HAL
open science

Déformations mécaniques de l'hydrogène solide pour la fabrication de cibles cryogéniques continues submillimétriques pour l'accélération laser-plasma

Sylvain Michaux

To cite this version:

Sylvain Michaux. Déformations mécaniques de l'hydrogène solide pour la fabrication de cibles cryogéniques continues submillimétriques pour l'accélération laser-plasma. Dynamique des Fluides [physics.flu-dyn]. Université Grenoble Alpes, 2019. Français. NNT : 2019GREAY010 . tel-02280969

HAL Id: tel-02280969

https://theses.hal.science/tel-02280969

Submitted on 6 Sep 2019

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.

Communauté UNIVERSITÉ Grenoble Alpes

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE LA COMMUNAUTE UNIVERSITE GRENOBLE ALPES

Spécialité : **Nanophysique**

Arrêté ministériel : 25 mai 2016

Présentée par

Sylvain Michaux

Thèse dirigée par **Nicolas LUCHIER, CEA Grenoble**
encadrée par **Denis CHATAIN, CEA Grenoble**

préparée au sein du **CEA/DRF/IRIG/SBT**
dans **l'École Doctorale de Physique**

Déformations mécaniques de l'hydrogène solide pour la fabrication de cibles cryogéniques continues subillimétriques pour l'accélération laser-plasma

Thèse soutenue publiquement le **04/03/2019**
devant le jury composé de :

Monsieur Thierry DUFFAR
Professeur, Université Grenoble-Alpes, Président

Monsieur Thierry AUBRY
Professeur, Université de Bretagne-Occidentale, Rapporteur

Monsieur Grégoire BONFAIT
Professeur, Universidade Nova de Lisboa, Rapporteur

Madame Roser VALLCORBA
Ingénieur chercheur, CEA Saclay, Membre

Déformations mécaniques de l'hydrogène solide pour la fabrication de cibles cryogéniques continues submillimétriques pour l'accélération laser-plasma

Thèse pour l'obtention du grade de Docteur de l'Université Grenoble-Alpes

Sylvain Michaux

4 mars 2019

Table des matières

Remerciements **v**

Nomenclature **vii**

Introduction **1**

1 Hydrogène et accélération laser-plasma **3**
1.1 L'hydrogène . . . 3
1.1.1 Généralités . . . 3
1.1.2 Ortho- et para-hydrogène . . . 3
1.1.3 Structure cristalline . . . 4
1.1.4 Propriétés thermodynamiques . . . 4
1.2 Généralités sur l'accélération laser-plasma . . . 4
1.2.1 La TNSA . . . 5
1.2.2 La RPA . . . 6
1.2.3 Les applications de l'accélération laser-plasma . . . 6
1.3 Les cibles d'hydrogène solide . . . 8
1.3.1 Les cibles du LMJ . . . 8
1.3.2 Les cibles du GANIL . . . 9
1.3.3 Les cibles de CHYMENE . . . 10
1.3.4 Les cibles du SLAC . . . 11
1.3.5 Les cibles d'ELISE . . . 12

2 Extrusion de cibles d'hydrogène solide **15**
2.1 Description du cryostat ELISE . . . 15
2.1.1 L'extrusion . . . 15
2.1.2 Le principe d'ELISE . . . 16
2.2 Les campagnes expérimentales . . . 19
2.2.1 Bilan des campagnes expérimentales . . . 20
2.3 Méthodes de caractérisation des cibles . . . 22
2.3.1 Mesure de l'épaisseur et de la stabilité des rubans . . . 22
2.3.2 Mesure de la vitesse d'extrusion . . . 24
2.4 Description des types de ruban réalisables . . . 26
2.4.1 Les rubans « bons » . . . 26
2.4.2 Les rubans « lents » . . . 27
2.4.3 Les rubans « rapides » . . . 29
2.5 Résultats de la caractérisation des cibles . . . 30
2.5.1 Résultats de la caractérisation en épaisseur et en stabilité . . . 30
2.5.2 Résultats de la caractérisation en vitesse . . . 33

3 APRYL : un rhéomètre pour l'hydrogène solide 35
3.1 Introduction à la rhéologie . . . 35
3.1.1 Contexte de l'étude . . . 35
3.1.2 Les déformations élémentaires théoriques . . . 37
3.1.3 La rhéologie phénoménologique . . . 41
3.1.4 La rhéologie en pratique . . . 46
3.2 Conception du rhéomètre . . . 46
3.2.1 Dimensionnement du cryostat . . . 46
3.2.2 Thermalisation de l'hydrogène solide dans la cellule . . . 52
3.2.3 Description de l'installation . . . 52
3.3 Caractérisation du système . . . 57
3.3.1 Caractérisation des capteurs . . . 58
3.3.2 Caractérisation de l'axe de transmission . . . 58
3.3.3 Vérification du fonctionnement thermique du cryostat . . . 60

4 Étude des déformations de l'hydrogène solide 63
4.1 Protocole et les premières observations . . . 63
4.1.1 Procédé expérimental . . . 63
4.1.2 Premiers résultats . . . 64
4.2 Étude des petites déformations . . . 66
4.2.1 Expérience à couple constant . . . 66
4.2.2 Expérience à angle oscillant . . . 70
4.3 Étude de l'écoulement . . . 75
4.3.1 Expérience à vitesse constante . . . 75
4.3.2 La loi d'écoulement de l'hydrogène solide . . . 79
4.3.3 Modélisation élémentaire de l'écoulement . . . 81
4.3.4 Intervalles d'applicabilité des résultats . . . 81
4.3.5 Comparaison avec la littérature scientifique . . . 82
4.4 Étude numérique de l'écoulement . . . 83
4.4.1 Implémentation de la viscosité . . . 83
4.4.2 Validation du modèle CFD pour l'hydrogène solide . . . 85
4.4.3 Modélisation d'une extrusion cylindrique . . . 86
4.4.4 Observation sur les résultats numériques . . . 91
4.5 Bilan de l'étude rhéologique . . . 94
4.5.1 Modélisation finale de l'hydrogène solide . . . 94
4.5.2 Approche CFD pour la modélisation de l'extrusion des rubans . . . 94
4.5.3 Extrapolation à l'extrusion de ruban de 10 micromètres . . . 95

Conclusion, perspectives et recommandations 97

A Algorithme de mesure de l'épaisseur des rubans 101

B Paramètres du modèle de fluage 103

C Mesures de l'écoulement de l'hydrogène solide 105

D Calcul de la hauteur d'hydrogène solide 109

E Calculs par éléments finis 111

Table des figures 115

Bibliographie 117

Remerciements

Le travail de thèse décrit dans ce manuscrit est le fruit d'un long et éprouvant projet personnel qui n'aurait pas pu voir le jour sans le soutien et la participation infaillible de nombreuses personnes, que je tiens à remercier ici.

Tout d'abord, merci à mon directeur de thèse et à mon encadrant, Nicolas Luchier et Denis Chatain, pour m'avoir formé et suivi pendant ces trois années. À leur contact, j'ai appris la plupart des enseignements de mon travail de thèse, dans des domaines aussi variés que l'excellence technique, la rigueur scientifique, l'humilité et la persévérance. Je ne mesure probablement pas encore la chance d'avoir été formé par des enseignants aussi brillants, c'est pourquoi je souhaite par ces lignes leur témoigner ma plus grande reconnaissance.

Je tiens également à remercier l'équipe technique et scientifique du SBT pour leur apport inestimable à mon travail, et pour m'avoir permis de développer, communiquer et appliquer mes résultats : Florian Bancel, Patrick Bonnay, Jérémy Ceszkowski, Pierre Dalban-Moreynas, David Garcia, Alain Girard, Thomas Goy, Frédérique Larizza, Jean-Marc Mathonnet, Bertrand Rollet. Merci à Lionel Duband et François Viargues pour m'avoir accueilli dans leur département/laboratoire, dans lequel j'ai été fort bien intégré et où j'ai pris grand plaisir à travailler. Merci également à l'équipe des « jeunes » pour l'ambiance des repas et les soirées plus ou moins constructives autour de (quelques) verres : Morgane, Diego, Camille, Alexandre, Diane, Sébastien, Christophe, Sabrina, Théophile, Jakub, Sandra, et Adrien pour les pancakes. Enfin, merci à tous les autres membres du département que j'ai pu côtoyer, et qui ont fait de cette thèse un si bon moment. Merci à l'équipe de ELIBeamline de Prague, sous la houlette de Daniele Margarone, pour la collaboration scientifique et humaine pendant les campagnes expérimentales.

