleur et pouvoir relancer la circulation d' ^4He .

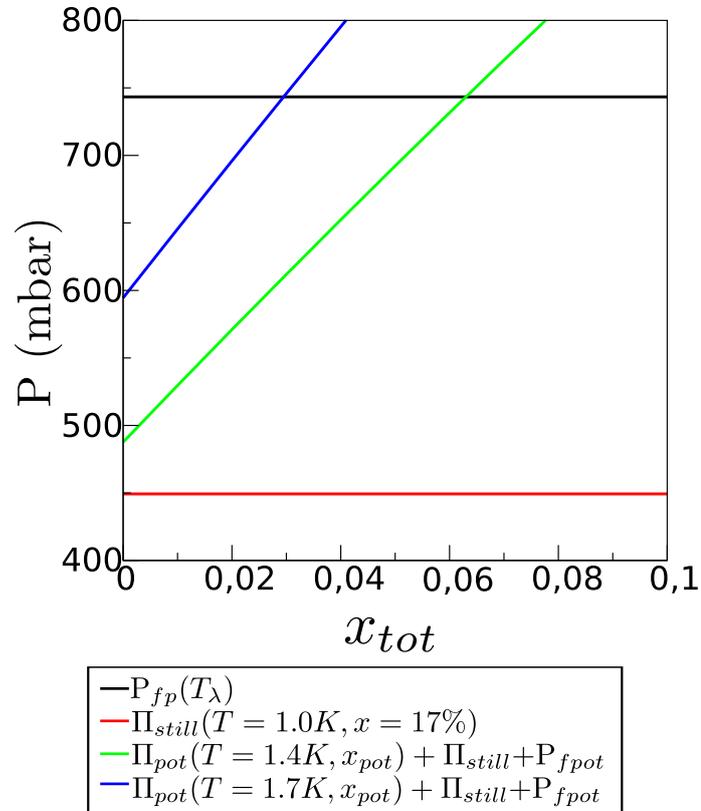


Figure 4.19 – Calcul de la pression osmotique en fonction de la concentration dans le capillaire du pot à 1 K.

Après cette discussion, nous remarquons que la température du pot à 1 K a une influence sur la pression dans la pompe à pression fontaine. Par exemple pour $x_{pot} = 0$ et $T_{pot} = 1.7$ K, la pression fontaine dans le pot est d'environ 150 mbar (au lieu de 40 mbar à 1.4 K), cette pression n'est pas négligeable. La somme de cette pression avec la pression osmotique du bouilleur laisse moins de marge de manœuvre pour la perte de charge due à la circulation de l' ^4He . C'est donc une nouvelle contrainte sur la température de l'étage de prérefroidissement et sur la concentration du bouilleur qui apparaît.

Toutefois il faudrait confirmer cet effet expérimentalement. Pour cela il est possible de mener une expérience simple : l'augmentation de la température du pot à 1 K devrait impliquer une augmentation de la température de la partie chaude de la pompe à pression fontaine pour une puissance injectée constante.

Puissance frigorifique du bouilleur

La mesure de la puissance frigorifique du bouilleur en fonction de \dot{n}_3 est tracée en figure 4.20. La puissance du bouilleur mesurée est de l'ordre du

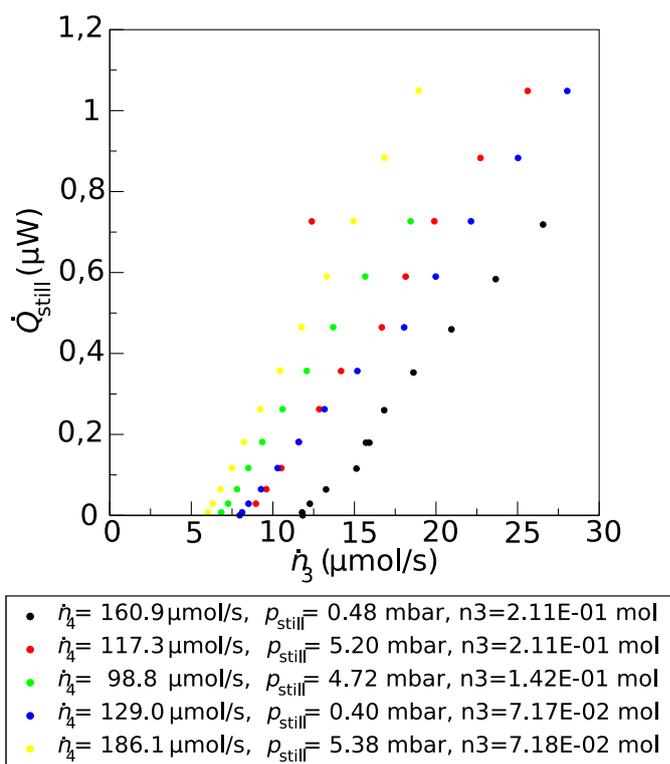


Figure 4.20 – puissance frigorifique du bouilleur en fonction du débit d' ^3He pour différentes concentrations d' ^3He dans le circuit et différentes pressions.

calcul effectué dans la partie 4.1.2.

Bilan sur le bouilleur

La concentration du bouilleur est déterminée au premier ordre par la quantité d' ^3He dans le cycle. Au deuxième ordre, le débit d' ^3He a aussi une influence. L'impédance de condensation de l' ^3He est fixe. Quand le débit d' ^3He augmente, la pression à l'entrée de cette impédance augmente. Une partie de l' ^3He se trouve alors sous forme gazeuse dans le banc. La pression sur le bouilleur joue surtout sur la pompe à pression fontaine. La puissance frigorifique du bouilleur est conforme aux attentes.

4.3.3 Échangeurs

Les échangeurs ont été beaucoup plus instrumentés que dans les études précédentes. Ces nouvelles mesures permettent de comprendre distinctement le comportement de chaque capillaire. Les thèmes abordés dans cette partie sont le refroidissement de l'échangeur et sa puissance frigorifique.

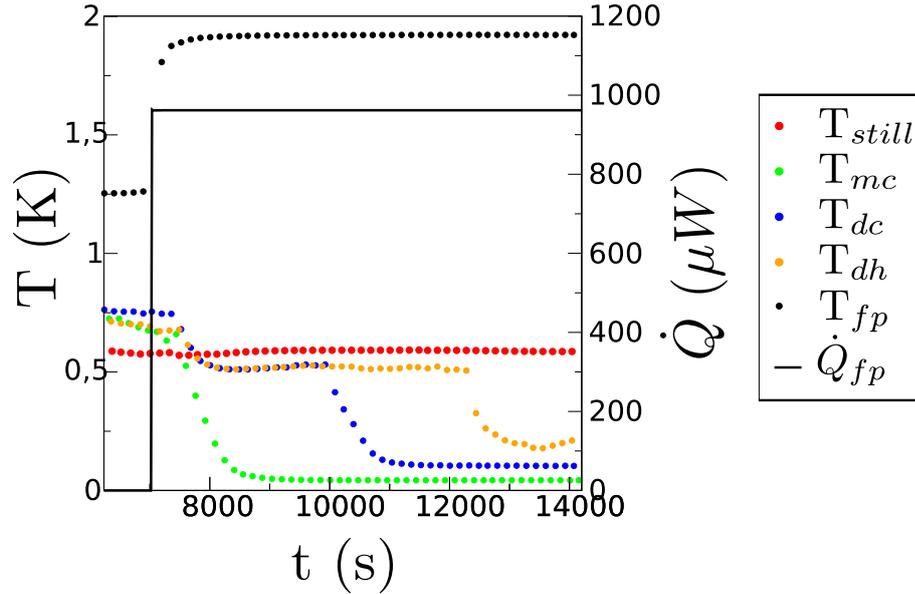


Figure 4.21 – Mise en froid du réfrigérateur le 06 Août 2009. Chaque point est une moyenne des mesures de températures sur deux minutes. Du bruit, non visible sur cette figure, apparaît sur les thermomètres de l'échangeur juste avant que la température ne chute. Les conditions sont $\dot{n}_3 = 10 \mu\text{mol/s}$, $\dot{n}_4 = 163 \mu\text{mol/s}$, $x_{tot} = 17.6 \%$ et $P_{still} = 0 \text{ mbar}$.

Refroidissement de l'échangeur

La figure 4.21 montre l'évolution de la température au cours du refroidissement. Chaque point est une moyenne de 20 mesures, ces 20 mesures durent 40 s. Alors que ^3He circule, le refroidissement commence avec la circulation de ^4He , les débits sont $\dot{n}_3 = 10 \mu\text{mol/s}$ et $\dot{n}_4 = 170 \mu\text{mol/s}$. Le point froid commence par se mettre en froid, sa température chute rapidement puis se stabilise lentement en-dessous de 50 mK. Les températures sur l'échangeur, T_{dc} et T_{dh} , baissent en même temps que le point froid pour se stabiliser vers 500 mK. L'échangeur est alors quasi-isotherme. La figure 4.22 est une impression d'écran de la fenêtre de suivi des températures. Sur cette figure,

les mesures ne sont pas moyennées. Nous pouvons remarquer la coïncidence entre la température qui chute sur la chambre de mélange et l'apparition d'un bruit sur la mesure de la température. Ce bruit n'est pas visible sur la figure 4.21, mais est clairement visible sur les données non moyennées : figure 4.22. Ce bruit apparaît aussi lorsque la température chute pour les thermomètres situés sur le capillaire de retour du dilué, T_{dc} et T_{dh} , à une distance de 3 m et 6 m respectivement. 40 min se passent entre chaque baisse de température observée.

A.Paragina [20] a montré dans sa thèse qu'il y a un gradient de températures

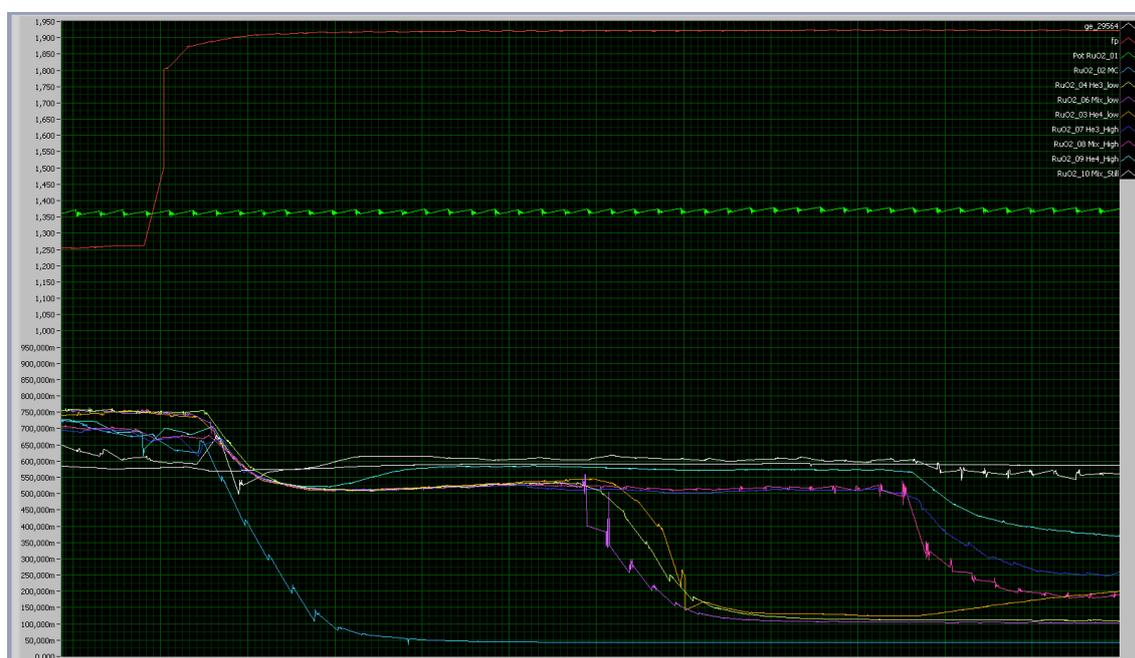


Figure 4.22 – Copie d'écran de la mise en froid du réfrigérateur le 06 Août 2009. La correspondance entre les thermomètres et la couleur des courbes est : jaune= T_{mc} , orange= T_{dc} , violet= T_{3c} , bleu foncé= T_{4c} , bleu turquoise= T_{dh} , rose = T_{3h} , rouge = T_{fp} , vert = T_1 K

dans les bulles d' ^3He concentré alors que la phase diluée est quasi-isotherme. Un thermomètre placé en un point de l'échangeur mesure donc des fluctuations de températures à chaque passage de bulles. Nous associons donc le bruit observé sur les thermomètres à des bulles qui circulent.

La température d'apparition des bulles sur T_{dc} et T_{dh} , ici 500-550 mK, correspond à une concentration de séparation de phase, entre 20 % et 25 %. Or les débits de circulation sont $\dot{n}_3 \approx 10 \mu\text{mol/s}$ et $\dot{n}_4 = 163 \mu\text{mol/s} (-30\%)$.

La concentration appliquée par les débits, $x_a = \dot{n}_3/(\dot{n}_3 + \dot{n}_4)$, est comprise entre 5.8 % et 8.0 %, avec l'incertitude sur \dot{n}_4 . La température devrait être trop élevée pour qu'il y ait l'apparition de bulle. La concentration dans le capillaire doit être supérieure à la concentration appliquée. L' ^3He doit donc s'accumuler dans l'échangeur jusqu'à ce que la concentration atteigne la ligne de séparation de phase. Une fois que la ligne de séparation de phase est atteinte, des bulles apparaissent et la température baisse.

Puissance frigorifique

Le protocole de mesure de la puissance frigorifique est le même que dans le chapitre précédent. La puissance \dot{Q}_{mc} est injectée sur le capillaire d' ^3He , juste avant le point froid. La température T_{mc} est mesurée sur le capillaire du mélange : voir figure 4.8.

Tout d'abord sur la figure 4.23 nous pouvons voir que la puissance frigorifique à 50 mK est de 0.6 μW . 1 μW est atteint en-dessous de 60 mK. Ces mesures montrent que le réfrigérateur à dilution en cycle fermé satisfait aux spécifications des futures missions satellites.

La puissance frigorifique théorique maximale au point froid a été définie au chapitre 2.5.3. Pour rappel elle s'écrit :

$$\dot{Q} = \frac{0.066}{1 - 0.066} \dot{n}_4 81.5 T^2 \quad (4.21)$$

$$\dot{Q} = 5.76 \dot{n}_4 T^2 \quad (4.22)$$

Nous allons maintenant détailler les mesures de puissances froides et les comparer aux modèles. La puissance frigorifique a été mesurée pour différentes pressions et concentrations du bouilleur ainsi que sur les deux échangeurs, figure 4.24. Au-dessus de 100 mK, la puissance frigorifique suit une loi en T^2 , indépendamment des conditions imposées. L'ajustement de ces mesures donne :

$$\dot{Q} = 4.12 \dot{n}_4 T^2 - 0.5 \quad (4.23)$$

La différence entre les mesures expérimentales, équation (4.23), et la courbe théorique, équation (4.22), pourrait s'expliquer par :

1. \dot{n}_4 n'est pas mesuré mais calculé grâce à la puissance et la température de la pompe à pression fontaine, équation (4.1). Les hypothèses de ce calcul supposent que toute la puissance de chauffage sert à faire circuler l' ^4He , sans prendre en compte les fuites thermiques. Le débit d' ^4He est surestimé, mais il est possible de déduire une valeur minimale de \dot{n}_4 à partir de la mesure de la puissance frigorifique. Il suffit de considérer que

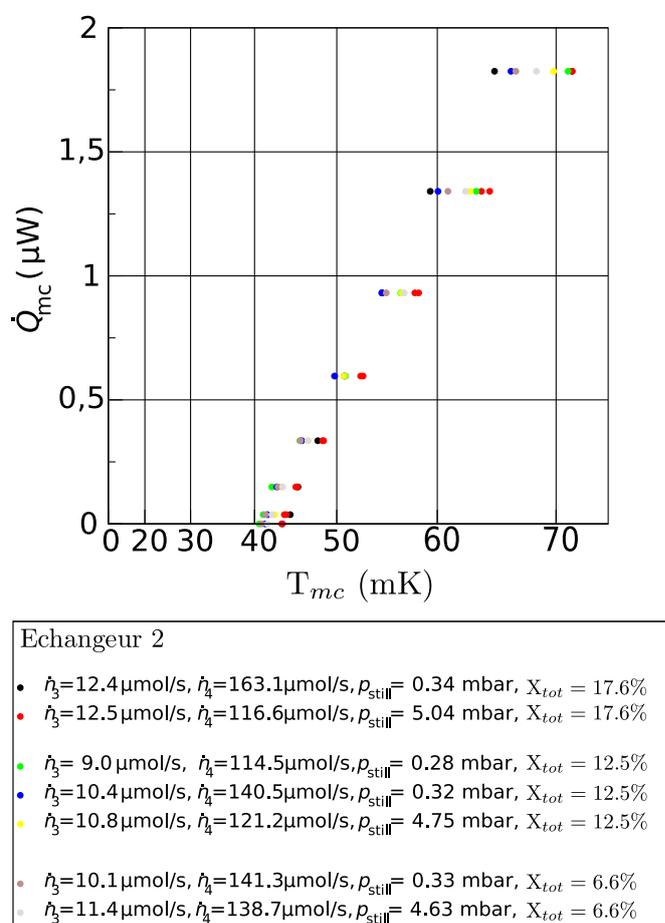


Figure 4.23 – puissance frigorifique en fonction de la température. L'échelle des abscisses est quadratique.