Merci enfin à tous mes proches, famille ou amis, qui m'ont soutenu et encouragé pendant toutes mes années d'études. En particulier, merci à l'équipe des anciens doctorants du CEA pour leur soutien associatif, moral, musical, sportif et/ou zythologique : Mélanie, Christophe, Timotée, Mathieu, Simon, Meryem, Damien. Le meilleur pour la fin, merci tout particulièrement à Gabrielle pour son soutien moral et affectif, et sa présence inébranlable à mes côtés.

Et pour finir, merci à vous qui lisez le fruit de plus de trois années de travail. J'ai écrit tout ceci pour vous !

Bonne lecture,
Sylvain Michaux

Nomenclature

η	Viscosité, exprimée en pascal-seconde (Pa.s)
$\mathbf{f}_c$	Fréquence critique, exprimée en hertz (Hz).
γ	Déformation de cisaillement, sans unité.
$\dot{\gamma}$	Taux de cisaillement, exprimé en inverse de seconde (s^{-1}).
M	Couple, exprimé en newton-mètre (N.m)
N	Fréquence de rotation, exprimée en tour par minute ($tr.min^{-1}$).
Ω	Vitesse de rotation, exprimée en radian par seconde ($rad.s^{-1}$).
ω	Pulsation d'une fonction sinusoïdale, exprimée en radian par seconde ($rad.s^{-1}$).
σ	Contrainte réelle, exprimée en pascal (Pa).
σ_0	Contrainte seuil théorique dans les modèles de Bingham et Herschel-Bulkley, exprimée en pascal (Pa).
σ_1 **et** σ_2	Modèles établis au chapitre 4 pour encadrer le comportement de l'hydrogène solide.
σ_D	Contrainte seuil dynamique d'un écoulement, également contrainte seuil apparente pour un fluide de Herschel-Bulkley, exprimée en pascal (Pa).
σ_E	Contrainte maximum mesurée pendant un essai à vitesse de rotation constante ; il s'agit de la contrainte de passage du régime statique au régime d'écoulement, également appelée contrainte de recristallisation dynamique, exprimée en pascal (Pa).
σ_M	Contrainte minimale mesurée, c'est-à-dire à taux de déformation minimal (0,01 s^{-1}), exprimée en pascal (Pa). Voir le tableau sur la figure 4.1.
σ_R	Contrainte résiduelle à la fin d'un écoulement, exprimée en pascal (Pa). Voir le tableau sur la figure 4.1.
σ_S	Contrainte seuil statique d'écoulement, exprimée en pascal (Pa).
θ	Angle, exprimé en degré (°).
TPN	Température et Pression Normales : 273,15 K et 101 325 Pa.
v	Vitesse linéaire, exprimée en mètre par seconde ($m.s^{-1}$).

Introduction

Contexte de la thèse et problématique

Le Département des Systèmes Basses Températures (SBT, membre de l'IRIG, au CEA) a conçu en 2015 un cryostat, appelé ELISE, permettant de produire par extrusion des rubans d'hydrogène solide d'un millimètre de large et d'une centaine de micromètres d'épaisseur. Ces rubans sont ensuite utilisés comme cible dans les expériences d'accélération laser-plasma dans des centres dédiés. L'un des objectifs de la fabrication de ces cibles est de réduire autant que possible leur épaisseur ; avec les lasers actuels, l'épaisseur demandée par les physiciens est 10 micromètres ou moins. Malgré de nombreuses tentatives, aucun ruban aussi fin n'a pu être produit avec ELISE. Or, ce cryostat est un prototype très expérimental, son exploitation et son développement se basent donc sur des procédés très empiriques. Il est par conséquent très délicat d'expliquer pourquoi ELISE ne parvient à extruder des épaisseurs aussi faibles, ou même de prédire les conditions expérimentales qui le permettraient.

L'objectif de cette thèse est double :

1. poursuivre le développement technique du cryostat ELISE pour améliorer la fabrication des cibles ;
2. étudier la déformation de l'hydrogène solide, afin de proposer une loi de comportement de ce matériau. On pourrait ainsi prédire les conditions de production de rubans de 10 micromètres d'épaisseur.

Axes d'étude du sujet

1. Améliorations du prototype

a) Caractériser précisément les cibles produites

La caractérisation géométrique des cibles a été dès le début un critère de qualité fondamental dans l'extrusion des rubans. Plusieurs solutions ont été envisagées et le dispositif de caractérisation a été amélioré.

b) Tester le cryostat sur différentes installations lasers

Le cryostat ELISE fonctionne très bien en laboratoire, mais il faut encore s'assurer qu'il est compatible avec sa fonction première : produire des cibles *in situ* pour l'étude de l'accélération laser-plasma. À cette fin, quatre campagnes expérimentales ont été menées entre 2015 et 2018, permettant d'avoir des retours sur le fonctionnement d'ELISE et déclenchant des améliorations techniques successives.

2. Développement scientifique

Les travaux précédant cette thèse ont consisté à tenter de modéliser la vitesse d'écoulement du ruban d'hydrogène solide lors de son extrusion, mais ces simulations correspondaient assez

mal aux mesures. Pour cause, les connaissances sur le comportement de l'hydrogène solide étaient très limitées. L'hydrogène se comporte-t-il comme un solide ou comme un fluide non-newtonien ? Glisse-t-il sur les parois ou bien adhère-t-il ? Les lois usuelles décrivant les grandes déformations correspondent-elles à l'écoulement de l'hydrogène solide ? Ce questionnement n'a pu être résolu qu'en concevant un cryostat de caractérisation des déformations de l'hydrogène solide, appelé APRYL. Le travail de conception de cette machine, les mesures réalisées et la modélisation qui en a découlée constituent l'essentiel des travaux présentés dans cet ouvrage. Le travail lié à au dessin des plans et au suivi de fabrication de la machine ne sont pas mentionnés par souci de concision, bien qu'il ait été grand consommateur de temps et d'énergie au cours de la thèse.

Organisation du manuscrit

Cet ouvrage suit le plan suivant :

1. contexte de la thèse : l'hydrogène et l'usage des cibles pour l'étude de l'accélération laser-plasma ;
2. présentation d'ELISE, le prototype fabricant lesdites cibles, et des diverses campagnes expérimentales menées ;
3. description complète du rhéomètre cryogénique APRYL, de son dimensionnement physique à sa description organe par organe ;
4. étude des déformations mécaniques de l'hydrogène solide, établissement d'une loi de comportement et exploitation du modèle par simulations numériques.

Une conclusion résumera les principaux résultats de la thèse et proposera plusieurs pistes de développement pour de futurs travaux.

Chapitre 1

Hydrogène et accélération laser-plasma

1.1 L'hydrogène

1.1.1 Généralités

L'hydrogène (symbole chimique « H ») est l'élément le plus léger et le plus abondant dans l'univers : il en représente 75 % en masse et 92 % en nombre d'atomes. Il est essentiellement présent sous forme H^+ dans les nuages de plasma interstellaires ; sur Terre en revanche, on le trouve majoritairement sous sa forme H_2, appelée dihydrogène. L'atome d'hydrogène possède cinq isotopes :

1. L'hydrogène léger, également appelé protium, dont le noyau est constitué d'un unique proton et qui représente 99,99 % des atomes d'hydrogène sur Terre.
2. Le deutérium, dont le noyau est composé d'un proton et d'un neutron et représente environ 0,01 % de l'isotope sur Terre.
3. Le tritium, qui est instable et dont le noyau possède un proton et deux neutrons ; sa demi-vie est de 12,32 ans.
4. Le quadrium, instable lui aussi avec un proton et trois neutrons ; sa demi-vie est de l'ordre de 10^{-22} secondes.
5. L'hydrogène 7, avec un proton et six neutrons, et une demi-vie de l'ordre de 10^{-21} secondes.

L'appellation « hydrogène » est un abus de langage qui sera utilisé tout au long de cet ouvrage pour mentionner la molécule de diprotium H_2, sauf mention contraire explicite. Dans les conditions normales de pression et température (TPN), l'hydrogène est un gaz incolore, inodore et extrêmement volatile. L'hydrogène pur est ininflammable, mais il devient explosif dans les proportions [4 % – 76 %] avec l'air.