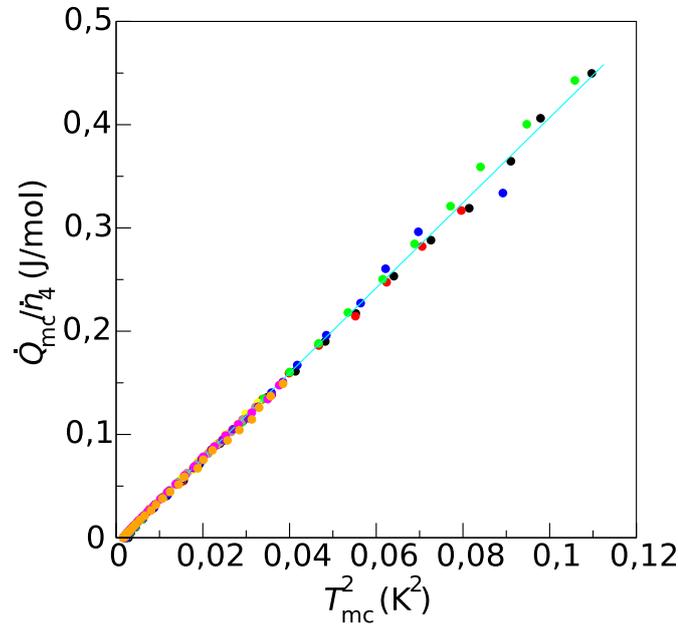
la puissance frigorifique est définie par l'équation (4.24) pour connaître \dot{n}_4 . L'écart $E(\%)$ entre ces deux valeurs du débit d' ^4He est :

$$E(\%) = \frac{5.76 - 4.12}{5.76} \cdot 100 = 28\% \quad (4.24)$$

Cet écart est le même quelle que soit l'expérience. Toutes les mesures de \dot{n}_4 de ce chapitre sont à prendre avec cette incertitude.

2. Il existe toujours une puissance de fuite résiduelle sur le point froid, due aux fils de mesures, à la conductivité thermique des capillaires.

Le modèle de l'échangeur diphasique de la section 3.2.2 est comparé aux mesures de la puissance frigorifique, voir figure 4.25 pour l'échangeur 1 et



Echangeur 1	
●	$\dot{n}_3=11.8\mu\text{mol/s}, \dot{n}_4=135.1\mu\text{mol/s}, p_{\text{still}}=0.33\text{ mbar}, X_{\text{tot}}=2.7\%$
●	$\dot{n}_3=15.4\mu\text{mol/s}, \dot{n}_4=133.7\mu\text{mol/s}, p_{\text{still}}=0.34\text{ mbar}, X_{\text{tot}}=2.7\%$
●	$\dot{n}_3=22.9\mu\text{mol/s}, \dot{n}_4=132.8\mu\text{mol/s}, p_{\text{still}}=0.55\text{ mbar}, X_{\text{tot}}=2.7\%$
●	$\dot{n}_3=16.6\mu\text{mol/s}, \dot{n}_4=128.1\mu\text{mol/s}, p_{\text{still}}=3.22\text{ mbar}, X_{\text{tot}}=2.7\%$
Echangeur 2	
●	$\dot{n}_3=12.4\mu\text{mol/s}, \dot{n}_4=163.1\mu\text{mol/s}, p_{\text{still}}=0.34\text{ mbar}, X_{\text{tot}}=17.6\%$
●	$\dot{n}_3=12.5\mu\text{mol/s}, \dot{n}_4=116.6\mu\text{mol/s}, p_{\text{still}}=5.04\text{ mbar}, X_{\text{tot}}=17.6\%$
●	$\dot{n}_3=10.4\mu\text{mol/s}, \dot{n}_4=140.5\mu\text{mol/s}, p_{\text{still}}=0.32\text{ mbar}, X_{\text{tot}}=12.5\%$
●	$\dot{n}_3=10.8\mu\text{mol/s}, \dot{n}_4=121.2\mu\text{mol/s}, p_{\text{still}}=4.75\text{ mbar}, X_{\text{tot}}=12.5\%$
●	$\dot{n}_3=10.1\mu\text{mol/s}, \dot{n}_4=141.3\mu\text{mol/s}, p_{\text{still}}=0.33\text{ mbar}, X_{\text{tot}}=6.6\%$
—	$\dot{Q}_{\text{mc}}/\dot{h}_4 = 4.12T_{\text{mc}}^2 - 0.005\text{ J/mol}$

Figure 4.24 – Puissance frigorifique normalisée par le débit d' ^4He pour différentes concentrations appliquées et totales, différents débits d' ^3He , différentes pressions sur le bouilleur et sur les deux échangeurs.

la figure 4.26 pour l'échangeur 2. Les courbes noires et rouges sont calculées à partir du modèle. Les courbes noires sont calculées avec \dot{n}_4 grâce à la mesure de la pompe à pression fontaine, équation (4.1). Les courbes rouges sont calculées avec \dot{n}_4 venant de la mesure de la puissance frigorifique théorique, équation (4.22). Ces courbes sont calculées à partir des paramètres de l'échangeur. Ce n'est pas un ajustement des données. La comparaison des

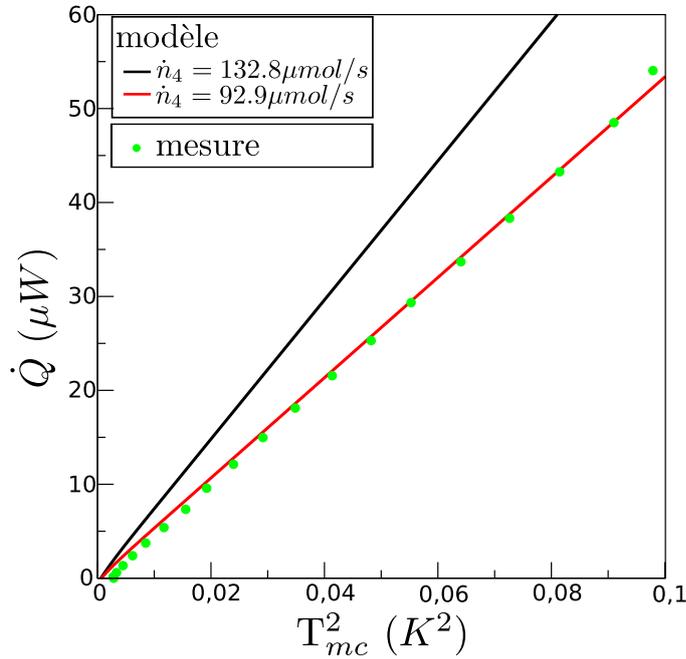


Figure 4.25 – Comparaison entre les mesures et le modèle de l'échangeur diphasique. Ce modèle est tracé pour deux valeurs de \dot{n}_4 . $132.8 \mu mol/s$ correspond à la valeur calculée par la pompe à pression fontaine. $97.8 \mu mol/s$ correspond à \dot{n}_4 si nous sommes dans le cas de l'équation (4.22). Le débit d^3He est de $23 \mu mol/s$. Mesures faites sur l'échangeur 1.

données et des mesures tendent à confirmer que le débit d' 4He mesuré par la pompe à pression fontaine est surestimé d'environ 28%. Les deux échangeurs donnent des résultats équivalents. L'augmentation de diamètre des capillaires de l'extracteur n'a donc pas d'influence sur la puissance frigorifique de l'échangeur diphasique. Cependant, nous observons toujours un désaccord entre le modèle et les mesures. Ce désaccord a aussi été observé dans le chapitre précédent. Nous discuterons dans le chapitre suivant comment améliorer l'accord entre les mesures et le modèle.

Sur la figure 4.27, la puissance frigorifique de deux séries de mesures est comparée. Entre ces deux séries, seule la pression sur le bouilleur est différente. Sur la série de mesure où $P \approx 5$ mbar, nous observons un «décrochage» de la température du point froid vers 160 mK. Pour la série de mesures à $P \approx 0$ mbar, ce «décrochage» n'est pas observé jusqu'à 200 mK, la série de mesures a été arrêtée avant le décrochage. L'explication classique de ce

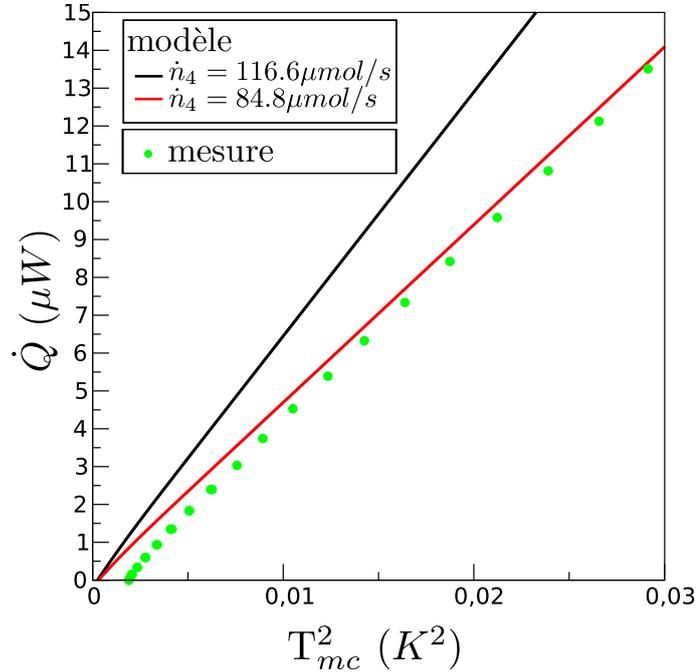


Figure 4.26 – Comparaison entre les mesures et le modèle de l'échangeur diphasique. Ce modèle est tracé pour deux valeurs de \dot{n}_4 . $116.6 \mu mol/s$ correspond à la valeur calculée par la pompe à pression fontaine. $84.8 \mu mol/s$ correspond à \dot{n}_4 si nous sommes dans le cas de l'équation (4.22). Le débit d^3He est de $12.5 \mu mol/s$. Mesures faites sur l'échangeur 2.

phénomène est que la température de l'échangeur est trop haute pour que des bulles se forment au point froid. Donc la température du décrochage correspond à la température de la ligne de séparation de phase pour $x = x_a$. Pour ces deux séries de mesures, la concentration appliquée x_a est comprise entre 6.6 % et 9.3 %, ce qui correspond à $0 \text{ mK} < T < 205 \text{ mK}$. Les mesures sont a-priori conformes à cette explication.

Néanmoins pour expliquer que le décrochage ait lieu à deux températures différentes sur ces séries de mesures, il faudrait que l'incertitude sur le débit d' 4He soit différente entre les deux séries. Les mesures précédentes montrent que l'incertitude relative sur le débit d' 4He ne dépend pas de la pression. Pour aller plus loin, la figure 4.28 montre l'évolution des températures en fonction du temps pour la série de mesures à $P \approx 5 \text{ mbar}$. La puissance du chauffage au point froid est augmentée par pas d'intensité, l'intensité est augmentée de 0.5 mA toutes les 50 minutes. Quand la puissance sur le chauff-

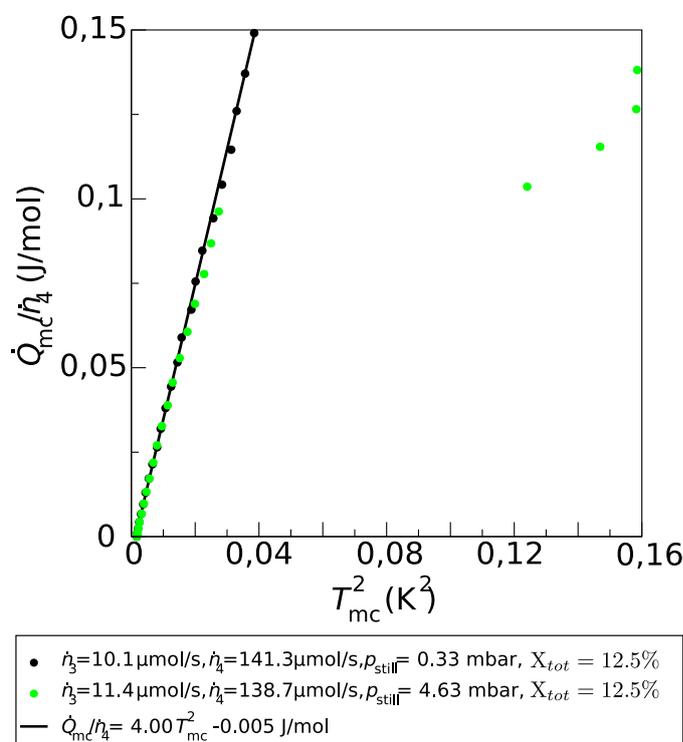


Figure 4.27 – *Décrochage de la température du point froid. Comparaison de séries de mesures ayant les mêmes paramètres de débits, mais la pression sur le bouilleur est différente. Mesures faites sur l'échangeur 2.*

fage augmente, la température sur l'ensemble de l'échangeur augmente. A une certaine puissance de chauffage, le bruit sur la température de T_{dh} s'estompe vers 500 mK. Cette température reste stable malgré l'augmentation de la puissance. Plus tard, la température T_{dc} augmente brusquement pour rejoindre la température T_{dh} . La température T_{dh} est stable et semble indépendante de l'augmentation de la puissance. Encore plus tard, la température du point froid augmente à son tour brusquement. La température du point froid est alors très bruitée. Mais cette température est légèrement inférieure à la température du reste de l'échangeur. Le bruit sur la température du point froid ne permet pas de voir une éventuelle sensibilité à l'augmentation de la puissance sur le point froid. Ce décrochage en cascade semble être l'opposé de ce qui est observé pour le refroidissement : voir section 4.3.3. Cependant, l'augmentation de la puissance pendant la cascade de décrochage en température ne permet pas de conclure définitivement. L'interprétation alternative qui expliquerait que chaque décrochage en température est dû à un nouveau

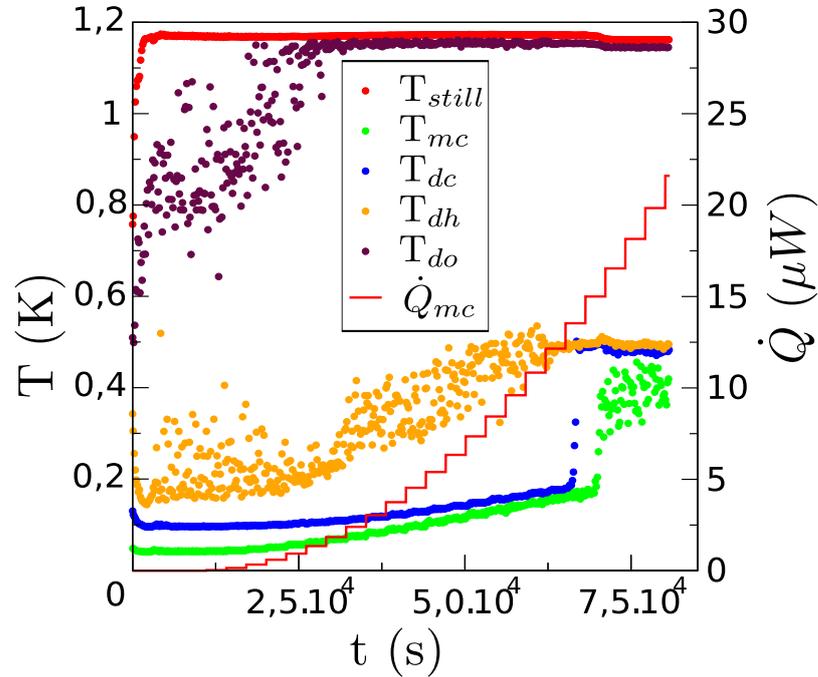


Figure 4.28 – Mesure de la température en fonction du temps. L'expérience menée est la mesure de la puissance frigorifique au point froid. La puissance \dot{Q}_{mc} augmente par pas en intensité. Les paramètres de mesures sont $\dot{n}_3 = 11.4 \mu\text{mol/s}$, $\dot{n}_4 = 138.7 \mu\text{mol/s}$, $P_{still} = 4.63 \text{ mbar}$, $x_{tot} = 6.6\%$. Mesure réalisée sur l'échangeur 2.

pas en puissance semble difficile. En effet, l'augmentation brusque de la température ne correspond pas avec un pas en puissance mais a lieu plusieurs dizaines de minutes plus tard. Ce qui peut être expliqué par un effet de retard dû aux temps de thermalisation.