1.1.2 Ortho- et para-hydrogène

Selon l'orientation des spins des atomes d'hydrogène, les propriétés de la molécule peuvent varier drastiquement. Lorsque les spins sont orientés dans le même sens, on parle d'ortho-hydrogène ; dans le sens opposé, de para-hydrogène. Tout volume d'hydrogène est caractérisé par le ratio d'ortho- et de para-hydrogène qui le compose, ratio qui dépend – à l'équilibre – uniquement de la température. À la température ambiante, un volume d'hydrogène est composé de 25 % de para-hydrogène et de 75 % d'ortho-hydrogène ; ce rapport augmente en faveur du para-hydrogène lorsque la température diminue. L'auto-conversion de l'ortho-hydrogène en para-hydrogène est exothermique et extrêmement lente : pour avoir un ordre de grandeur temporel, le demi-temps de conversion à 77 K est supérieur à un an [1]. De fait, cette conversion n'impacte

pas l'expérience d'extrusion de l'hydrogène solide présentée dans ce manuscrit, même pendant des extrusions de plusieurs heures et on considérera que l'hydrogène utilisé est en composition normale.

1.1.3 Structure cristalline

Les études de déformation menées dans cet ouvrage ne s'attachent qu'aux propriétés phénoménologiques de l'hydrogène solide, la structure microscopique n'est donc pas d'une importance principale. On peut néanmoins préciser que l'hydrogène peut cristalliser selon une structure hexagonale compacte (hcp) ou bien cubique-faces-centrées (fcc) selon la température et son procédé de formation, depuis une phase liquide ou gazeuse. La nature du cristal et des transitions qui s'y opèrent a pendant longtemps été un sujet de désaccord parmi les spécialistes ; à des températures proches du point de fusion (l'intervalle concerné par ce manuscrit), il est reconnu que c'est la structure hcp qui est de mise [2].

1.1.4 Propriétés thermodynamiques

Le point triple de l'hydrogène se situe à 13,8 kelvins et 70 millibars, c'est pourquoi il est nécessaire d'atteindre des températures cryogéniques pour pouvoir stocker de l'hydrogène sous forme condensée. On peut ainsi augmenter sa densité d'un facteur 1000 par rapport aux conditions TPN, ce qui présente un grand avantage dans son utilisation comme cible pour l'interaction laser-matière. Le diagramme 1.1 représente le diagramme de phases de l'hydrogène.

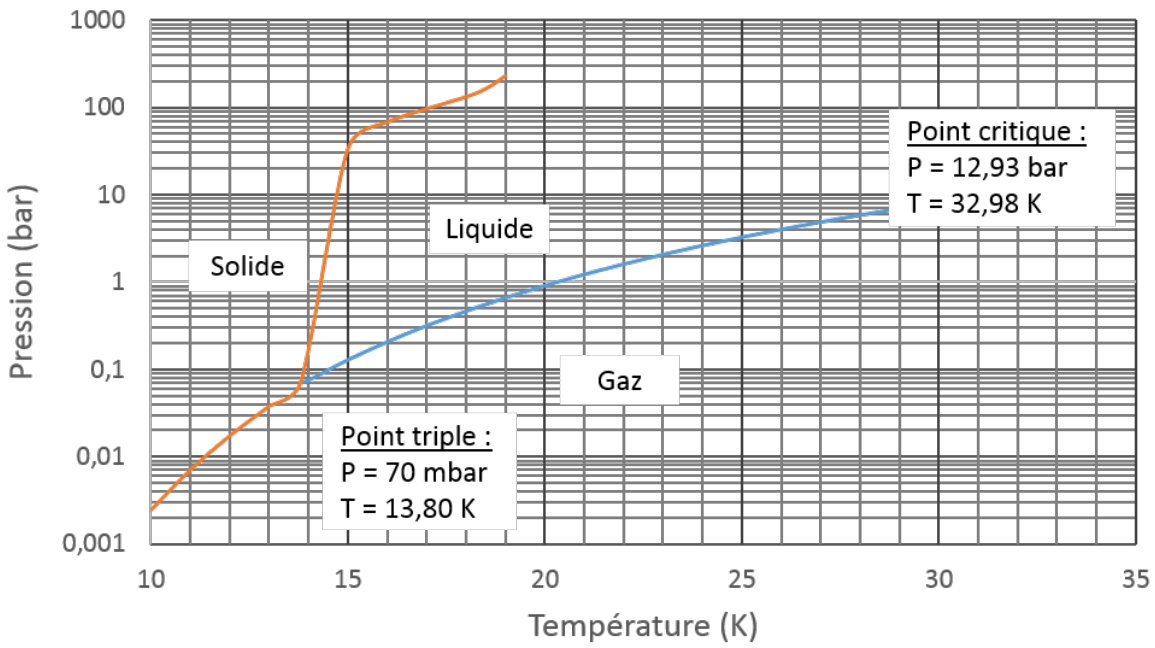


FIGURE 1.1: Diagramme de phases de l'hydrogène. L'état solide peut être atteint par de très hautes pressions (de l'ordre de la centaine de GPa) ou par les températures très basses (inférieures à 15 K) ; ce manuscrit se concentre sur la seconde méthode.

1.2 Généralités sur l'accélération laser-plasma

L'augmentation drastique de la puissance des lasers depuis les années 80 (grâce à la technique du « Chirped Pulse Amplification » développée par Gérard Mouroux et Donna Strickland, codétenteurs du prix Nobel de physique 2018) a ouvert un nouveau champ d'études : l'accélération

laser-plasma, qui permet entre autres d'accélérer des ions avec une énergie très importante [3]. L'idée consiste à tirer avec un laser sur une cible d'épaisseur micronique pour l'ioniser et générer un faisceau de particules (électrons, protons, neutrons, ions lourds, ...) accompagné d'un rayonnement X et/ou gamma. Une vue d'artiste de ce phénomène est présentée sur la figure 1.2.

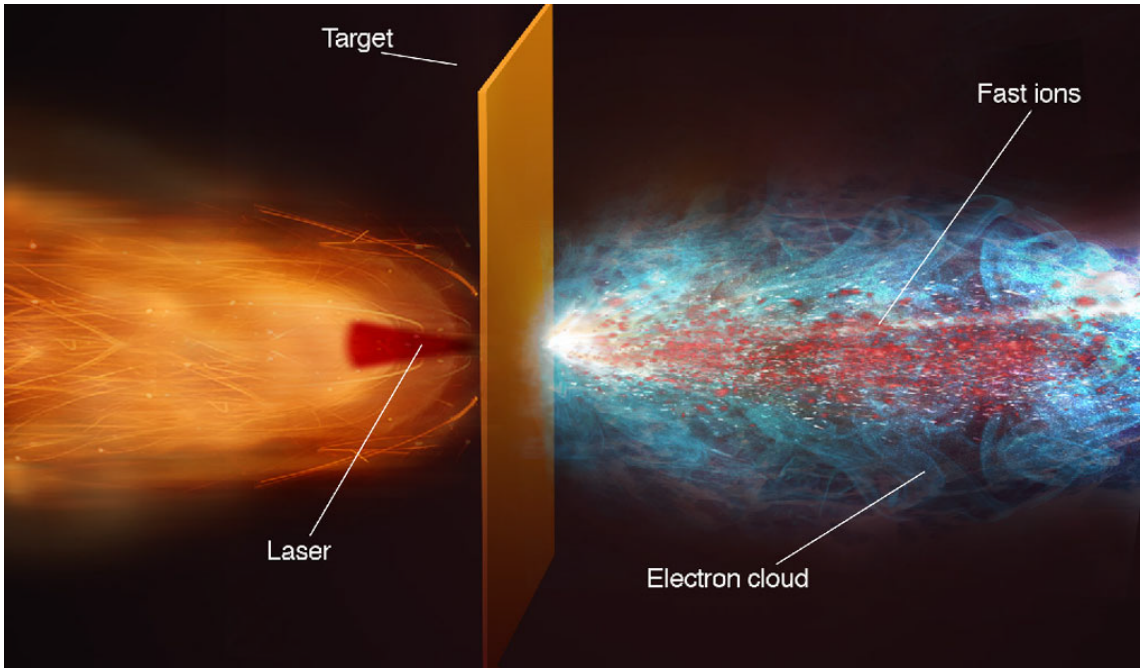


FIGURE 1.2: Représentation artistique de l'accélération laser-plasma [4].

Dans un accélérateur de particules classique, des ondes radio-fréquences sont produites par des cavités pour accélérer des particules chargées, mais les phénomènes de claquage au sein des cavités limitent le champ d'accélération à quelques dizaines de mégavolts par mètre. Dans un milieu ionisé comme les plasmas, ces phénomènes de claquage n'existent pas et il est donc possible de créer des champs d'accélérations de plusieurs centaines de gigavolts par mètre. L'encombrement est grandement diminué et un accélérateur classique de quelques kilomètres de long peut être remplacé par une machine de la taille d'une pièce de laboratoire [5, 6]. L'énergie maximum de ces particules est directement liée à l'énergie du laser incident générant ce plasma. Actuellement, les lasers ne permettent pas d'accélérer de particules à des niveaux aussi énergétiques que ceux obtenus dans les grands accélérateurs classiques, mais cela pourrait changer d'ici quelques années tant les progrès dans ce domaine sont rapides.

Plusieurs phénomènes d'accélération sont envisageables selon la géométrie des cibles et les caractéristiques des lasers. [4] et [7] proposent des revues de ces mécanismes, parmi lesquels on mentionnera particulièrement la TNSA (Target Normal Sheath Acceleration) et la RPA (Radiative Pressure Acceleration). La TNSA est le phénomène principalement étudié dans les campagnes expérimentales menées avec ELISE. Cependant, avec les rubans de 100 et 75 micromètres produits, on peut également observer un effet de la RPA.

1.2.1 La TNSA

La TNSA permet d'expliquer l'accélération des particules à partir de la face arrière de la cible. L'ionisation due au laser éjecte un nuage d'électrons derrière la cible ; la présence de ce nuage fortement chargé négativement face à la surface de la cible chargée positivement crée un champ électrique intense qui arrache les ions de la cibles à la suite des électrons. La figure 1.3 représente ce mécanisme.

L'énergie des particules accélérées dépend des paramètres du laser – notamment sa puissance,

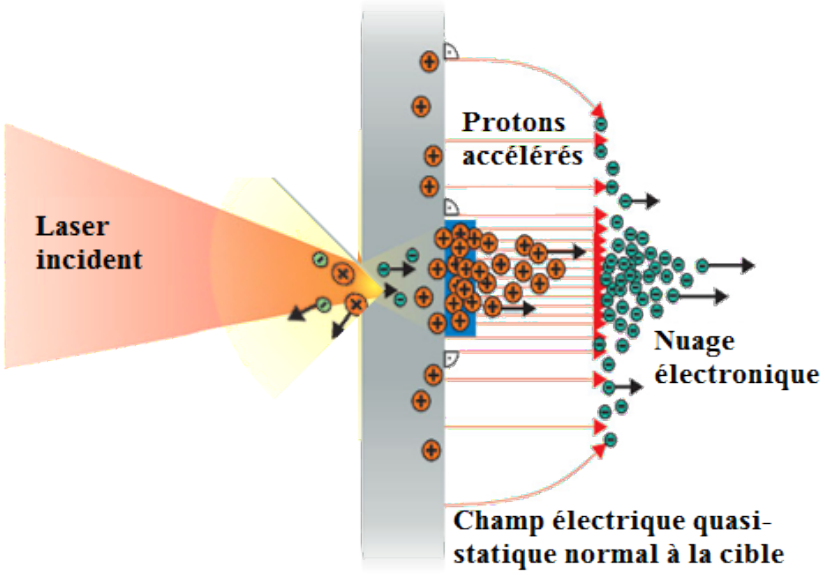


FIGURE 1.3: Principe de l'accélération de protons par TNSA (d'après [8]).

son intensité et la durée de l'impulsion – et des propriétés de la cible – comme son épaisseur et sa densité.

1.2.2 La RPA

La RPA est un mécanisme se produisant sur la face avant de la cible. La pression radiative intense du laser incident pousse la matière de la cible en avant, augmentant drastiquement la densité du matériau et courbant la géométrie de la cible. Ce phénomène est généralement appelé « hole boring », bien que des appellations différentes telles que « sweeping acceleration » ou « laser piston » aient été employées. Les ions de la zone de haute densité vont alors pousser les ions du plasma et leur transmettre leur accélération. Si la cible est suffisamment fine pour que l'ensemble des ions soit accéléré durant l'impulsion du laser, on passe dans un autre régime appelé « light sail » [4, 7]. Dans ce régime, le laser continue d'accélérer les ions durant toute la durée de son impulsion. La notion de « finesse » de la cible dépend donc de la durée de l'impulsion du laser (généralement de l'ordre de la pico- ou femtoseconde).

1.2.3 Les applications de l'accélération laser-plasma

De nombreuses applications sont apparues depuis la découverte du phénomène d'accélération laser-plasma ; en voici quelques exemples :

Le Laser Méga-Joule

Le Laser Méga-Joule (ou LMJ) est un programme français initié dans les années 90 dans le cadre de la dissuasion nucléaire. L'objectif est de réaliser une fusion par confinement inertiel, c'est-à-dire d'amorcer une réaction auto-entretenue de fusion dans un plasma de deutérium-tritium. Les 200 lasers utilisés créent une impulsion de puissance modérée (10^{16} $W.cm^{-2}$) et de longue durée (quelques nanosecondes). Ces lasers sont considérés comme de forte énergie, mais de puissance relativement faible. La figure 1.4 représente l'expérience réalisée avec le Laser Méga-Joule. La géométrie sphérique de la cible et la répartition des lasers sur toute sa surface provoquent l'ionisation de sa couche externe ; la détente de cette région provoque une forte compression du cœur de la cible qui voit ainsi sa température, sa pression et sa densité augmenter à des niveaux équivalents à ceux observés dans les étoiles et dans les explosions nucléaires. La

section consacrée aux cibles d'hydrogène solide donnent quelques détails supplémentaires sur ces cibles.

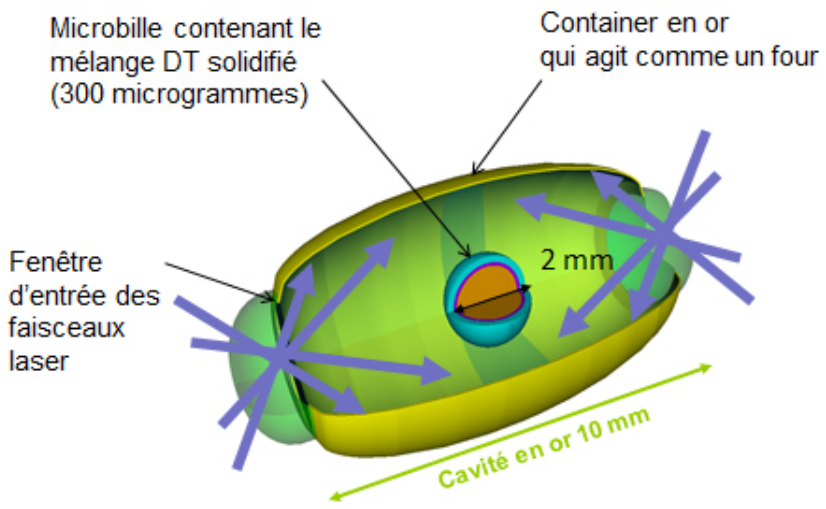


FIGURE 1.4: Expérience principale du Laser Méga-Joule (source : intranet du CEA)©.

La génération de rayon X et γ

L'accélération laser-plasma permet de produire des sources secondaires de rayonnement gamma de l'ordre de la dizaine de MeV, permettant d'inspecter la matière dense de façon non-destructive et à haute résolution [9]. La taille des sources générées est en effet de l'ordre de 50 micromètres, soit huit fois plus petite que les sources existantes. Des sources X ultra-brèves – quelques dizaines de femtosecondes – peuvent également être produites avec ce procédé, ce qui permet l'étude dynamique de la matière avec un échantillonnage temporel très élevé.

La protonthérapie

L'application la plus inspirante est l'utilisation de l'accélération laser-plasma à des fins médicales, en l'occurrence pour le développement de la protonthérapie. Il s'agit d'une technique similaire à la radiothérapie visant à détruire les cellules cancéreuses en les bombardant d'un faisceau de protons.