Un deuxième phénomène peut être observé lorsque la température du point froid décroche. A ce même moment, la température baisse légèrement sur l'échangeur ($\Delta T \approx 10 \text{ mK}$), sur le bouilleur ($\Delta T \approx 10 \text{ mK}$) et sur la pompe à pression fontaine ($\Delta T \approx 5 \text{ mK}$). Une variation de température est remarquable car les temps d'équilibre du système sont de l'ordre de plusieurs dizaines de minutes, voire de l'heure. Une explication pour cette variation de température quasi-simultanée sur l'ensemble du réfrigérateur pourrait être que le potentiel chimique est quasi-constant sur l'ensemble capillaire de retour de l'échangeur diphasique, capillaire de retour de l'extracteur, bouilleur et superfuite. La courbe iso- μ_4 depuis le bouilleur, voir figure 4.29, croise la ligne de séparation de phase à $T \approx 500 \text{ mK}$. Cette température est celle

de l'échangeur. Le bruit observé sur le point froid, cette fois clairement visible, pourrait alors être un bruit dû à la présence de bulle. Cette explication concorde avec la mesure du refroidissement : figure 4.22. Dans cette série la

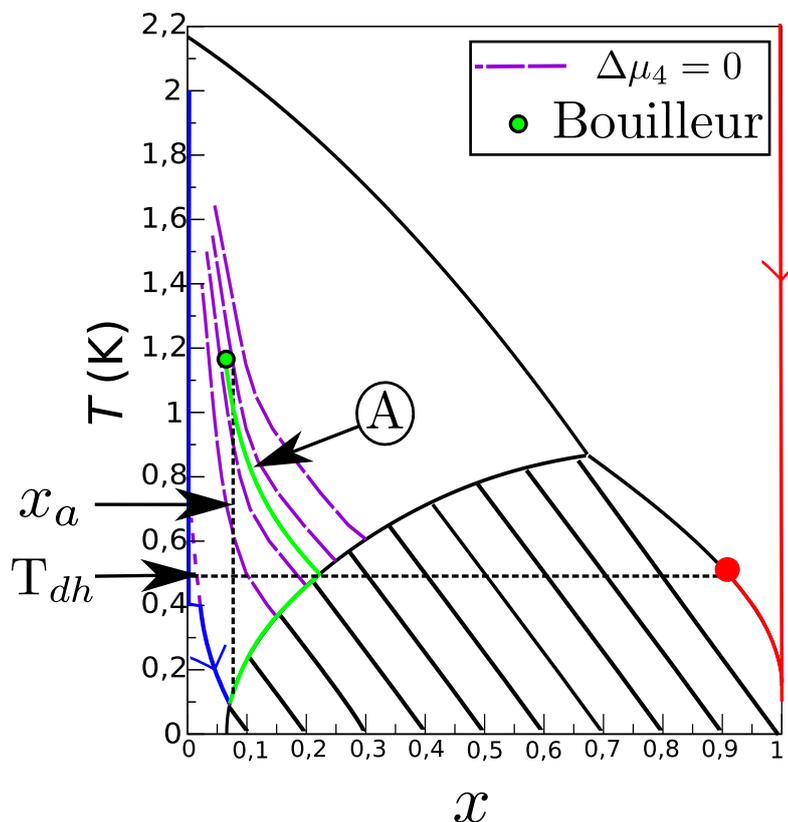


Figure 4.29 – Diagramme de phase du mélange ${}^3\text{He}$ - ${}^4\text{He}$. Cycle du mélange pour la mesure de puissance frigorifique où le décrochage est visible.

concentration totale dans le système est de 17,6 %, le décrochage en cascade est identique et la température de l'échangeur correspond au croisement de la ligne iso- μ_4 avec la ligne de séparation de phase. Pour les autres séries de mesures de puissance frigorifique, la température de l'échangeur n'a pas été assez élevée pour observer un quelconque décrochage.

Toutes ces mesures ont été faites sur l'échangeur 2. Sur l'échangeur 1, un décrochage de la température a aussi été observé. Sur la figure 4.30, nous remarquons que le comportement de décrochage est identique. Cependant l'hypothèse d'un μ_4 constant le long de l'extracteur n'est pas satisfaite dans ce cas.

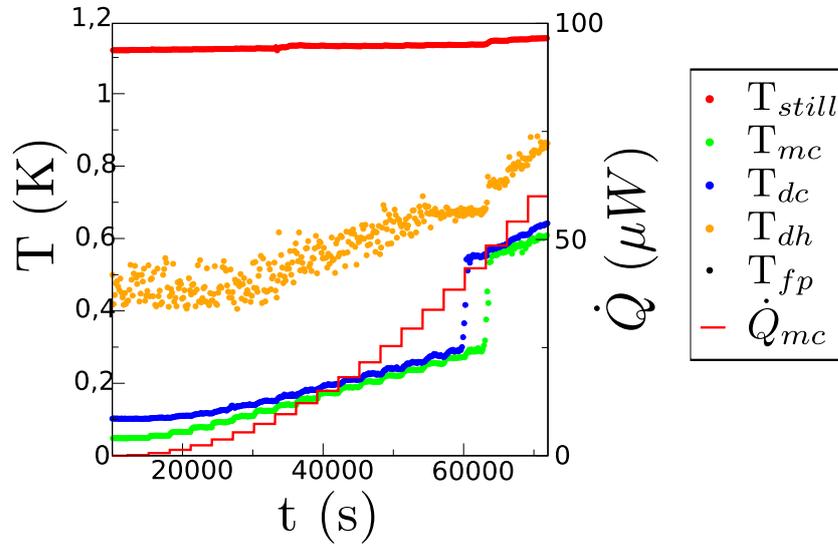


Figure 4.30 – Mesure de la température en fonction du temps. L'expérience menée est la mesure de la puissance frigorifique au point froid. La puissance \dot{Q}_{mc} augmente par pas en intensité. Les paramètres de mesures sont $\dot{n}_3 = 15 \mu\text{mol/s}$, $\dot{n}_4 = 125 \mu\text{mol/s}$, $P_{still} = 3 \text{ mbar}$, $x_{tot} = 2.6\%$. Mesure réalisée sur l'échangeur 1.

Échauffement dans le capillaire fin

Échangeur 1 En sortie de l'extracteur sur le capillaire d' ^4He , T_{4h} , nous remarquons une augmentation significative de la température avec le débit d' ^4He . Sur la figure 4.31, le thermomètre T_{4i} est placé entre le bouilleur et l'extracteur sur le capillaire d' ^4He pour vérifier la bonne thermalisation de l' ^4He . Sur la figure 4.32 le thermomètre, T_{do} est placé entre le capillaire de retour du mélange et le bouilleur pour vérifier si l'échauffement existe sur l'extraction du mélange. La température de T_{4h} ($d = 77 \mu\text{m}$) dépend fortement de \dot{n}_4 . Cette température augmente jusqu'à 1.3K puis se stabilise et devient indépendante du débit d' ^4He . Le thermomètre, T_{4i} est bien thermalisé à la température du bouilleur sur toute la gamme de débit. Ce problème n'est donc pas dû à une mauvaise thermalisation de l' ^4He dans le bouilleur, mais à des frictions dans l' ^4He turbulent.

Il est à noter que T_{4h} atteint un palier à 1.3K au-dessus de 100 $\mu\text{mol/s}$. Pour comprendre ce palier nous allons regarder ce qu'il se passe dans ce capillaire. Le thermomètre se trouve sur un capillaire de 400 μm , où la vitesse du fluide est inférieure à la vitesse critique. L' ^3He remonte donc dans ce capillaire depuis le point froid. Comme $\Delta\mu_4 = 0$, la concentration en ^3He est

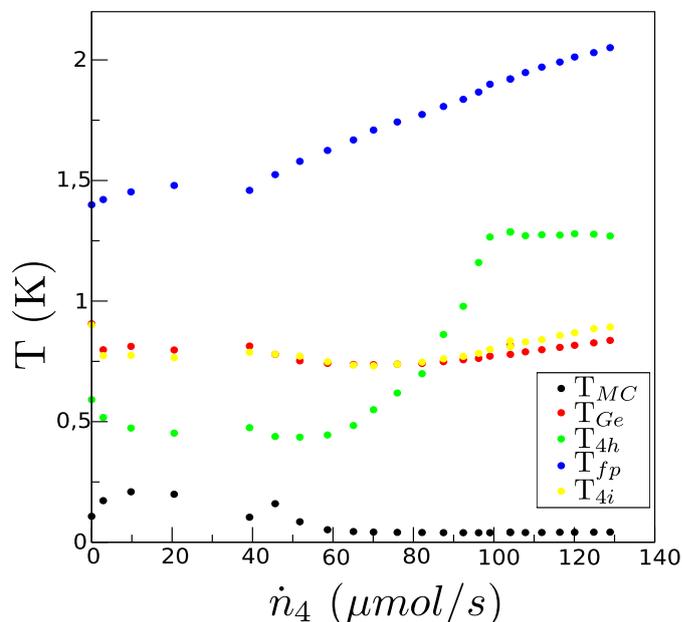


Figure 4.31 – Températures en différents points de l'échangeur en fonction du débit d' ^4He . Un thermomètre est placé sur le capillaire d'injection d' ^4He (série 3). Les conditions sont : $\dot{n}_3 = 12.5\mu\text{mol/s}$, $P_{\text{still}} = 0.6\text{ mbar}$, $x_{\text{tot}} = 2.7\%$.

dépendante de la température, courbe en pointillés rouges sur la figure 4.33. Pour $T \approx 1.3\text{ K}$ et $T_{mc} \approx 50\text{ mK}$ la concentration $x = 0\%$. A 1.3 K , ^4He est pur et non turbulent dans le tube de l'échangeur diphasique. L' ^4He a donc une très bonne conduction thermique. Quand le débit augmente, la dissipation devrait augmenter, mais la température reste stable parce que l'interface entre ^4He pur et la zone diluée se propage vers le point froid tel que μ_4 reste constant entre 1.3 K et 50 mK . Une partie de l'échangeur est «court-circuitée» par la très grande conduction thermique de ^4He .

Échangeur 2 Pour minimiser cet effet, l'extracteur est modifié, $d = 197\ \mu\text{m}$. Avec une vitesse plus faible dans ce capillaire nous pourrions craindre d'introduire un court-circuit thermique sur l'extracteur, voir 3.3.2. Cependant en dessous de 1.3 K , ^3He diffuse dans ^4He . Cet ^3He empêche la conduction thermique par contre-courant. Tant que la température du bouilleur reste en-dessous de 1.3 K , il n'y aura pas de «court-circuit» sur l'extracteur. Cependant entre le pot à 1 K , $T \approx 1.4\text{ K}$, et le bouilleur, la vitesse de ^4He

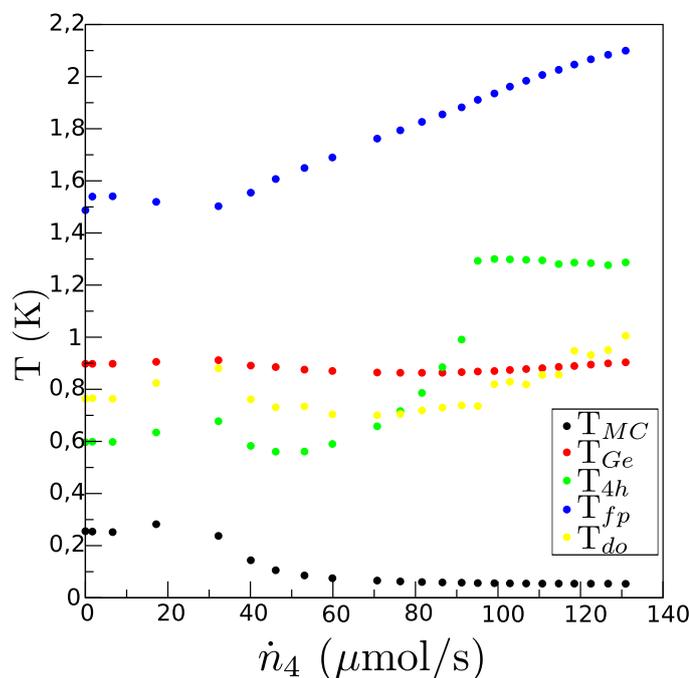


Figure 4.32 – Températures en différents points de l'échangeur en fonction du débit d' ^4He . Un thermomètre est placé sur le capillaire de sortie du mélange (série 4). Les conditions sont : $\dot{n}_3 = 24.7\mu\text{mol/s}$, $P_{\text{still}} = 0.6 \text{ mbar}$, $x_{\text{tot}} = 2.7\%$.

devra être supérieure à la vitesse critique pour qu'il n'y ait pas de «court circuit» thermique.

La comparaison de la température des deux échangeurs en fonction de la vitesse, figure 4.34, montre que la température est plus basse dans le deuxième échangeur. Cependant nous remarquons que T_{4h} du deuxième échangeur rejoint la température du premier échangeur au-dessus de 30 cm/s. La température du point froid est similaire dans les deux échangeurs.

Comme nous le confirmerons par la suite, l'échangeur 2 fonctionne correctement et la puissance frigorifique au point froid n'est pas affectée par ce nouvel extracteur. Les températures de l'échangeur 2 étant plus froides que l'échangeur 1, la puissance frigorifique disponible sur l'échangeur 2 est certainement plus grande.