En radiothérapie classique, les cellules sont irradiées directement avec des faisceaux de photons qui ont le principal défaut de délivrer leur énergie dès les premiers millimètres de pénétration des tissus ; des tumeurs secondaires sont alors créées autour de la zone cancéreuse, tumeurs qui devront être détruites à leur tour dans la suite du traitement. Cet effet est atténué en concentrant plusieurs faisceaux lasers de puissance plus basse avec des angles différents pour épargner au maximum les zones saines, mais le problème subsiste et est particulièrement important lors du traitement de zones très sensibles, comme le cerveau ou l'œil. Les protons, en revanche, délivrent leur énergie essentiellement sur les derniers millimètres de leur parcours, ce qui permet d'épargner les zones saines. Ce phénomène correspond au pic de Bragg (voir figure 1.5).

Cette technique nécessite des protons accélérés sous environ 200 MeV. Des centres munis d'accélérateurs de particules (à Nice et à Orsay en France) utilisent déjà cette technique pour traiter certains cancers, notamment celui de l'œil. Cependant, ces installations sont extrêmement coûteuses et complexes, et à construire, et à entretenir. L'utilisation du phénomène d'accélération laser-plasma, lorsqu'il sera suffisamment maîtrisé pour produire des faisceaux de protons à 200 MeV, pourrait réduire considérablement les coûts de cette technique et permettre d'installer des accélérateurs à l'intérieur des hôpitaux, et donc de faciliter l'accès au traitement par protonthérapie [10].

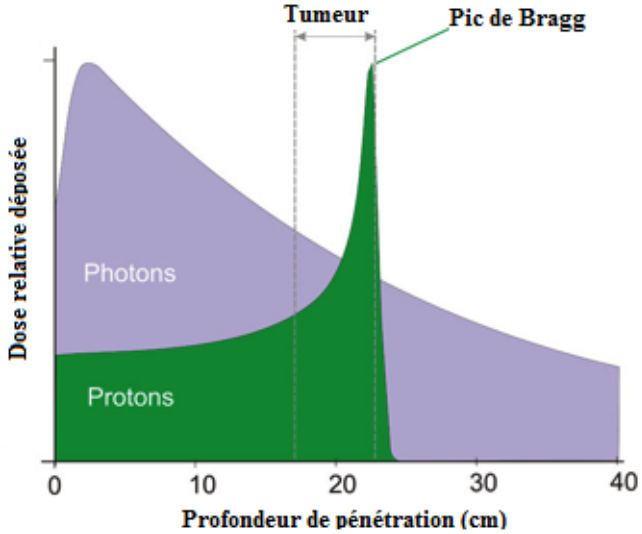


FIGURE 1.5: Comparaison de la pénétration des photons et des protons dans la peau [@http ://www.p-cure.com/]. La longueur de pénétration dépend du milieu de propagation et de l'énergie des protons.

L'étude [11] montre qu'avec les lasers actuels, des cibles de quelques micromètres sont nécessaires pour atteindre les énergies suffisantes à la protonthérapie. L'accélération des protons à 58 MeV [12], obtenus en accélérant des contaminants en face arrière de la cible, permet de prédire les résultats que l'on pourrait produire avec des cibles d'hydrogène pur : les protons accélérés seront beaucoup plus nombreux, ce qui est un autre facteur déterminant dans l'utilisation médicale de cette technique. Plusieurs articles (par exemple : [11–13]) s'accordent sur le fait que l'accélération des protons est proportionnelle à la puissance du laser et inversement proportionnelle à l'épaisseur de la cible et au rapport A/Z – A étant le nombre de nucléons et Z le nombre de protons de l'élément irradié. Avec la puissance des lasers actuels, des cibles d'hydrogène solide de quelques micromètres d'épaisseur semblent être les parfaites candidates à la protonthérapie par accélération laser-plasma. De plus, si la cible utilisée n'est pas constituée purement de protons, les autres éléments accélérés par l'interaction laser-matière créeront plusieurs pics de Bragg secondaires en aval de la zone visée, endommageant ainsi des cellules saines. La pureté du faisceau doit donc être soigneusement contrôlée en amont du patient à l'aide d'un dispositif de sélection d'énergies, comme un quadripole magnétique par exemple.

C'est dans cette optique de production de cibles pures que s'est inscrite la conception de l'extrudeuse ELISE au sein du SBT, associée à la thèse de Stéphane Garcia [14]. Ce dispositif et les expérimentations associées sont présentés plus en détail au chapitre 2.

1.3 Les cibles d'hydrogène solide

Cette section présente un bref état de l'art de la fabrication des cibles constituées d'hydrogène solide. Pour une liste plus détaillée et plus exhaustive comprenant notamment les cibles liquides et gazeuses, le lecteur pourra se reporter à l'article [15].

1.3.1 Les cibles du LMJ

Les cibles dédiées au Laser Méga-Joule sont des sphères de plastique de 2 millimètres de diamètre et de quelques micromètres d'épaisseur. Ces sphères contiennent un mélange de deutérium et de tritium (deux isotopes de l'hydrogène) refroidi à très basse température. Ainsi, une couche de solide d'une centaine de micromètres d'épaisseur recouvre la surface intérieure de la

sphère, tandis que le centre est à l'état gazeux.

Deux méthodes sont envisagées pour remplir ces cibles :

La méthode par perméation consiste à placer la sphère de plastique vide dans un environnement de deutérium et tritium gazeux. En augmentant progressivement la pression jusqu'à un millier d'atmosphères, on peut faire pénétrer le gaz dans la sphère par perméation du plastique. Une fois que la cible est pleine, elle est refroidie sous le point triple ; la pression et la température diminuent et le mélange deutérium-tritium se solidifie sur les parois de la sphère, tandis que le cœur reste à l'état gazeux, par équilibre thermodynamique. Une fois froid, le plastique devient étanche et la cible peut être emmenée jusqu'à la salle de tir laser dans un cryostat mobile qui la maintient à sa température cryogénique. Cette méthode, aussi élégante soit-elle, est extrêmement délicate et très longue à mettre en œuvre.

La méthode par remplissage direct est plus intuitive : elle consiste à connecter un capillaire à la cible sphérique pour la remplir directement de gaz, tout en la refroidissant petit-à-petit pour condenser le gaz sur la paroi. Le principal défaut de cette méthode est que le collage du capillaire sur la cible en dégrade la sphéricité ; selon son importance, cette dissymétrie peut altérer significativement l'expérience de fusion par confinement inertiel. La photo 1.6 montre une cible remplie par cette méthode.

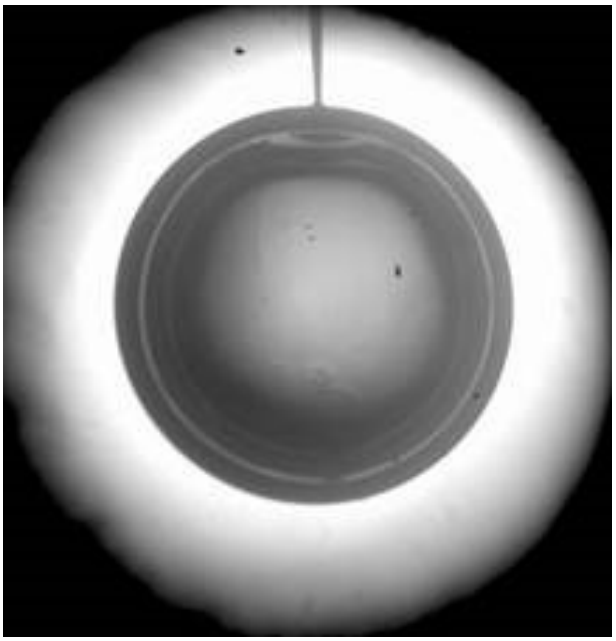


FIGURE 1.6: Ombrographie d'une cible cryogénique du LMJ. On peut voir en haut de l'image le capillaire d'alimentation (source : communication interne).

1.3.2 Les cibles du GANIL

Le GANIL (Grand Accélérateur Nationale d'Ions Lourds) a développé entre 2004 et 2006 un prototype pour fabriquer des cibles d'hydrogène visant à étudier la diffusion élastique à des énergies inférieures à 10 MeV/nucléon [16]. Ces cibles ont une épaisseur comprise entre 1 et 5 millimètres et sont contenues entre des double-parois en mylar de 6 micromètres d'épaisseur (voir la figure 1.7). Le système est refroidi par une circulation d'hélium liquide à l'intérieur des parois. L'hydrogène est introduit par la partie supérieure et refroidi jusqu'à solidification. Une fois la cible formée, la circulation d'hélium est coupée et l'intérieur des parois est maintenu sous vide.

Les deux principaux défauts de ce système sont les suivants :

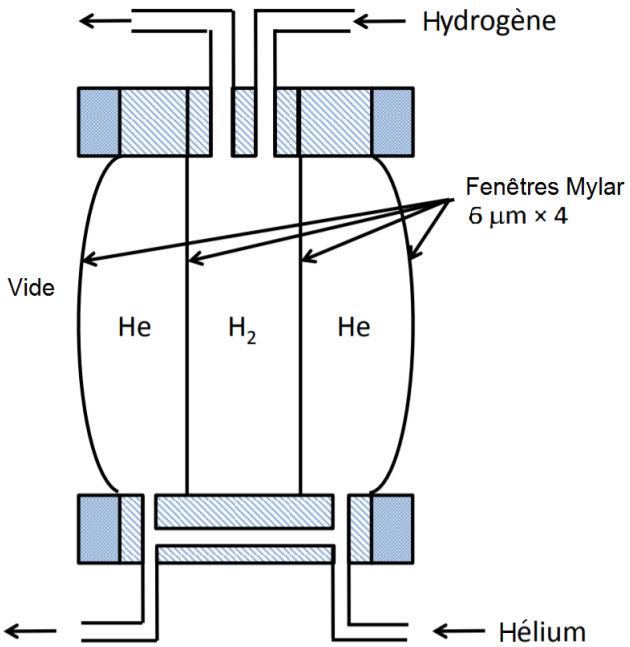


FIGURE 1.7: Principe de formation des cibles minces d'hydrogène solide du GANIL [16].

— La présence des quatre fenêtres de mylar altèrent les mesures effectuées ; il est nécessaire d'effectuer des expériences en amont pour quantifier le bruit et le soustraire aux résultats.

— L'épaisseur des cibles ne permet pas de faire de la physique de diffusion à haute énergie, et le prototype ne permet pas de réduire la taille des cibles en-dessous du millimètre d'épaisseur sans modifier drastiquement toute la structure du cryostat. Le champ d'application de ce genre de cible est par conséquent limité.

1.3.3 Les cibles de CHYMENE

Le projet CHyMENE (Cible d'Hydrogène Mince pour l'Etude des Noyaux Exotiques) initié par l'IRFU (CEA) a mené à la création de cibles d'hydrogène solide pure – donc sans fenêtre, ni support – sous la forme de rubans. L'objectif du projet est de créer des cibles d'épaisseur inférieure à 50 micromètres. Ce ruban d'hydrogène est réalisé grâce à une technique d'extrusion mise au point par le laboratoire russe PELIN [17]. L'extrusion est basée sur le principe d'une force mécanique qui compresse un solide afin de le contraindre à s'écouler par un orifice qui le met en forme. Dans le cas de CHyMENE, il s'agit d'un système de vis sans fin qui vient comprimer un réservoir d'hydrogène solide pour l'extruder à travers une buse calibrée (voir la figure 1.8).

Cette technique permet d'obtenir des rubans dont l'épaisseur est de l'ordre de 50 micromètres d'épaisseur et de 10 millimètres de large, le tout parfaitement reproductible [18]. Ces rubans présentent l'avantage d'être des cibles continues s'écoulant à une vitesse de l'ordre de 5 millimètres par seconde, ce qui ouvre la voie à des tirs à haute fréquence. CHyMENE présente cependant deux inconvénients majeurs :

— La compression de la glace via un système de vis sans fin produit des effets de torsion (appelé *twist* dans leur travaux) dans le solide, ce qui se traduit notamment par une courbure du ruban à la sortie de la buse.

— La pression applicable sur le solide dépend du moteur entrainant la vis, mais aussi de l'adhérence du solide sur le filet de la vis. Or, plus l'épaisseur de la buse se réduit, plus la pression nécessaire augmente, ce qui engendre des problèmes techniques conséquents. En effet, il faut préciser qu'à la température à laquelle l'hydrogène est solide (inférieure

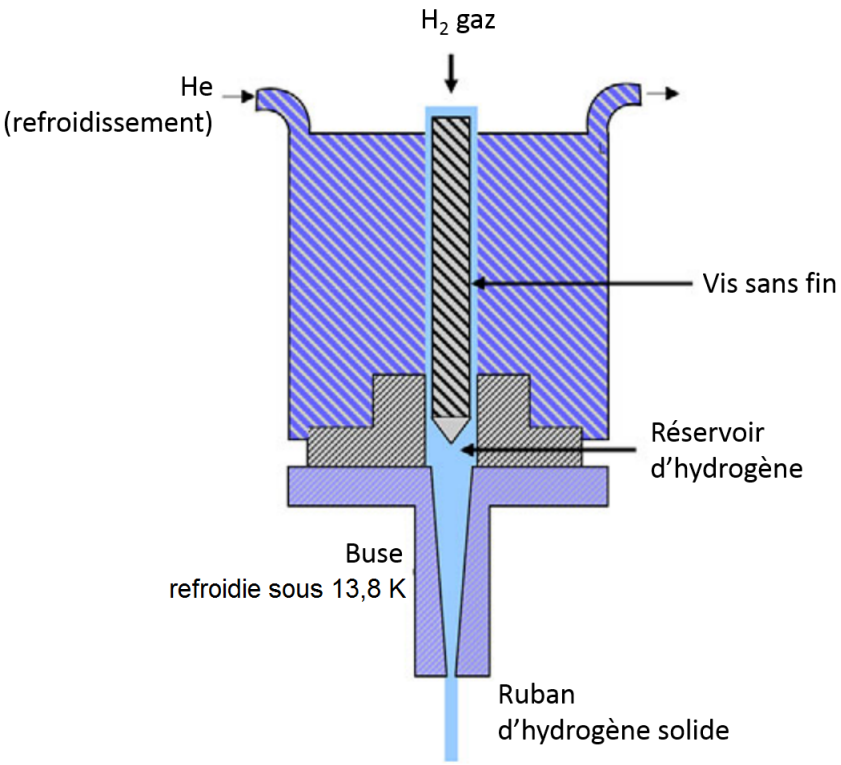


FIGURE 1.8: Principe d'extrusion de cibles d'hydrogène solide du projet CHyMENE [18].

à 13,8 kelvins au point triple), les actionneurs mécaniques sont difficilement utilisables et contrôlables.

1.3.4 Les cibles du SLAC

Le SLAC (Stanford Linear Accelerator Center) National Accelerator Laboratory a développé en 2016 un nouveau type de générateur de cible, le Cryogenic Hydrogen Jet [19]. Cet appareil n'utilise pas d'hydrogène solide directement, mais de l'hydrogène liquide, qu'il fait passer à grande vitesse (de l'ordre de 100 m/s) à travers une buse de la géométrie souhaitée. En passant de l'intérieur du cryostat à la chambre à vide, l'hydrogène liquide s'évapore, ce qui diminue sa température et solidifie le jet. Avec cette technique, le SLAC est parvenu à obtenir des cibles cylindriques de 1 à 10 micromètres de diamètre extérieur et des cibles planaires de 20 micromètres de largeur et 2 micromètres d'épaisseur. La photo 1.9 montre une de ces cibles cylindriques.

Le principal désavantage de cette méthode vient de la vitesse à laquelle l'hydrogène liquide est envoyé par la buse dans la chambre à vide ; pour maintenir un bon niveau de vide dans la chambre expérimentale, il faut soit disposer d'un système de pompage très performant, soit se cantonner à des cibles d'une taille très faible. Si avoir une épaisseur faible est précisément un point positif, avoir une largeur faible entraîne des difficultés à viser la cible avec le laser, ainsi que des problèmes de stabilité, qui sont les deux principaux inconvénients de ce système [communication interne].

Ce système fonctionne néanmoins très bien et plusieurs publications ont été réalisées (par exemple : [20]). Au jour de rédaction de ces lignes, des expériences utilisant cet appareil sont toujours en cours.