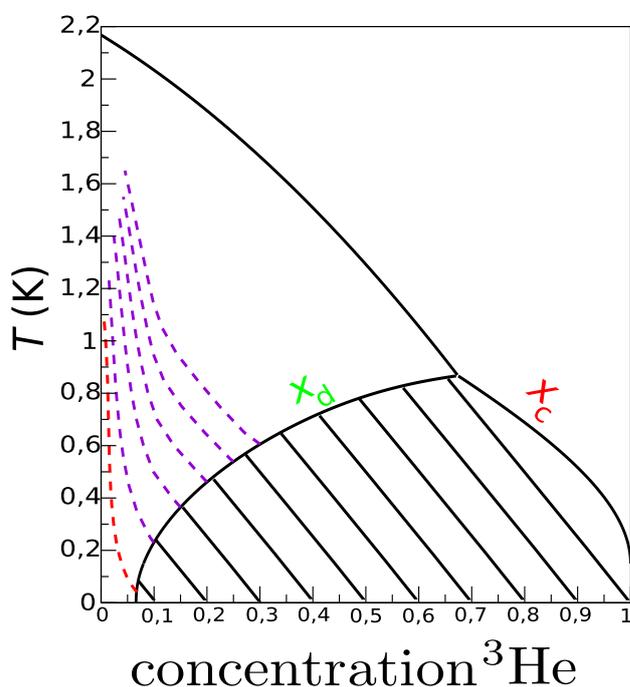


Figure 4.33 – Diagramme de phase de $l^3\text{He}$. Les courbes en pointillés sont les iso-potentiels chimiques μ_4

Bilan sur les échangeurs

Le fonctionnement et les performances de l'échangeur diphasique ne sont pas modifiés par rapport au cycle ouvert. Les conditions thermodynamiques du bouilleur ne modifient pas non plus la puissance frigorifique de l'échangeur. Cependant, nous observons que la température de l'échangeur «décroche» plus facilement quand la pression dans le bouilleur est de 5 mbar. Le modèle de l'échangeur diphasique rend compte de la puissance frigorifique au-dessus de 100 mK. En-dessous de 100 mK il faut prendre en compte des contributions supplémentaires telles que la viscosité ou la conduction dans les parois des capillaires. Enfin nous avons vu qu'avec une vitesse élevée un échauffement est observé sur le capillaire d' ^4He . La température T_{4h} peut monter jusqu'à 1.3 K dans un environnement inférieur à 600 mK.

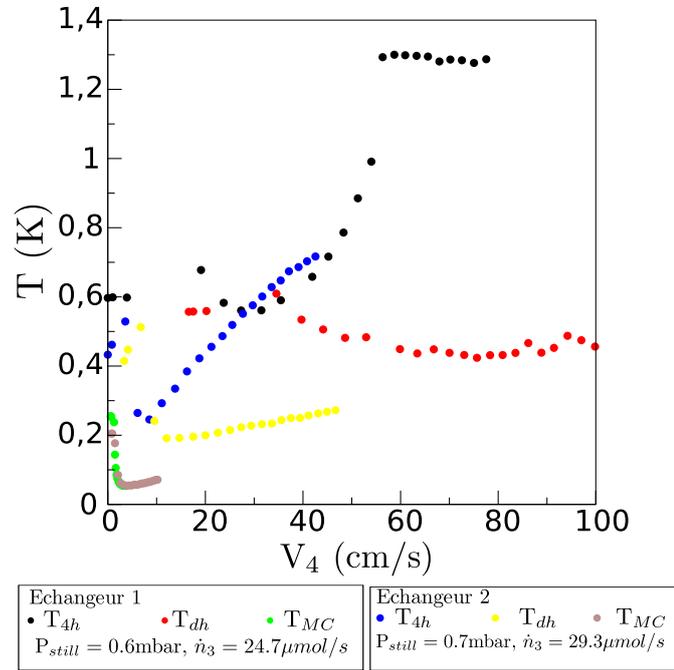


Figure 4.34 – Comparaison de la température en différents points de l'échangeur en fonction de la vitesse à ces différents points, pour les deux échangeurs.

4.4 Conclusion

Le réfrigérateur à dilution en cycle fermé spatialisable fonctionne correctement dans les conditions prévues par le modèle du bouilleur. Les performances mesurées en termes de puissance frigorifique et de température froide sont compatibles avec les besoins des futures missions spatiales. Nous avons vu que l'échangeur était peu dépendant des conditions physiques du bouilleur et de la pompe à pression fontaine. Cette indépendance permet d'avoir de la souplesse dans la définition des interfaces de prérefroidissement et de pompage. Cependant l'impédance hydrodynamique de l'échangeur a une influence sur l'étage supérieur. Nous avons vu que la température de la pompe à pression fontaine était plus faible dans le deuxième échangeur car l'impédance était plus faible sans avoir de conséquence notable sur les performances de l'échangeur. Il est intéressant de faire travailler la pompe à pression fontaine à une température aussi basse que possible pour minimiser la puissance demandée à l'étage de prérefroidissement et pour avoir des débits élevés d' ^4He . Les paramètres pour minimiser cette température sont l'impédance des ca-

pillaires, la température de l'étage de prérefroidissement, la température et la concentration du bouilleur.

Nous avons enfin montré que le réfrigérateur fonctionnait correctement avec une pression de 5 mbar sur le bouilleur. L'intérêt du concept de réfrigérateur à dilution spatialisable a été démontré dans cette étude. Et ce réfrigérateur pourrait équiper des satellites cryogéniques tel que SPICA ou IXO moyennant une pompe de circulation ^3He spatialisable.

Chapitre 5

Perspectives

Des avancées ont été faites lors de cette thèse dans la compréhension du système. Néanmoins des questions restent en suspens. Dans ce chapitre, nous allons détailler les questions qui se posent dans chaque partie du réfrigérateur : l'échangeur, le bouilleur, la pompe à pression fontaine du réfrigérateur. Nous discuterons les moyens de répondre à ces questions.

5.1 Echangeur

Pour pouvoir adapter l'échangeur le plus pertinemment possible à une mission satellite, il est nécessaire de mieux comprendre son fonctionnement. Pour cela, il faut travailler la modélisation, comprendre l'importance des phénomènes physiques de viscosité et de pertes de charges, comprendre l'importance de la conduction axiale dans les différentes phases de l'hélium, comprendre la dissipation par la friction mutuelle dans le capillaire de sortie de l'extracteur et le capillaire de l'injection d' ^4He , et comprendre l'influence du bouilleur sur l'échangeur. Afin de faciliter l'intégration du réfrigérateur pour un instrument, il faut aussi mesurer l'impact de points de thermalisation sur plusieurs endroits de l'échangeur. Une piste à explorer est que les points de thermalisation ne se font que sur le capillaire de retour du mélange et non sur les trois capillaires comme sur le satellite PLANCK. Le fluide de ce capillaire a une enthalpie plus grande que les fluides des autres capillaires. Donc pour une même puissance injectée, la température s'élèvera moins dans le mélange que dans les fluides purs. La deuxième raison est que l'injection de chaleur dans les fluides purs fait circuler la chaleur vers les parties froides, alors que l'injection de chaleur dans le mélange fait circuler la chaleur vers les températures chaudes.

5.1.1 Modélisation de l'échangeur diphasique

Nous avons vu que la modélisation de l'échangeur, ne tenant compte que de la résistance de Kapitza, n'est pas suffisante. Il faut donc travailler sur un modèle prenant en compte plus de contributions. Les deux premières contributions à prendre en compte sont :

1. L'écoulement est laminaire dans l'échangeur diphasique. La puissance apportée par viscosité s'écrit :

$$\dot{Q}_{visqueux} = \frac{128\eta(T)LV^2\dot{n}^2}{\Pi D^4} \quad (5.1)$$

Cette équation est à adapter aux 3 flux : ${}^3\text{He}$, ${}^4\text{He}$, ${}^3\text{He}$ - ${}^4\text{He}$ diphasique.

2. La conduction thermique dans les parois et dans les liquides. Elle s'écrit :

$$\dot{Q}_{conduction} = \frac{\pi D^2}{4} \frac{d}{dl} \left(\frac{\kappa_d dT}{T dl} \right) \quad (5.2)$$

Les équations (5.2) et (5.1) sont couplées. La résolution des équations doit être faite numériquement.

Le deuxième point de la modélisation de l'échangeur diphasique est la concentration. L'explication proposée à la partie 4.3.3 demande à être rigoureusement vérifiée. Pour cela la concentration doit être mesurée en continu à plusieurs endroits du capillaire de retour du mélange. Cette mesure de concentration doit être couplée avec une mesure de température pour déterminer le chemin parcouru dans le diagramme de phase ${}^3\text{He}$ - ${}^4\text{He}$. Il serait intéressant d'effectuer ces mesures aux jonctions entre l'extracteur et l'échangeur diphasique, sur les circulations d' ${}^4\text{He}$ et du mélange.

La mesure de la concentration d' ${}^3\text{He}$ peut se faire grâce à une jauge à pression osmotique. Cette méthode a été définie par London et al.[38] et reprise par Varoquaux [39]. La jauge est schématisée sur la figure 5.1. Elle consiste en un capillaire connecté d'un côté à l'échantillon devant être mesuré et fermé à l'autre extrémité. Un chauffage est monté sur l'extrémité bouchée du capillaire, tandis qu'un thermomètre T_{hot} est monté à une petite distance du chauffage.

En augmentant la puissance de chauffage, la température T_{hot} augmente jusqu'à ce qu'il n'y ait plus d' ${}^3\text{He}$ entre le chauffage et T_{hot} . Alors la conduction thermique de l' ${}^4\text{He}$ pur est suffisamment grande pour que T_{hot} ne dépende plus de \dot{Q} . Car, la puissance injectée \dot{Q} est transportée à la «frontière» ${}^4\text{He}$ pur-dilué. En augmentant la puissance, la «frontière» est déplacée vers l'échantillon en chauffant. Le liquide est stationnaire dans le capillaire donc $\Delta\mu_4 = 0$ sur tout le capillaire. Donc, la pression fontaine $P_{fp}(T_{hot})$ au bout

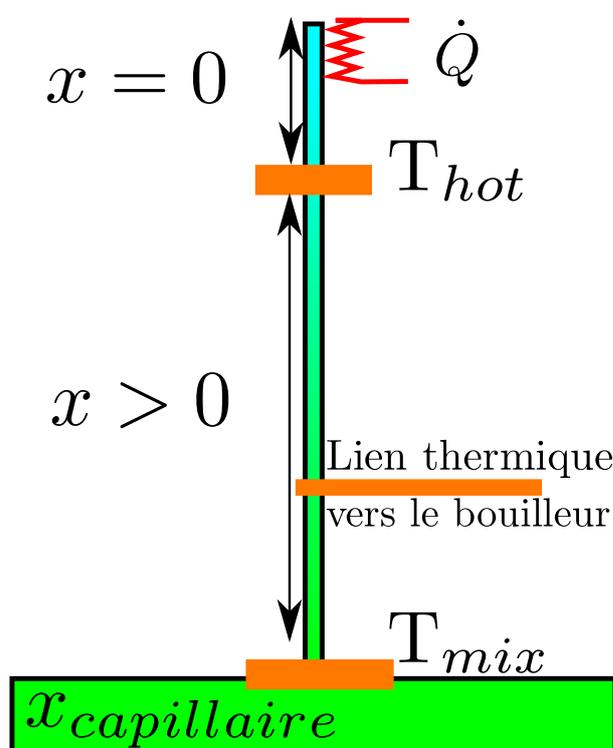


Figure 5.1 – Schéma d'une jauge à pression osmotique. La température T_{hot} est suffisamment haute pour qu'il n'y ait plus d' ^3He entre le chauffage et le thermomètre. Il y a égalité entre la pression fontaine à T_{hot} et la pression osmotique à (T_{mix}, x) . En connaissant T_{hot} et T_{mix} , il est possible de connaître x .

de la jauge est égale à la pression osmotique $\Pi(T_{mix}, x_3)$ dans l'échantillon à l'autre bout. Il est alors possible de connaître x en mesurant T_{hot} et T_{mix} . La puissance de chauffage pourrait être envoyée vers le bouilleur par un lien thermique.

Cet instrument de mesure a l'avantage de prendre peu de place. On peut donc aisément en intégrer plusieurs sur l'échangeur.

5.1.2 Étude de l'extracteur

Une jauge à pression osmotique sur le bouilleur et une autre sur le capillaire de mélange avant l'entrée de l'extracteur permettraient de mesurer $\Delta\mu_4$ sur le capillaire d'extraction du mélange. A partir de ces mesures, il sera pos-

sible de déterminer le comportement de l'extracteur, de savoir si l'extraction est à x constant ou non et de prédire les limites de fonctionnement.

Néanmoins, μ_4 n'est pas bien connu dans tout le diagramme de phase ^3He - ^4He . Les valeurs de μ_4 existantes [5] sont calculées à partir de plusieurs séries de mesures de chaleur spécifique du mélange. Ces mesures sont éparses, ce qui pourraient altérer la qualité de l'ajustement de la chaleur spécifique. Afin de vérifier ces données importantes pour la compréhension de l'échangeur, il serait intéressant de faire une mesure directe de μ_4 dans le domaine de concentration et de température qui nous intéresse. Plusieurs types de mesures de μ_4 sont possibles en dehors de la jauge à pression osmotique : voir référence [40].

Études de la pertes de charges et des vitesses critiques

On a vu que la perte de charges sur les capillaires de l'échangeur définissait le débit maximum d' ^4He (voir partie 4.3.1). Mais la perte de charge dans le capillaire d' ^4He ne peut être modélisée par des turbulences classiques. Il serait dès lors intéressant de mesurer la perte de charge et l'échauffement sur un capillaire fin en fonction du débit. Pour être le plus proche des conditions de l'échangeur, la circulation d' ^4He doit être forcée par une différence de pression. Cette mesure doit être faite pour plusieurs températures d'injection inférieures à 1 K.

5.1.3 Diamètre maximum des capillaires

Pour avoir des puissances froides élevées, le débit d' ^4He doit être important. L'augmentation de ce débit entraîne de l'échauffement par viscosité dans l'échangeur diphasique. Pour diminuer cet effet et gagner en puissance froide, il faudrait tester un échangeur diphasique avec un diamètre plus élevé. Une étude doit être faite pour déterminer quel est le diamètre maximum possible en tenant compte des bulles de concentré.

5.1.4 Puissance froide sur l'échangeur

De la puissance froide est disponible tout le long de l'échangeur. Cette puissance va servir à thermaliser les fils de mesures et tiges de supports de l'instrument. Il serait intéressant de connaître la puissance disponible à différents niveaux et son impact sur l'ensemble du réfrigérateur.

5.2 Bouilleur

La spatialisation du réfrigérateur à dilution en cycle fermé nécessite d'étudier le poral pour la séparation de phase liquide-gaz. Des études ont été menées pour la NASA [17] sur la séparation de phase liquide gaz du bouilleur. La proposition faite est d'utiliser un matériau poreux, voir figure 5.2. L' ^3He migre dans le matériau poreux vers l'interface poral-gaz. A cette interface, l'évaporation de l' ^3He fait que : $T_{interface} < T_{liquide}$ et $x_{interface} < x_{liquide}$. La

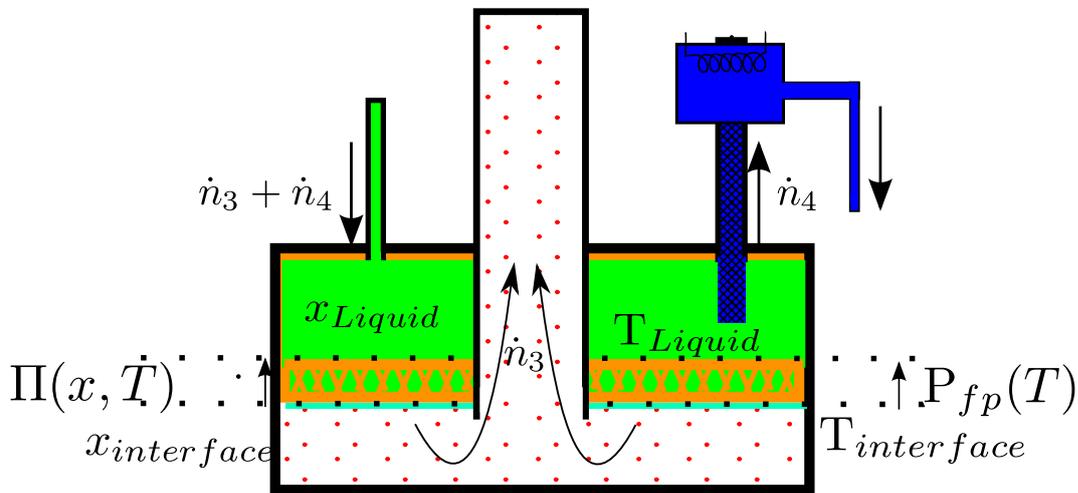


Figure 5.2 – Schéma du bouilleur avec un matériau poreux à l'interface. La température et la concentration en ^3He à l'interface sont plus basses que dans le liquide. Donc la pression fontaine P_{fp} et la pression osmotique Π sont dirigées de l'interface vers le liquide. Ces pressions retiennent le liquide au-dessus du matériau poreux.

pression fontaine et la pression osmotique sont donc dirigées de l'interface poreux-gaz vers le liquide. Le liquide sera maintenu d'un côté du matériau poreux par ces deux pressions. Une deuxième technique consiste à remplir entièrement le bouilleur d'un matériau poreux : voir figure 5.3. Pour tester cette configuration, le bouilleur sera construit comme sur les figures 5.2 et 5.3 : le liquide sera au dessus du gaz. Cette configuration permettra de tester la stabilité du liquide dans des conditions plus défavorable que dans l'espace, à cause de la gravité.

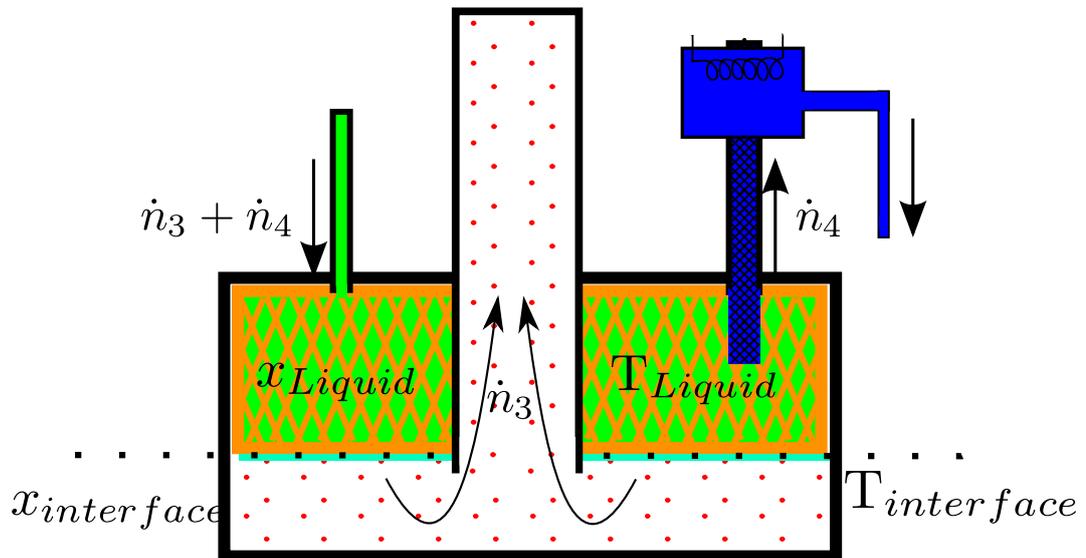


Figure 5.3 – Schéma du bouilleur avec un matériau poreux dans l'ensemble du bouilleur. Le liquide est retenu dans le matériau poreux par capillarité.

5.3 Pompe à pression fontaine

Deux études complémentaires sont nécessaires sur la pompe à pression fontaine. La première doit mesurer le débit qui sort de la superfuite. La deuxième doit tester différents matériaux pouvant être des superfuites et répondant aux critères d'exigences du spatial.

5.3.1 Mesure du débit d' ^4He

Le débit d' ^4He dans le réfrigérateur à dilution en cycle fermé n'est pas connu précisément. La mesure du débit se fait de façon indirecte de deux manières différentes, chacune donnant des limites supérieures et inférieures au débit. L'écart entre ces deux mesures est de 30 %. Même si ce n'est pas bloquant, cette mesure peu précise est handicapante pour l'interprétation des mesures et la compréhension fine du système. Par exemple pour comparer le modèle de l'échangeur diphasique et les mesures.

Pour améliorer la mesure du débit d' ^4He , il existe trois voies :

1. L'étalonnage du débit : le but est de mesurer à chaud le débit qui circule par la pompe à pression fontaine. Cette mesure sert à étalonner la puissance injectée à la pompe à pression fontaine en fonction du débit. Grâce à elle nous pourrions ainsi estimer la puissance de fuite et

corriger les mesures faites précédemment. Le débit se mesure à chaud soit avec un débitmètre classique, soit avec un banc étalon primaire qui donnerait des résultats plus fiables pour des pressions faibles. Le problème de cette technique est d'estimer l'erreur faite entre l'étalonnage et la mesure dans le cycle du réfrigérateur. Les conditions n'étant pas rigoureusement les mêmes, la puissance de fuite doit être différente. La précision sur la mesure dépendra de l'estimation de cet écart.

2. Débitmètre à froid : il existe différentes techniques pour mesurer le débit d' ^4He superfluide. Van Sciver et al. décrivent ces techniques dans l'article [41]. Cette méthode permet d'avoir une mesure du débit indépendante de la température et de la puissance de la pompe à pression fontaine.
3. Mesurer les fuites thermiques sur la pompe à pression fontaine. La mesure des fuites thermiques permettrait de connaître plus exactement la puissance qui sert effectivement à faire circuler l' ^4He . La conductivité thermique de la superfuite peut se mesurer en bouchant le capillaire de sortie de la pompe à pression fontaine. L'analyse de la dépendance de la température de la pompe en fonction de la puissance appliquée avec l'équation (5.2) permet de remonter à la conductivité thermique de la superfuite.

Ces trois types de mesures amélioreraient la précision de la mesure du débit d' ^4He . Néanmoins, les débitmètres à froid sont plus lourds à mettre en place.

5.3.2 Étude de différents matériaux pour superfuite

Pour extraire l' ^4He du matériau poreux, on souhaite avoir la plus grande surface possible en contact avec le liquide. Cette précaution est prise pour éviter d'éventuels bouchons d' ^3He concentré à l'entrée de la superfuite. La superfuite utilisée actuellement pour la pompe à pression fontaine est constituée de poudre tassée d'alumine dans un capillaire de CuNi. L'entrée de la superfuite est définie par un disque. Pour augmenter la surface l'interface pourrait être simplement un cylindre : voir figure 5.3. Pour cela, une céramique peut être utilisée comme superfuite. L'étanchéité radiale au superfluide doit être garantie. Plusieurs techniques sont proposées, comme celle de simplement coller la céramique dans un tube ou sertir la céramique poreuse dans une céramique étanche.

5.4 Développement pour le spatial

Le concept du système a été validé mais des développements sont nécessaires pour amener ce concept à maturité. Ici sont regroupées les différentes études et améliorations devant être réalisées afin d'augmenter le niveau de maturité technique du réfrigérateur à dilution en cycle fermé.

5.4.1 Spécifications de l'étage de prérefroidissement

L'interface entre deux machines cryogénique est un point critique de toute chaîne cryogéniques spatiale. Il est donc indispensable de mesurer la puissance requise pour l'étage de prérefroidissement. Cette mesure peut être réalisée par l'ajout d'un débitmètre à la sortie de la pompe du pot à 1K. A partir de cette mesure, il est possible de calculer la puissance froide délivrée par l'évaporation de l'⁴He.

De plus, pour pouvoir donner plus de souplesse dans les spécifications du réfrigérateur, il faut mesurer l'impact de la température de l'étage de prérefroidissement sur l'ensemble du réfrigérateur.

5.4.2 Étude du réfrigérateur en pression contrôlée

Pour définir les spécifications d'une pompe pouvant faire fonctionner le cycle, la pression maximale sur le bouilleur doit être elle aussi définie. Pour cela des études avec une gamme plus étendue de pression du bouilleur doivent être faites.

Dans le chapitre 4, la pression sur le bouilleur étaient contrôlée manuellement. Le pompage se faisait au travers d'une vanne manuelle. La position de cette vanne était ajustée pour être dans la gamme de pression voulue sur le bouilleur. Cette technique a pour défaut la variation de la pression du bouilleur avec le débit d'³He. La pression ne peut être ajustée précisément et surtout la gamme de pression n'est pas assez large (< 10 mbar).

Pour combler ces défauts, il faut donc ajouter une vanne asservie sur la pression du bouilleur, entre ce dernier et la pompe. Ainsi on pourrait refaire les mêmes types de mesures qu'au chapitre 4, et étendre le domaine de mesure à des pressions plus élevées.

5.4.3 Intégration d'une pompe spatialisable

Plusieurs types de pompes pourraient être intégrées dans le cycle. Les spécifications de la pompe sont pour l'instant de l'ordre de 20 $\mu\text{mol/s}$ entre

5 et 10 mbar. Nous allons décrire rapidement deux types de pompes en développement :

1. Pompe mécanique : la JAXA, agence spatiale Japonaise, développe une pompe ^3He pour un refroidisseur Joule-Thomson à 1K [27]. Cette pompe, moyennant quelques adaptations, permettrait de satisfaire aux spécifications du cycle. Par exemple, actuellement un clapet anti-retour en plastique limite la pression minimale à 40 mbar. Ce clapet devrait être remplacé par un clapet plus souple ou un clapet actif. L'avantage de cette pompe est de fonctionner à chaud, ce qui facilite les opérations sur celle-ci durant l'intégration du satellite. La technologie est assez avancée pour une intégration rapide. Les désavantages sont que la pompe est entièrement mécanique ce qui augmente les possibilités de défaillance. Le poids de la pompe est de l'ordre de la dizaine de kilogramme. Sa puissance électrique faible (80 W nominal) est adaptée aux contraintes spatiales. Comme la pompe est située loin du bouilleur, donc le tuyau de pompage et le capillaire d'injection doivent remonter toute la chaîne cryogénique.
2. Pompe à sorption : les pompes thermiques fonctionnent par sorption du gaz dans un matériau poreux de type charbon, voir par exemple les travaux fait à Twente [42]. Ce type de pompe travaille à froid ce qui permet d'être proche du bouilleur. La longueur des tuyaux est donc plus faible que dans le cas précédent. L'opération principale étant de chauffer et de refroidir le charbon, il y a peu de pièces d'usure dans le système, les valves uniquement. Selon la pompe choisie, il est aisé d'ajouter une deuxième pompe, pour la redondance. Ce système n'émet aucune vibration ni de champ électromagnétique. Les désavantages de ce type de pompe sont qu'elle fonctionne à froid, donc les opérations de maintenance éventuelle au sol peuvent s'en trouver compliquée. Une fois chauffés, les charbons doivent être refroidis par un réfrigérateur extérieur, passif ou actif. Ce réfrigérateur doit être dimensionné pour cette charge thermique. Finalement selon la pompe à sorption, les pressions en entrée et en sortie peuvent ne pas être constantes. Ces variations pourront être visibles sur la température du point froid.

Ces pompes spatialisables ont été conçues pour des réfrigérateurs Joule-Thomson. Ces pompes ne peuvent actuellement pas travailler à des pressions de l'ordre de 5 mbar. Mais des adaptations peuvent être faites sur les deux types de pompes pour être intégrables sur le réfrigérateur à dilution spatialisable. Les valves sont le point critique de l'adaptation. Des développements sont en cours pour adapter de nouvelles valves, actives ou passives, à ces

pompes. Elles pourraient alors répondre au besoin du réfrigérateur à dilution en cycle fermé.

5.4.4 Intégration du réfrigérateur avec un instrument

L'étude de l'intégration de l'instrument doit se faire conjointement avec celle de l'intégration du réfrigérateur à dilution. En effet, une étude doit être faite sur la distribution de la puissance froide selon le détecteur. Par exemple dans le cas de Bliss [43], la puissance froide doit être distribuée à plusieurs endroits. La question revient à évaluer le meilleur moyen de thermalisation. Elle pourrait par exemple s'effectuer via des caloducs en cuivre, ou directement par la circulation du mélange d' ^3He - ^4He dans un capillaire passant par tout les détecteurs.

Une autre partie de l'étude doit être faite sur les contraintes thermomécaniques du support des détecteurs. Les contraintes mécaniques sont dues au lancement du satellite par une fusée. Les matériaux choisis pour les supports doivent être rigides. Mais les contraintes thermiques exigent de minimiser la conduction thermique par ces matériaux. Il faut donc concilier ces deux contraintes en choisissant des matériaux et des géométries adéquates.

5.4.5 Construction d'un prototype

Ce prototype doit permettre de tester l'ensemble des différentes études qui ont été réalisées, de la pompe de circulation en passant par l'intégration de l'instrument. La validation du fonctionnement du prototype sera alors la dernière étape avant l'intégration du réfrigérateur en cycle fermé sur un (ou plusieurs) satellite(s).

Conclusion

Le réfrigérateur à dilution spatialisable en cycle ouvert utilisé sur le satellite Planck ne permet pas de répondre aux spécifications des futures missions spatiales cryogéniques. Durant cette thèse, nous avons conçu et réalisé un réfrigérateur à dilution en cycle fermé. L'idée de ce réfrigérateur est d'ajouter un étage de séparation d'isotopes et de recirculation au réfrigérateur à dilution en cycle ouvert.

Ce système de séparation est composé d'un bouilleur et d'une pompe à pression fontaine. Les vapeurs au dessus du mélange ^3He - ^4He liquide sont riches en ^3He , $x_v > 90\%$, l' ^3He est extrait par évaporation. Ce gaz est alors pompé et injecté dans le capillaire d' ^3He de l'échangeur du réfrigérateur à dilution. L' ^4He est extrait du bouilleur par effet fontaine. L' ^4He superfluide passe au travers d'une superfuite et est injecté dans le capillaire d' ^4He de l'échangeur.

Le réfrigérateur à dilution en cycle fermé doit satisfaire aux spécifications des futures missions satellites IXO et SPICA, environ $1\ \mu\text{W}$ à $50\ \text{mK}$. Ces spécifications sont déterminées pour un réfrigérateur à désaimatation adiabatique qui délivre toute sa puissance frigorifique au niveau du détecteur. Donc les spécifications prennent en compte la puissance arrivant par conduction dans les fils de mesures et les barres de supports mécaniques. Dans le réfrigérateur à dilution, cette puissance est absorbée par l'échangeur de chaleur. La puissance frigorifique exigée au point froid est donc en principe inférieure. Les performances mesurées sont $1\ \mu\text{W}$ à $55\ \text{mK}$ avec une pression de $0\ \text{mbar}$ sur le bouilleur et $1\ \mu\text{W}$ à $59\ \text{mK}$ avec une pression de $5\ \text{mbar}$ sur le bouilleur. Ces performances satisfont aux spécifications des futures missions. Les mesures réalisées montrent que les performances de l'échangeur de chaleur sont robustes par rapport aux variations des conditions du bouilleur et de la pompe à pression fontaine.

Cependant le réfrigérateur a besoin d'un étage de prérefroidissement pour liquéfier l' ^3He et prérefroidir l' ^4He . La puissance frigorifique nécessaire à cet

étage, à une température donnée, dépend des débits d' ^3He et d' ^4He , mais aussi de la concentration dans le bouilleur. Elle est de l'ordre de 2 à 3 mW. La puissance frigorifique demandée par le réfrigérateur à dilution est compatible avec les performances de l'étage de prérefroidissement Joule-Thomson ^3He développé pour la mission SPICA : 10 mW à 1.7 K à partager avec une deuxième expérience. Cependant nous avons montré que le bouilleur, la pompe à pression fontaine et l'étage de prérefroidissement sont interdépendants.

Notre travail prouve donc que le concept imaginé de séparation des isotopes fonctionne correctement et permet d'atteindre les performances voulues. Pour que ce concept devienne assez mature pour équiper un satellite, plusieurs études doivent être menées. Tout d'abord, il faut confirmer que le bouilleur peut fonctionner en microgravité. Pour cela, une étude doit être menée sur le confinement du liquide et l'impact de ce confinement sur l'ensemble du réfrigérateur. Les interfaces du réfrigérateur avec son environnement devront être plus clairement définies et mesurées. Les trois interfaces à considérer sont :

1. La pompe de circulation d' ^3He : il faut déterminer la pression maximale admissible en fonction du débit d' ^3He .
2. L'étage de prérefroidissement : mesurer l'effet de la température de cet étage sur le réfrigérateur à dilution.
3. Le point froid : optimiser la distribution de la puissance froide aux instruments de mesures.

Une fois ces études menées, le réfrigérateur à dilution spatialisable sera prêt pour être intégré dans un prototype. Ce prototype devrait valider le fonctionnement du réfrigérateur à dilution en cycle fermé avec un étage de prérefroidissement et une pompe de circulation spatialisable. Il doit aussi valider que la puissance froide est correctement délivrée aux instruments, *i.e.* la puissance froide doit être délivrée à plusieurs endroits. Une fois cette étape validée, le réfrigérateur à dilution spatialisable en cycle fermé pourra alors équiper une ou plusieurs missions satellites.