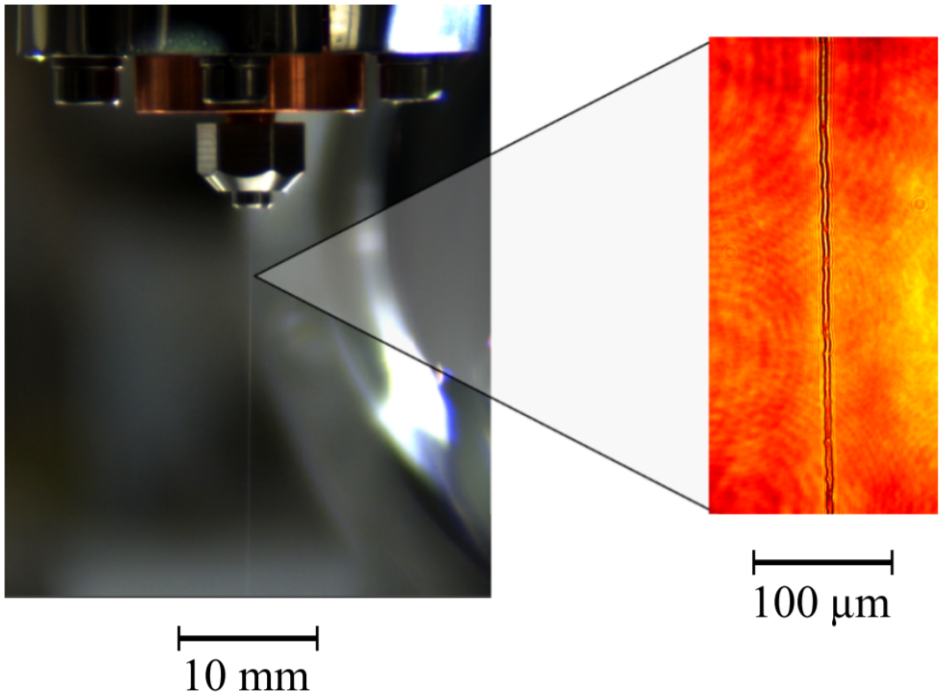


FIGURE 1.9: Les cibles micrométriques du Cryogenic Hydrogen Jet [19].

1.3.5 Les cibles d'ELISE

L'extrusion continue des cibles d'hydrogène solide présentant de nombreux avantages par rapport aux autres méthodes mentionnées ci-dessus, le Département des Systèmes Basses Températures (SBT) du CEA Grenoble a démarré un projet basé sur une nouvelle méthode d'extrusion qui a fait l'objet d'un brevet en 2014 [1]. Ce projet, appelé SOPHIE (acronyme de SOlid Phase Hydrogen fIlm Extruder), a permis de prouver la faisabilité de la méthode.

L'idée novatrice de SOPHIE consiste à se passer d'actionneur mécanique et à utiliser les propriétés thermodynamiques intrinsèques de l'hydrogène pour créer une pression d'extrusion. Le principe consiste à faire évaporer de l'hydrogène solide dans un volume fermé pour créer une haute pression ; cette technique sera expliquée en détails dans le chapitre 2. Cet appareil permet de produire des rubans de 1 millimètre de largeur et 50 à 100 micromètres d'épaisseur.

SOPHIE possède donc les avantages de CHyMENE, tout en comblant plusieurs défauts :

— Aucune pièce mécanique mobile n'intervient dans le processus, ce qui réduit grandement la difficulté de mise en œuvre et de maintenance.

— L'absence de vis retire l'effet de torsion qui dégradait la qualité du ruban.

Le cryostat SOPHIE était un prototype purement expérimental, son objectif étant uniquement de montrer la viabilité de cette technique. Le SBT a ensuite développé le cryostat ELISE fonctionnant exactement sur le même principe que SOPHIE, mais qui était cette fois-ci adaptable sur une chambre laser. Plusieurs campagnes expérimentales ont été menées avec ELISE : à PALS (Prague, République Tchèque), au LULI (Palaiseau, France) et à deux reprises au RAL (Oxford, Royaume-Unis) entre 2015 et 2018. Chaque campagne fut riche en retours techniques et permit d'améliorer considérablement le prototype d'extrusion, ainsi que de produire quelques articles scientifiques (par exemple : [21]). L'image 1.10 montre l'ombrographie d'un tir sur un ruban d'ELISE en octobre 2018.

1. brevet №BD13367SG

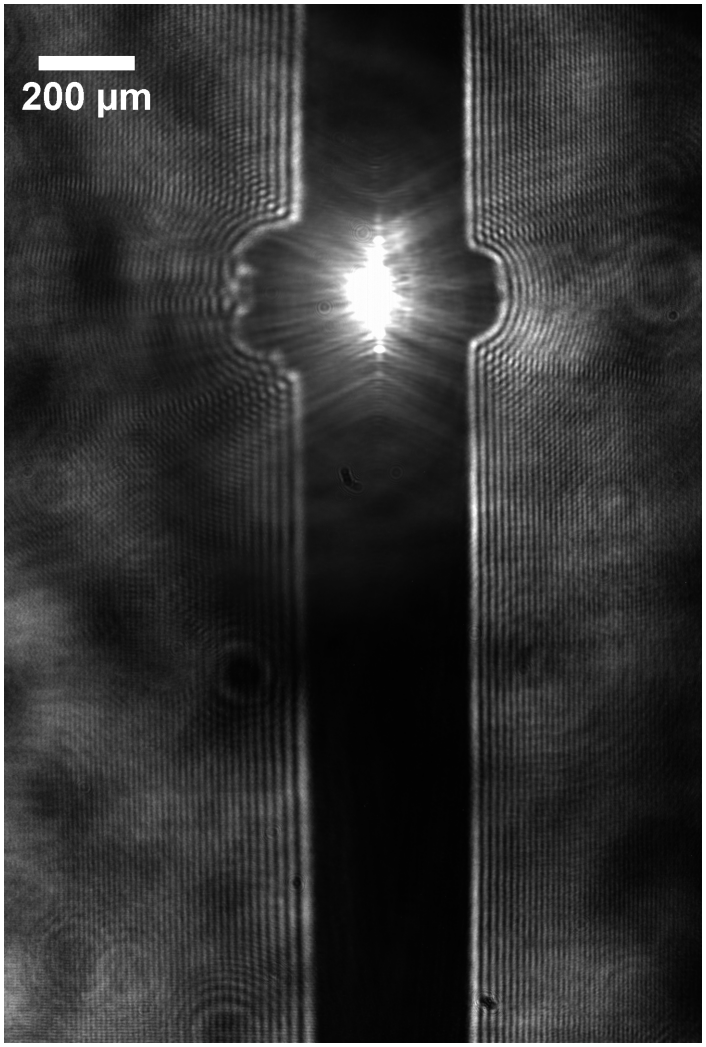


FIGURE 1.10: Photo d'un tir sur un ruban d'hydrogène solide de 100 micromètres d'épaisseur (seconde campagne expérimentale au RAL, voir le chapitre 2). À cause de son expansion causée par la formation du plasma, la cible apparaît plus épaisse.

Chapitre 2

Extrusion de cibles d'hydrogène solide

Les travaux préliminaires à cette thèse ont permis de mettre en service le cryostat d'extrusion ELISE et d'établir une première approche à la question de l'extrusion. Ce chapitre présente le prototype, les campagnes expérimentales et les travaux menés pour améliorer son fonctionnement.

2.1 Description du cryostat ELISE

2.1.1 L'extrusion

L'extrusion consiste à appliquer une force sur un solide pour le forcer à se déformer à travers un orifice qui va le mettre en forme. Dans notre cas, ce solide est l'hydrogène, ce qui nous contraint à travailler à des températures cryogéniques, généralement entre 11 et 13 kelvins. Considérant que la température de fusion de l'hydrogène se trouve entre 14 et 15 kelvins pour les pressions en jeu, l'extrusion de l'hydrogène se produit à des températures relativement élevées, de 70 % à 90 % de sa température de fusion. En comparaison, la plupart des métaux sont extrudés à environ 60 % de leur température de fusion.

L'extrusion d'un solide débute lorsque la force appliquée crée une contrainte dans le matériau supérieure à sa contrainte seuil de cisaillement. La relation entre la force à appliquer et la section du ruban à extruder est relativement intuitive (voir figure 2.1 et son équation 2.1).

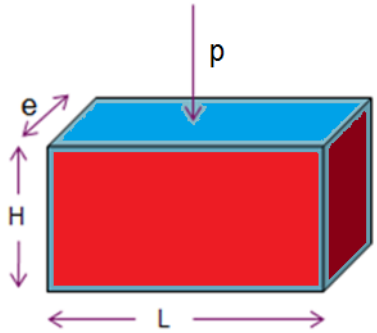


FIGURE 2.1: Schéma de l'extrusion d'un solide simple.