Ce travail aura alors été une petite aide pour que l'être humain comprenne mieux l'univers qui l'entoure.

Annexe A

Conductivité thermique de matériaux supports

A.1 Contexte et motivation

Nous travaillons actuellement sur l'évolution du réfrigérateur à dilution en cycle ouvert du satellite PLANCK vers un réfrigérateur en cycle fermé. Nous nous intéressons parallèlement à la minimisation des contraintes thermiques sur la plaque froide. L'expérience acquise dans la construction du satellite PLANCK a montré que le choix des barres de support de la plaque froide était crucial. Ces barres doivent répondre à deux contraintes fortes, mécanique et thermique. Elles doivent pouvoir supporter le poids et les vibrations de l'instrumentation basse température, c'est à dire plusieurs plusieurs kilogrammes, pendant le lancement et assurer la plus petite fuite thermique entre l'étage à 2 K et l'étage à 50 mK.

Le NbTi a été choisi pour le support de l'instrument HFI du satellite PLANCK. Etant supraconducteur sa conductivité thermique est faible et il est mécaniquement rigide. Néanmoins, le dimensionnement de la fuite thermique a mené à opter pour des cylindres fin, $\phi_e = 5mm, \phi_i = 4,6mm$, qui ne répondent pas aux contraintes mécaniques. Des mâchoires de blocage ont été ajoutées pour assurer la rigidité mécanique de l'ensemble.

L'étude bibliographique de la conductivité thermique à basse température, du module d'Young à 300K et du module de rupture de différents matériaux, montre que le composite carbone-epoxy serait le meilleur compromis, voir les figures [A.1](#) et [A.2](#)

Mais il n'existe aucune donnée, dans la littérature, sur la conductivité thermique d'un tel composite en dessous d'1K. Nous nous proposons de mener

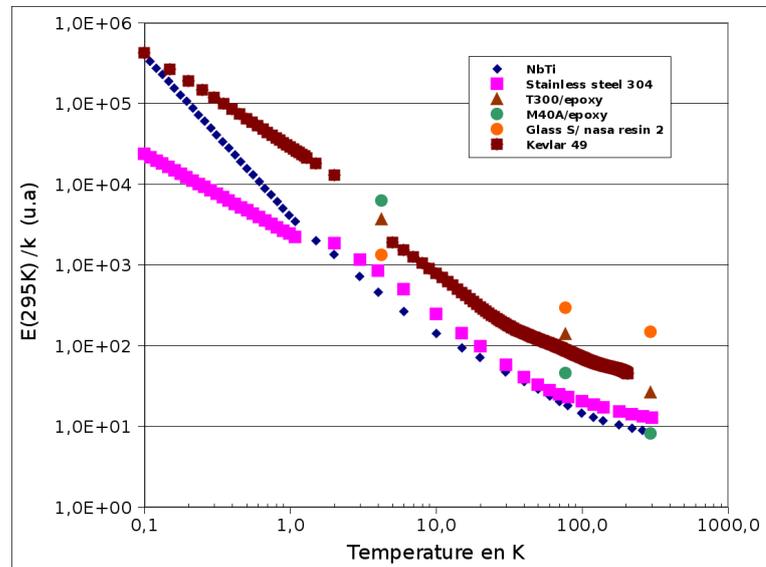


Figure A.1 – facteur de qualité E/k de différents matériaux en fonction de la température.

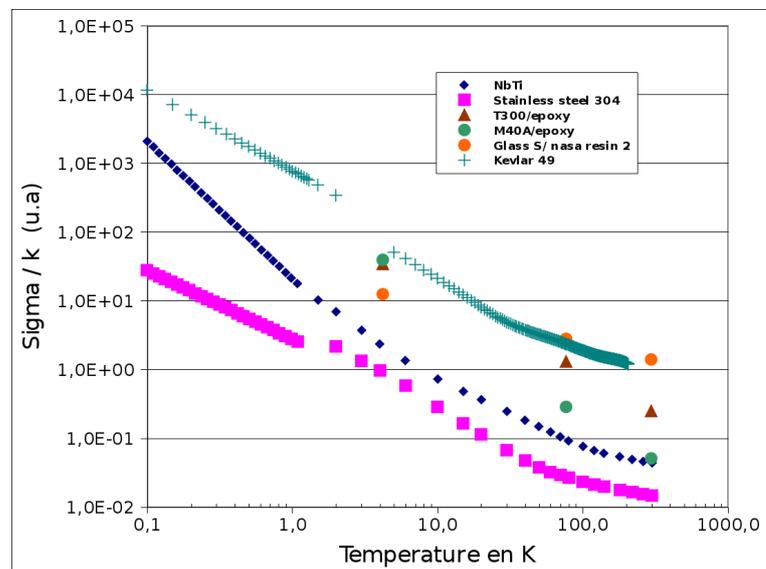


Figure A.2 – facteur de qualité σ/k de différents matériaux en fonction de la température.

cette étude sur différents échantillons de carbone-epoxy.

A.2 Aspects théoriques

Soit une barre de longueur L , de section S et de conductivité thermique k . A l'une des ses extrémités on applique une puissance \dot{Q} , l'autre extrémité est placée à une température fixe T_{ref} . La puissance qui passe à travers cette barre est définie par :

$$\dot{Q} = \frac{S}{L} \int_{T_2}^{T_1} k dT \quad (\text{A.1})$$

Où T_1 et T_2 sont deux températures prises sur la barre, avec $T_1 > T_2$. La dépendance en température de k , la conduction de la barre, est liée aux modes de transfert de chaleur :

Phonons $k = aT^3$

Electrons $k = aT$

En généralisant ces lois, k sera de la forme :

$$k = \alpha T^\beta \quad (\text{A.2})$$

Dont l'intégration donne :

$$\int_{T_1}^{T_2} k dT = \frac{a}{a+1} \cdot (T_1^{b+1} - T_2^{b+1}) \quad (\text{A.3})$$

En combinant les équations A.1 et A.3, on obtient :

$$\dot{Q} = \frac{S}{L} \frac{a}{b+1} \cdot (T_1^{b+1} - T_2^{b+1}) \quad (\text{A.4})$$

Depuis les mesures de \dot{Q} , T_1 et T_2 et connaissant le rapport S/L , il est possible de retrouver les coefficients a et b de la conductivité thermique k .

A.3 Aspects expérimentaux

Le dispositif expérimental est représenté sur la figure A.4. Dans un premier temps, quatre échantillons ont été mesurés : 2 barres de carbone/epoxy, 1 barre en fibres de verre/epoxy, et une barre de NbTi. La conductivité thermique du NbTi est connu à ces températures, il sert à valider le protocole expérimentale. Un deuxième dispositif a mesuré une seconde série d'échantillons connus.

L'analogie électrique de cette mesure de conductivité thermique est une mesure de résistance "4 fils", cf figure A.5. Le flux de chaleur circule entre le

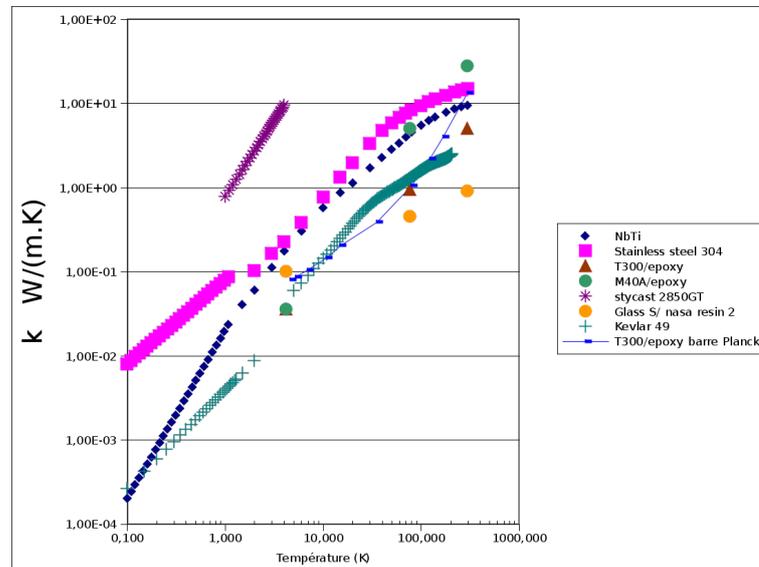


Figure A.3 – Conduction thermique de différents matériaux en fonction de la température.

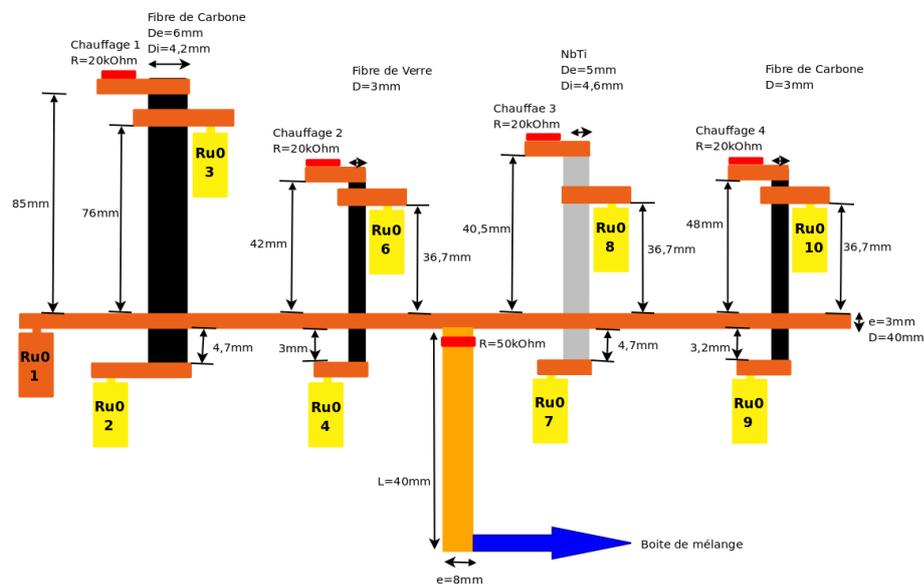


Figure A.4 – Schéma du montage de la première série de mesures de conduction thermique

chauffage et la platine du bain; en prenant une analogie électrique c'est la

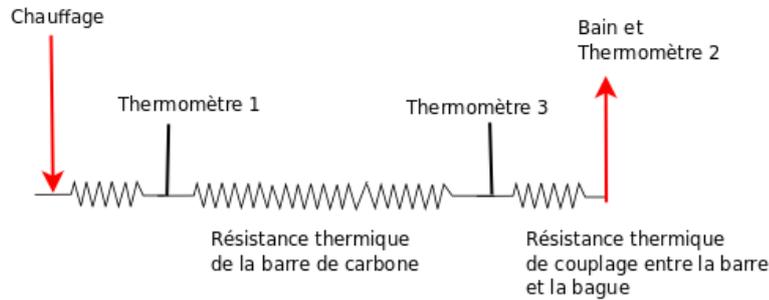


Figure A.5 – Équivalence électrique de l'expérience de conductivité thermique

circulation du courant. L'équivalent de la tension c'est la différence de température, mesurée par 2 thermomètres.

La figure A.6 est une photo du montage de la première série de mesures.

A.3.1 Mesure de la puissance

La puissance de chauffage injectée dans la barre à mesurer est fournie par un courant traversant une résistance de chauffage métallique, précision sur la résistance 1% la valeur de la résistance dépend de l'échantillon mesuré. L'intensité du courant est fournie par une source de courant $20\mu A$ spécialement réalisée pour cette expérience. Elle est commandée par une carte DAQ E/S 16bits, la précision de la commande est de $0.3nA$ ($0.1nW$). Le bruit maximum mesuré sur la source de courant est de $4nA/\sqrt{Hz}$ à 250Hz. La source a un offset de $1nA$.

La puissance de chauffage est altérée par les fuites thermiques : conduction dans les fils, conduction dans le gaz résiduel, rayonnement,... Nous allons maintenant évaluer ces pertes parasites :

Chauffage par conduction dans les fils

La conductivité thermique des fils est tirée de Pobell [44]. A partir de la valeur estimée de la conductivité de la barre de carbone, on a calculé la puissance à fournir en fonction de la température. La figure A.7 compare la puissance qui passe par une barre de Carbone Epoxy M40 de dimension $l = 8cm$, $D_i = 4.2mm$, $D_e = 6mm$, pour un fil de $l = 20cm$, $D = 60\mu m$ en manganin La puissance, estimée, transportée par les fils est inférieure à 1% de la puissance passant par l'échantillon.

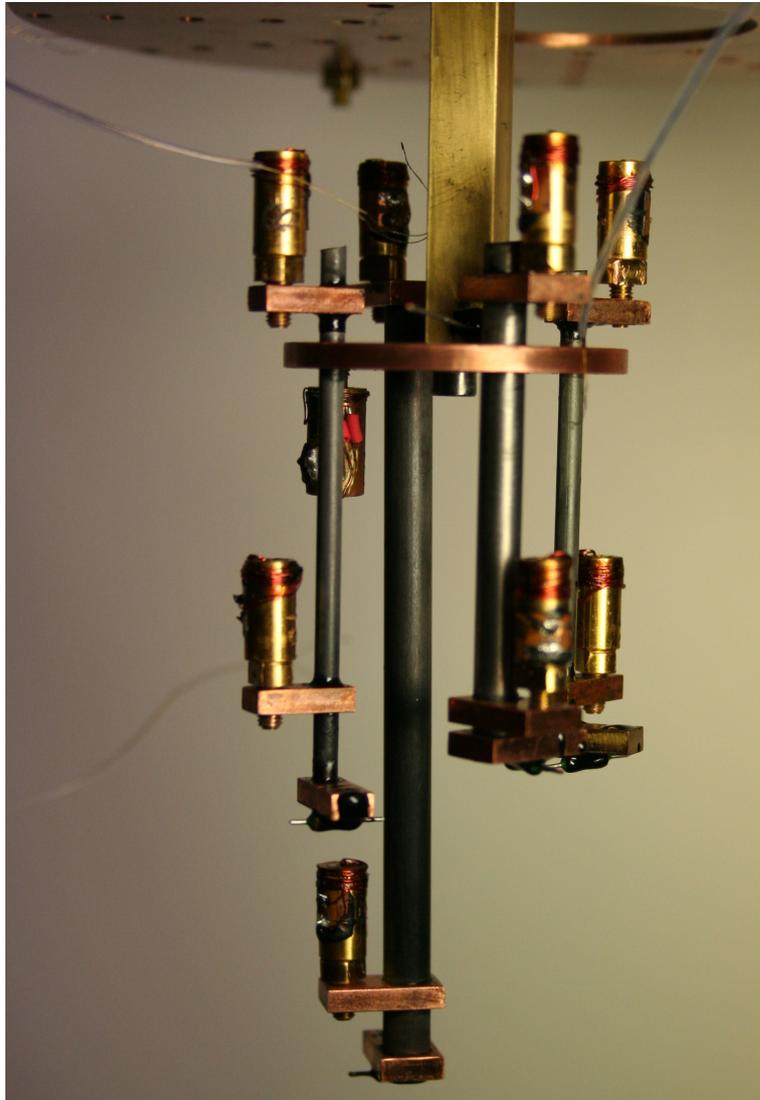


Figure A.6 – Photo du montage de l'expérience de conductivité. 1ère série d'échantillons

Rayonnement

La loi de Stefan Boltzmann donne la puissance \dot{Q} reçu par une barre :

$$\dot{Q} = 5,67 \cdot 10^{-12} \epsilon A (T_1^4 - T_2^4) \quad (\text{A.5})$$

Où ϵ est l'émissivité, A la surface de la barre en cm^2 , T_1 la température de l'écran et T_2 la température de la barre. Le calcul donne une puissance de

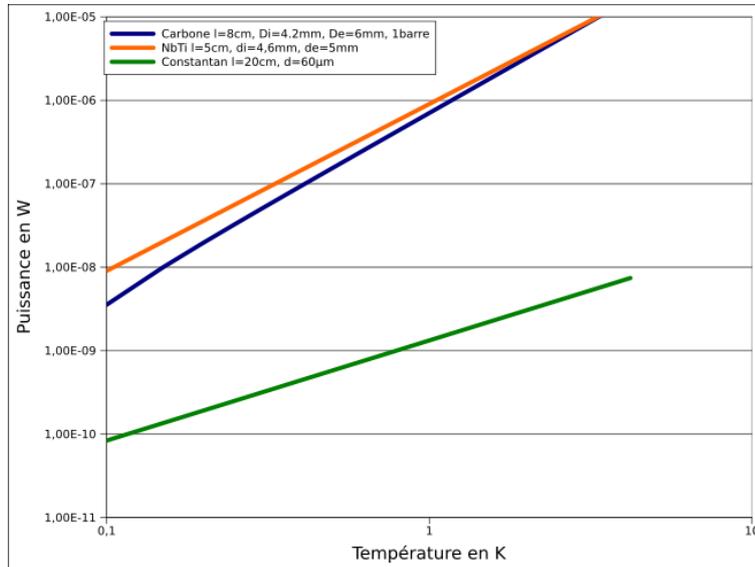


Figure A.7 – Estimation de la puissance en fonction de la température pour différents matériaux. Une barre de Carbone Epoxy M40 de dimensions $l = 8\text{cm}$, $D_i = 4,2\text{mm}$, $D_e = 6\text{mm}$, une barre de NbTi de 5cm de long, $D_e = 5\text{mm}$, $D_i = 4,6\text{mm}$; pour un fil de $l = 20\text{cm}$, $D = 60\mu\text{m}$ en manganin et en NbTi

l'ordre de $5 \cdot 10^{-12}\text{W}$, ce qui est négligeable par rapport à la puissance de chauffage, située entre 10^{-8}W et 10^{-5}W .

Conduction par le gaz résiduel

D'après Pobell [44], la puissance par conduction dans le gaz résiduel est :

$$\dot{Q} < 0.02A.P(T_1 - T_2) \quad (\text{A.6})$$

Où P est la pression en mbar. Pour une puissance de fuite inférieure à 10^{-9}W , la pression doit être inférieure à 10^{-9} mbar.

A.3.2 Mesure de la température

La figure A.4 schématise le montage expérimental de la première série de mesures. Chaque échantillon est équipé d'un chauffage, d'un thermomètre RuO2 proche du chauffage pour mesurer la température T_{hot} et d'un thermomètre RuO2 en dessous du point froid, la plaque de cuivre. Ce montage permet de mesurer la conductivité thermique de l'échantillon ainsi que la

résistance thermique du collage. Les thermomètres ont été étalonnés entre 30 mK et 3 K grâce à un thermomètre à courbe de fusion ^3He et d'une résistance germanium étalonnée par Lakeshore entre 400 mK et 3 K.

A.3.3 Temps d'équilibre

Le calcul du temps d'équilibre se fait grâce à la loi :

$$t = \frac{l^2}{4\alpha} \quad (\text{A.7})$$

Où t est le temps, l la longueur et α la diffusivité thermique. Elle est définie par :

$$\alpha = \frac{k}{\rho C} \quad (\text{A.8})$$

où ρ est la densité et C la chaleur spécifique. Dans la littérature, voir figure A.8 [45], on trouve une valeur basse de la diffusivité thermique de l'époxy de l'ordre de $5 \cdot 10^{-6} \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$. Le temps caractéristique de mise en froid d'une barre de carbone de 5cm de long est alors $t = 125 \text{s}$.

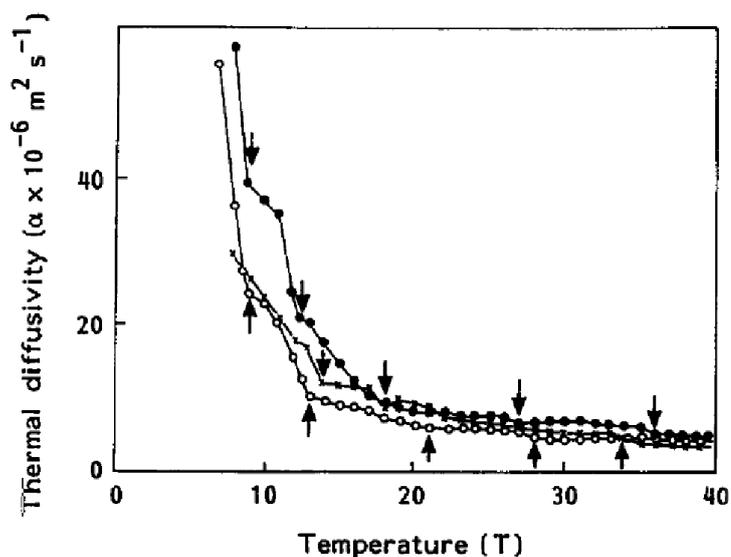


Figure A.8 – Diffusivité thermique de l'époxy à basse température [45]

D'un point de vue qualitatif :

$$k = \alpha T^\beta \quad (\text{A.9})$$

$$C = \gamma T^3 \quad (\text{A.10})$$

Donc la diffusivité varie en $T^{\beta-3}$, $\beta > 0$ ce qui est favorable aux basses températures à des temps d'équilibre court.

A.3.4 Conductivité transverse

Le composite du carbone epoxy est composé de plusieurs couches de fibres de carbone dont l'orientation dépend des qualités mécaniques et thermiques demandées. Une matrice d'epoxy assure le maintien des fibres. Ces deux composants doivent avoir des contributions différentes à la conduction thermique. La conduction dans la matrice d'epoxy devrait être isotrope tandis que la conduction dans les fibres devrait se faire préférentiellement selon leur orientation. La modélisation de l'anisotropie de la conductivité thermique de composite est discutée dans la référence[46].

A.4 Résultats

A.4.1 Série 1

La première série de mesure a été réalisée sur 4 échantillons :

Carbone/epoxy $\phi_{ext} = 6mm$, $\phi_{int} = 4,2mm$, barre de cerf-volant provenant de chez Décathlon

Carbone/epoxy $\phi = 3mm$ barre de cerf-volant provenant de chez Décathlon

Verre/epoxy $\phi = 3mm$ barre de cerf-volant provenant de chez Décathlon

NbTi $\phi_{ext} = 5mm$, $\phi_{int} = 4,6mm$ provenant des tests du satellite Planck

La composition des échantillons provenant de chez Décathlon n'est pas connue. Le NbTi, dont la conductivité thermique est connue, [44], est mesuré pour valider les processus de mesure et d'analyse des données.

Résultats

Le tableau A.9 donne les paramètres de l'ajustement de la conductivité thermique de chaque échantillon tel que $k = aT^b$, l'erreur sur les paramètres et la plage de validité.

La figure A.10 compare les mesures à celles de la littérature. La mesure de la conductivité thermique du NbTi, la référence, concorde avec les données

	a en SI ¹	b sans unité	erreur max (%)	Température(K)
carbone/epoxy 6mm	0,006557	1,22	2	0,2-0,8
carbone/epoxy 6mm	0,005919	0,94	0,16	0,6-2,5
verre/epoxy 3mm	0,008408	1,49	2	0,2-0,8
verre/epoxy 3mm	0,007267	1,06	2	0,6-2,1
NbTi 5mm	0,034161	1,98	2	0,2-0,8
NbTi 5mm	0,029526	1,63	1	0,6-1,6
carbone/epoxy 3mm	0,008822	1,50	1,5	0,2-0,8

Figure A.9 – Valeurs des ajustements, avec $k = aT^b$, pour les matériaux mesurés

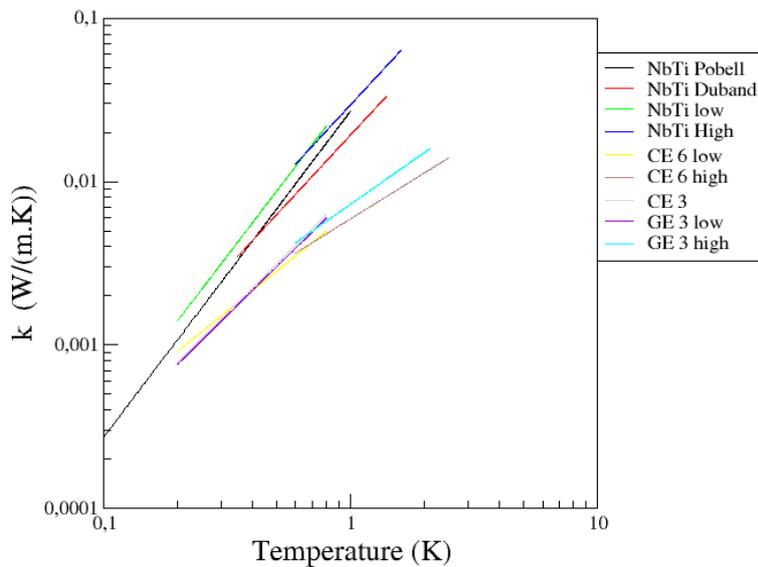


Figure A.10 – Mesure et données de la littérature des conduction thermique de différents matériaux en fonction de la température

de la littérature [44]. Le matériau composite carbone/epoxy de chez Décathlon a une conductivité inférieure au NbTi, dans la gamme des températures mesurées, d'un facteur allant de 2 à 10.

1. l'unité de a dépend de la valeur de b

Conclusion partielle

Pour valider la technique de mesure utilisée, nous nous sommes assurés de la concordance entre nos mesures sur un échantillon témoin avec celles de la littérature. La conductivité thermique mesurée sur les échantillons de carbone epoxy de cerf volant montre qu'elle est plusieurs fois plus faible que celle du NbTi. Ces résultats sont encourageant et justifient le passage à la deuxième série de test sur des échantillons de carbone epoxy mieux définis, certains sont qualifiés pour le "spatial".

A.4.2 Série 2

La deuxième série de mesures est faite sur 3 échantillons dont les caractéristiques sont connues, la figure A.16 étant une photo du montage.

PLANCK

Ces échantillons ont été fournis par l'IAS, ils sont de la même série que ceux utilisés pour l'instrument HFI de PLANCK. Deux tubes d'1m de long, 12,7mm de diamètre extérieur et 9,2mm de diamètre intérieur ont été livrés. La fibre les composants est du T300 enrobé dans de l'epoxy 26, le taux volumique est de 60%. L'échantillon suit la norme : ISO standard 13002-cf-ac,235-42-800 avec de la résine epoxy 26. Ce qui signifie : carbon fiber-fibre acrylique, module d'élasticité en traction autour de 235GPa, résistance à la traction autour de 4200 MPa, masse linéique 800 tex (1 tex = 1g/km). La réalisation de ces tubes a été faite par Epsilon Composite. Les fibres sont orientées telles que décrit dans le tableau :

Couche	angle par rapport à l'axe	Pourcentage de fibre
1 (interne)	0°	33%
2	+20°	17%
3	-20°	17%
4 (externe)	0°	33%

Figure A.11 – *Orientation des fibres de carbone dans les échantillons de Planck*

Les essais mécaniques sur des montages ont montré une limite de rupture entre 9000N et 12000N après 6 cyclages à froid (cf IAS).

Barre JWST

Quatre échantillons nous ont été fournis par le Rutherford Appleton laboratory. Ils ont mesuré des échantillons similaires entre 10K et 40K, l'étude complète est à la référence [47]. Les échantillons sont composés de huit couches de fibres de carbone T300-K6 dans une matrice de résine bakélite EPRL20, le taux de fibre de 56% et l'agencement est décrit dans le tableau :

couche	angle (par rapport à l'axe)
1 (interne)	+3°
2	-3°
3	+93°
4	-93°
5	+3°
6	-3°
7	+93°
8 (externe)	-93°

Figure A.12 – *Orientation des fibres de carbone dans les échantillons du JWST*

CPL Deux échantillons nous ont été fournis par la société "Carbone Pays de Loire". Ces deux échantillons sont en fibres de carbone T700. Il y a deux couches de fibres orientées à 45° par rapport à l'axe du tube. Le montage des trois échantillons est schématisé sur la figure A.13.

Résultats

Le tableau A.14 donne les valeurs des paramètres a et b pour chaque échantillon de la deuxième série dans deux gammes de températures. L'erreur relative maximale sur les mesures est de 2%

Le graphique A.15, compare les résultats des mesures. On voit nettement que le carbone epoxy a une conductivité thermique plus faible que le NbTi, indépendamment de sa provenance.

2. l'unité de a dépend de la valeur de b

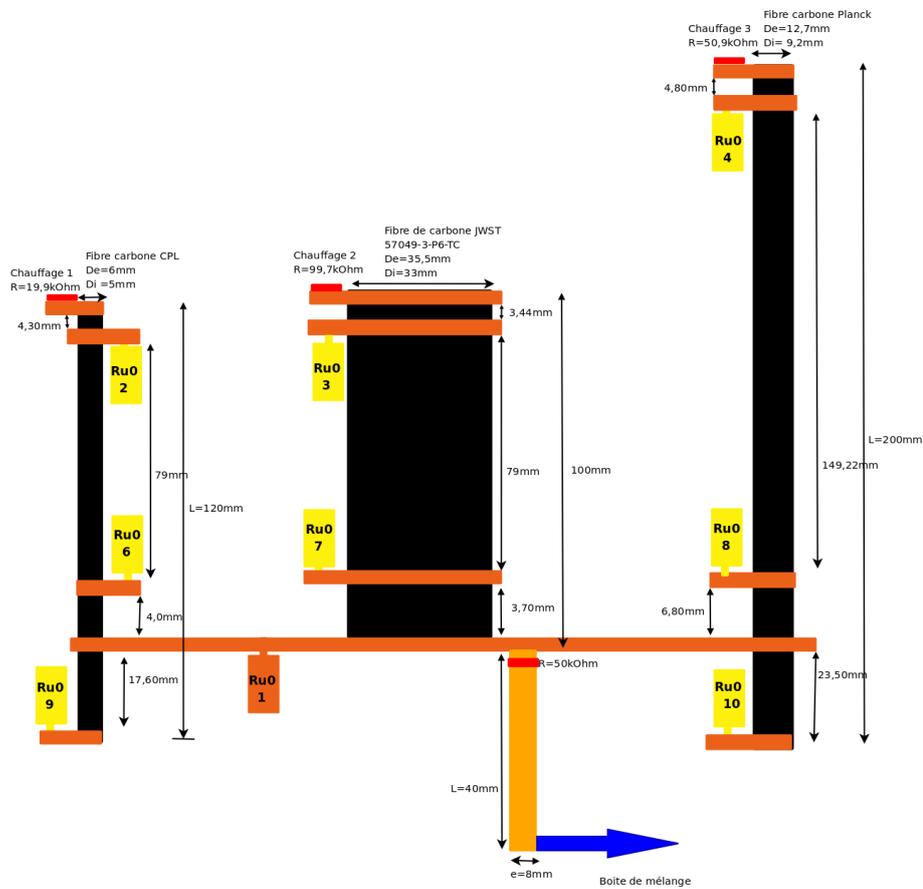


Figure A.13 – Montage de la mesure de conductivité thermique série 2

	a en SI ²	b sans unité	Température(K)
Planck	0,00726	1,436	0,2-0,8
Planck	0,00689	0,939	0,6-3,0
JWST	0,01043	1,596	0,2-0,8
JWST	0,00912	1,039	0,6-3,0
CPL	0,01210	1,462	0,2-0,8
CPL	0,00966	0,800	0,6-3,0

Figure A.14 – Valeurs des ajustements, avec $k = aT^b$, pour les matériaux mesurés

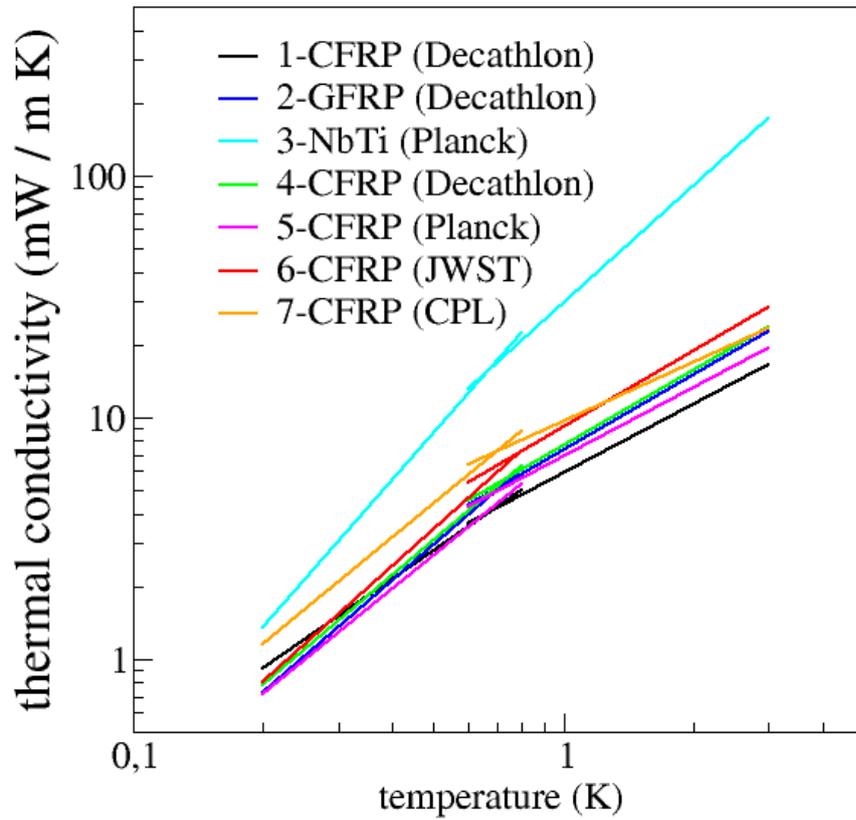


Figure A.15 – Résultats des mesures de conductivité thermique

A.5 Conclusion

Cette étude a porté sur la conduction thermique de différents matériaux candidats pour le support de masse à basse température. Les mesures ont été faites entre 200mK et 3K. Il ressort des résultats que le carbone-epoxy est un matériau ayant une conductivité thermique plus faible que les matériaux utilisés précédemment, tout en ayant une meilleure résistance mécanique.



Figure A.16 – *Photo du montage de l'expérience de conductivité. 2ème série d'échantillon*

Bibliographie

- [1] LTD12. Low temperature Detector Conference, volume 151. Springer, 2008. [6](#)
- [2] European Spatial Agency. Planck-the scientific programme. Blue book, ESA, 2005. [7](#)
- [3] NASA. Study of the experimental probe of inflationary cosmology - intermediate mission for nasa's einstein inflation probe. Technical report, NASA, Juin 2009. [8](#)
- [4] H. London, G. R. Clarke, and Eric Mendoza. Osmotic pressure of ^3he in liquid ^4he , with proposals for a refrigerator to work below 1k. Phys. Rev., 128(5) :1992–2005, Dec 1962. [11](#), [59](#)
- [5] Gunaranjan Chaudhry and J. Brisson. Thermodynamic properties of liquid ^3he - ^4he mixtures between 0.15 k and 1.8 k. Journal of Low Temperature Physics. [12](#), [18](#), [21](#), [83](#), [110](#)
- [6] O.V. Lounasmaa. Experimental principles and methods below 1 K. Academic Press, London, 1974. [12](#), [35](#)
- [7] R. De Bruyn Ouboter, K.W. Taconis, C. Le Pair, and J.J.M. Beenakker. Thermodynamic properties of liquid ^3he - ^4he mixtures derived from specific heat measurements between 0.4k and 2k over the complete concentration range. Physica, 26(11) :853 – 888, 1960. [16](#), [31](#), [33](#)
- [8] H. S. Sommers, W. E. Keller, and J. G. Dash. Heat of mixing of ^3he in ^4he . Phys. Rev., 92(6) :1345–1346, Dec 1953. [16](#)
- [9] Radebaugh. Technical note. Technical Report 32, US national bureau of standards, 1967. [16](#), [17](#), [19](#), [34](#), [59](#), [61](#), [62](#)
- [10] J.G.M. Kuerten, C.A.M. Castelijnns, A.T.A.M. de Waele, and H.M. Gijssman. Thermodynamic properties of liquid ^3he - ^4he mixtures at zero pressure for temperatures below 250 mk and ^3he concentrations below 8%. Cryogenics, 25(8) :419 – 443, 1985. [18](#), [21](#), [27](#)
- [11] C. Ebner and D.O. Edwards. The low temperature thermodynamic properties of superfluid solutions of ^3he in ^4he . Physics Reports, 2(2) :77, 1970. [18](#)

-
- [12] K. W. Taconis, N. H. Pennings, P. Das, and R. De Bruyn Ouboter. A ^4he - ^3he refrigerator through which ^4he is circulated. *Physica*, 56(1) :168 – 170, 1971. [18](#)
- [13] K.W. Taconis. Dilution refrigerators. *Physica B+C*, 109-110(Part 3) :1753 – 1763, 1982. 16th International Conference on Low Temperature Physics. [18](#)
- [14] J. Wilks. *The properties of liquid and solid Helium*. Clarendon press Oxford, 1967. [21](#), [64](#)
- [15] Burmistrov, Serguei N., and Takeo Satoh. Electrically driven ^4he -circulating dilution refrigerator for cooling aboard spacecraft. *Cryogenics*, 41(9) :637 – 647, 2001. [22](#)
- [16] Pat R. Roach and Ben P. M. Helvensteijn. Progress on a microgravity dilution refrigerator. *Cryogenics*, 39(12) :1015 – 1019, 1999. [22](#)
- [17] John B. Hendricks. *A helium-3/helium-4 dilution cryocooler for operation in zero gravity*. Alabama Cryogenic Engineering, Inc.; National Technical Information Service, distributor, Huntsville, AL : [Springfield, Va. :, 1988. [22](#), [56](#), [111](#)
- [18] Alain Benoit and Serge Pujol. A dilution refrigerator insensitive to gravity. *Physica B : Condensed Matter*, 169(1-4) :457 – 458, 1991. [22](#)
- [19] W. R. Abel, R. T. Johnson, J. C. Wheatley, and W. Zimmermann. Thermal conductivity of pure ^3he and of dilute solutions of ^3he in ^4he at low temperatures. *Phys. Rev. Lett.*, 18(18) :737–740, May 1967. [25](#)
- [20] A. Paragina. *Etude de la réfrigération par dilution d'hélium en cycle ouvert. Application un satellite d'observation submillimétrique*. PhD thesis, Université Joseph Fourier, CRTBT/CNRS, 3 Juillet 1997. [25](#), [91](#)
- [21] F.A. Staas, K. Weiss, and A.P. Severijns. Surface efficiency of various types of heat exchangers in an ^3he - ^4he dilution refrigerator. *Cryogenics*, 14(5) :253 – 263, 1974. [33](#)
- [22] Gerald L. Pollack. Kapitza resistance. *Rev. Mod. Phys.*, 41(1) :48–81, Jan 1969. [34](#)
- [23] F.A. Staas, A.P. Severijns, and H.C.M. Van der Waerden. A dilution refrigerator with superfluid injection. *Physics Letters A*, 53(4) :327 – 328, 1975. [55](#)
- [24] G. Frossati. OBTAINING ULTRALOW TEMPERATURES BY DILUTION OF ^3He INTO ^4He . *Journal de Physique Colloques*, 39(C6) :C6–1578–C6–1589, 1978. [55](#)
- [25] G. Van Der Heijden, A. G. M. Van Der Boog, and H. C. Kramers. Forces in the flow of liquid he ii : Iii. flow with v_n and v_n unequal zero. *Physica*, 77(3) :487 – 513, 1974. [56](#)
-

-
- [26] S. G. Sydoriak and T. R. Roberts. Vapor pressures of ^3He - ^4He mixtures. *Phys. Rev.*, 118(4) :901–912, May 1960. [58](#), [60](#)
- [27] Katsuhiko Narasaki, Shoji Tsunematsu, Kiyomi Ootsuka, Norihisa Watanabe, Toshio Matsumoto, Hiroshi Murakami, Takao Nakagawa, Hiroyuki Sugita, Masahide Murakami, and Hamakazu Awazu. Development of 1 k-class mechanical cooler for spica. *Cryogenics*, 44(6-8) :375 – 381, 2004. 2003 Space Cryogenics Workshop. [59](#), [115](#)
- [28] T. R. Roberts and B. K. Swartz. *Second Symposium on Liquid and Solid Helium Three*, page 158. Ohio State U.P., 1960. [59](#)
- [29] K. W. Taconis and R. De Bruyn Ouboter. Equilibrium properties of liquid and solid mixtures of helium three and four. In C. J. Gorter, editor, *Progress in Low Temperature Physics*, volume IV, chapter II, pages 38–96. North-Holland Publishing Company, 1964. [59](#), [83](#)
- [30] J. Donnelly Russell and F. Barenghi Carlo. The observed properties of liquid helium at the saturated vapor pressure. *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, 27(6) :1217–1274, 1998. [60](#), [61](#), [75](#)
- [31] R. Schmidt and H. Wiechert. Heat transport of helium ii in restricted geometries. *Zeitschrift für Physik B Condensed Matter*, 36(1) :1–12, 1979. [66](#)
- [32] M. H. W. Chan, K. I. Blum, S. Q. Murphy, G. K. S. Wong, and J. D. Reppy. Disorder and the superfluid transition in liquid ^4He . *Phys. Rev. Lett.*, 61(17) :1950–1953, Oct 1988. [66](#)
- [33] R. L. Rusby, B. Fellmuth, J. Engert, W. E. Fogle, E. D. Adams, L. Pitre, and M. Durieux. Realization of the ^3He melting pressure scale, plts-2000. *Journal of Low Temperature Physics*, 149 :156, 2007. [70](#)
- [34] S.W Van Sciver. *Helium Cryogenics*. Plenum Press, 1986. [75](#)
- [35] Toshimi Satoh, Takeo Satoh, T. Ohtsuka, and M. Okuyama. Adiabatic flow of superfluid he ii : I. thermohydrodynamic description with a new type mutual friction force. *Physica B+C*, 146(3) :379 – 397, 1987. [75](#)
- [36] Mineo Okuyama, Toshimi Satoh, and Takeo Satoh. Adiabatic flow of he ii : li motion of normal fluid component and vortices. *Physica B : Condensed Matter*, 154(1) :116 – 124, 1988. [75](#)
- [37] S.W. Van Sciver. *Helium II (Superfluid helium)*, chapter 10, pages 443–479. Francis & Taylor, 1998. [76](#)
- [38] H. London, D. Phillips, and G.P. Thomas. Proceedings of the 11th international conference on low temperature physics. In Allen, Finlayson, and Mc Gall, editors, *Proceedings of conference in Low temperature physics 11*, page 649, 1969. [108](#)
-

-
- [39] Eric Varoquaux. Etude des propriétés d'équilibre des solutions isotopiques de l'hélium à très basses températures. PhD thesis, Université Paris-Sud, 1971. [108](#)
- [40] Pierre-Jean Nacher and Eric Stoltz. Measurement of the ^4He chemical potential in phase-separated ^3He - ^4He liquid mixtures. Journal of Low Temperature Physics, 110 :281–286, 01 1998. [110](#)
- [41] S.W. Van Sciver, D.S. Holmes, X. Huang, and J.G. Weisend II. He ii flowmetering. Cryogenics, 31(2) :75 – 86, 1991. [113](#)
- [42] G. F. M. Wiegerinck, J. F. Burger, H. J. Holland, E. Hondebrink, H.J.M. ter Brake, and H. Rogalla. Cryocoolers 13, chapter Improvements in Sorption Compressor Design, pages 513–522. Springer US, 2005. [115](#)
- [43] C.M. Bradford and Takao Nakagawa. The future is bliss - sensitive far-ir spectroscopy on spica and safir. New Astronomy Reviews, 50(1-3) :221 – 227, 2006. First Light and Reionization : Theoretical Study and Experimental Detection of First Luminous Sources in the Universe. [116](#)
- [44] Frank Pobell. Matter and Methods at Low Temperatures. Springer Berlin Heidelberg, 3 edition, 2007. [123](#), [125](#), [127](#), [128](#)
- [45] I. E. Evseeva and S. A. Tanaeva. Thermophysical properties of epoxy composite materials at low temperatures. Cryogenics, 35(4) :277–279, April 1995. [126](#)
- [46] Kliment Hadjov. Tenseurs effectifs de conductivité thermique des composites à texture arbitraire/effective thermal conductivity tensors of composite materials with arbitrary texture. International Journal of Thermal Sciences, 42(4) :407–416, April 2003. [127](#)
- [47] B.M. Shaughnessy, P. Eccleston, K.J. Fereday, S.J. Canfer, H.U. Norgaard-Nielsen, and N.C. Jessen. Thermal conductivity measurement below 40k of the cfrp tubes for the mid-infrared instrument mounting struts. Cryogenics, 47(5-6) :348–352, 2007. [130](#)
-

Pour répondre aux questions que l'on se pose actuellement sur l'Univers plusieurs missions satellites sont en cours d'études. Un des pré requis de ces missions est de pouvoir refroidir les détecteurs ultra-sensibles à très basses températures $T < 0.1$ K.

Pour refroidir les détecteurs à cette température un réfrigérateur à dilution ${}^3\text{He}$ - ${}^4\text{He}$ en cycle ouvert a été mis au point pour le satellite PLANCK. Ce système consiste à diluer de l' ${}^3\text{He}$ dans de l' ${}^4\text{He}$, ce processus absorbe de la chaleur. Le cycle est dit ouvert car le mélange est ensuite rejeté dans l'espace. La durée de vie, la puissance frigorifique et la température du point froid sont alors limitées par la quantité d'hélium embarquée sur le satellite. La durée de vie des futures missions satellites, supérieur à 5 ans, impose que le réfrigérateur s'affranchisse de ces contraintes de stockage de l'hélium.

Dans cette thèse, nous avons travaillé sur un système de séparation des isotopes de l'hélium compatible avec les contraintes d'un satellite. Le réfrigérateur à dilution est alors en cycle fermé. Le point important de cette séparation est d'obtenir en sortie des composés assez pur pour que le processus de dilution fonctionne correctement. Nous décrivons comment l' ${}^3\text{He}$ est extrait du mélange par évaporation et l' ${}^4\text{He}$ par effet fontaine. Un prototype du réfrigérateur en cycle fermé a été construit. Les expériences menées sur ce prototype ont eu pour but de valider le concept de séparation d'isotopes, de définir les spécifications et d'améliorer les performances du réfrigérateur. La mesure de puissance frigorifique disponible au point froid satisfait les spécifications des futures missions satellites. Les expériences ont aussi montré les interactions entre les différentes parties du système : échangeur de chaleur, bouilleur, pompe à pression fontaine et les contraintes que cela impose à l'étage de prérefroidissement.

To answer actual questions about universe several satellite missions are under study. A critical point for these missions is to cool down sensitive detectors to an very cold temperature $T < 0.1$ K.

To cool down detector to such temperature an open cycle ${}^3\text{He}$ - ${}^4\text{He}$ dilution fridge has been build for Planck spacecraft. The idea is to dilute ${}^3\text{He}$ in ${}^4\text{He}$, this process absorbs heat. The cycle is said to be open because the mixture is rejected out of space. Lifetime, cooling power and coldest temperature is limited by the amount of helium on the satellite. Required lifetime of future satellites missions, greater than five years, set that the refrigerator has no constraint due to helium storage.

During this thesis, we have work on helium isotope separator consistent with spacecraft constraint. The dilution fridge is now a closed cycle. The important point of this separation is to get pure ${}^3\text{He}$ and pure ${}^4\text{He}$ for the system to run correctly. We describe how ${}^3\text{He}$ is extracted from the mixture by evaporation and ${}^4\text{He}$ with the fountain effect. A refrigerator prototype has been built. Experiments lead on the prototype aimed to validate the concept of the isotope separator, define requirements and improve performance. Cooling power at the cold finger measured is in agreement with requirement of future satellites missions. Experiments had also showed interactions between different parts of the fridge : heat exchanger, still, fountain pump and constraints on the precooling stage.

<http://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00458176/fr/>