La contrainte appliquée au matériau est la suivante :

$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{p.e.L}{2.(e+L).H} \tag{2.1}$$

où :

— σ est la contrainte appliquée (homogène à une pression).

— F est la force de poussée parallèle à la direction de l'extrusion (en bleu sur le schéma 2.1).

— S est la surface de cisaillement, c'est-à-dire la surface sur laquelle la buse d'extrusion frotte sur le matériau (en rouge sur le schéma 2.1).

— p est la pression appliquée.

— e est l'épaisseur du ruban.

— L est la largeur du ruban.

— H est la longueur du canal d'extrusion.

Dans le cas d'ELISE, la pression p est produite par l'expansion de l'hydrogène dans un volume fermé.

2.1.2 Le principe d'ELISE

Le système d'extrusion se compose d'une cellule faisant office de réservoir et de corps de piston, ainsi que d'une buse d'extrusion. Cette cellule est équipée en bas d'un échangeur thermique E_1 et d'une buse d'extrusion de section choisie, tandis que le haut est équipé d'un autre échangeur E_2 et d'une vanne thermique V_1.

La figure 2.2 schématise le fonctionnement d'ELISE ; les zones blanche, bleu foncé, bleu clair et orange indiquent respectivement les volumes sous vide et les phases solide, liquide et gazeuse de l'hydrogène.

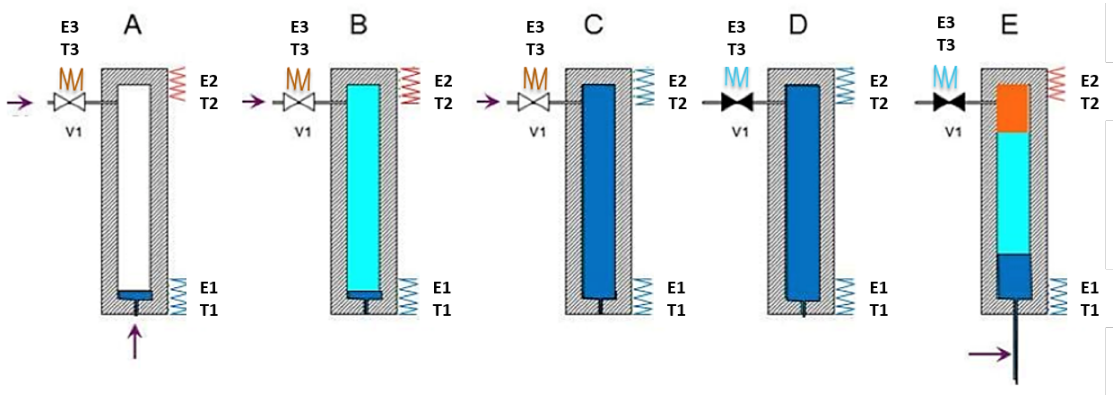


FIGURE 2.2: Principe d'extrusion d'ELISE [14].

Le fonctionnement de la cellule est le suivant :

A) La cellule est initialement sous vide. La température T_1 est régulée à une température inférieure au point triple de l'hydrogène (13,8 K), tandis que T_2 est régulée légèrement au-dessus de cette valeur. On ouvre la vanne V_1 et un débit d'hydrogène entre dans la cellule. Cet hydrogène gazeux vient se solidifier sur les parois de la buse et en bouche l'orifice.

B) La température T_2 diminue sous la température d'évaporation pour condenser l'hydrogène présent dans la cellule ; de l'hydrogène est injecté en permanence pour garder la cellule sous pression (12 bars). L'hydrogène continue de se solidifier au fond de la cellule.

C) La température T_2 est amenée sous la température de solidification. La cellule est alors entièrement remplie d'hydrogène solide.

D) On ferme la vanne V_1. La cellule est donc un volume fermé rempli de solide. L'enchaînement des étapes de A) à C) prend environ une trentaine de minutes, selon la qualité du système de pompage et l'épaisseur de la buse.

E) La température T_2 augmente à nouveau, ce qui provoque l'expansion et l'évaporation de la partie supérieure du glaçon d'hydrogène. Le volume étant fermé, nous avons une phase liquide ou gazeuse dont la densité est équivalente à celle du solide, ce qui se traduit par une augmentation très rapide de la pression. La température T_1, elle, est maintenue sous la température de fusion pour maintenir l'hydrogène dans une phase solide en bas de la cellule. Lorsque la pression de la partie supérieure de la cellule dépasse un certain seuil, le solide est poussé à travers la buse d'extrusion en prenant la forme d'un ruban. On peut ainsi obtenir un ruban en trente ou quarante minutes au total, temps de refroidissement non compris.

La figure 2.3 représente la cellule et ses différents composants, ainsi que la buse d'extrusion en deux parties montées l'une contre l'autre. Le canal d'extrusion n'est usiné que dans une seule des demi-buses afin d'éviter d'éventuelles lignes de bavure. Le volume total de la cellule est de 60 centimètres-cubes et mesure environ 10 centimètres de long.

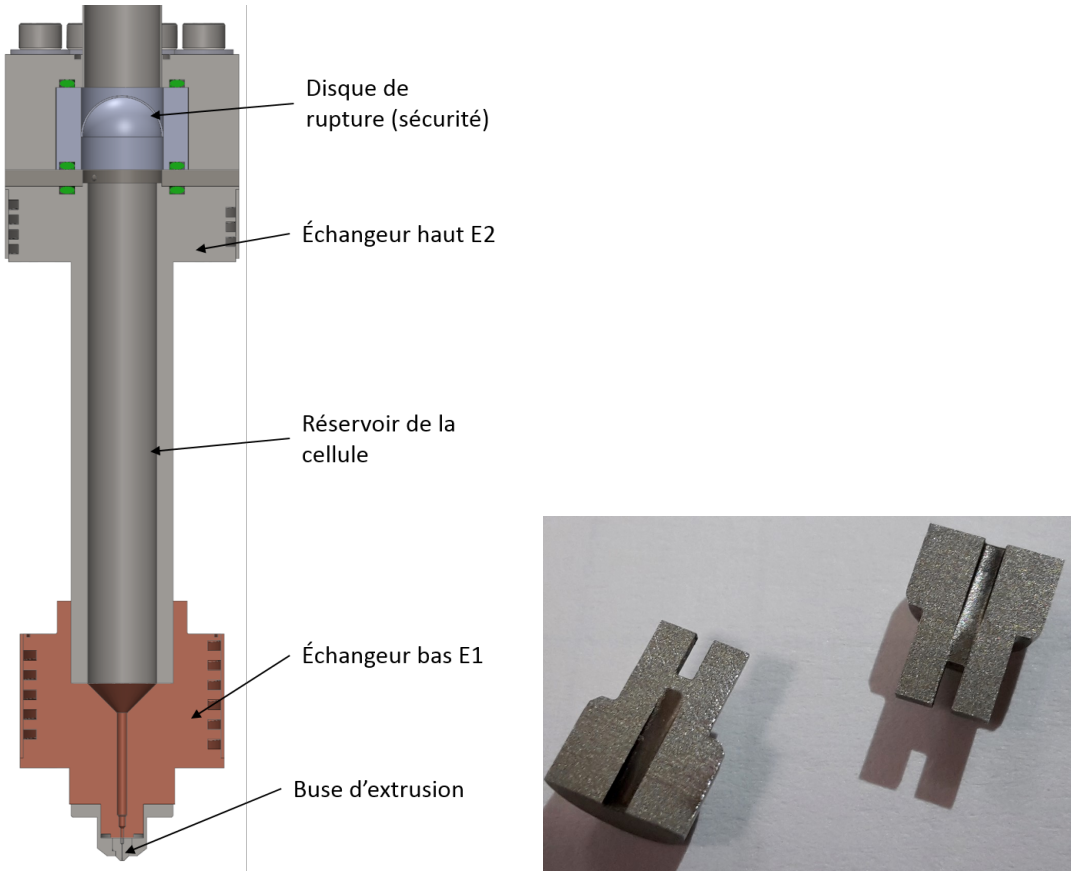


FIGURE 2.3: Plan de la cellule (le canal d'alimentation en hydrogène n'est pas représenté) et photo des deux demi-buses à monter l'une contre l'autre.

L'extrusion est contrôlée par la température T_1 de la buse et la température T_2 ; en mesurant la pression de poussée, on peut asservir la température T_2 pour réguler cette pression de poussée développée dans la cellule. La figure 2.4 permet d'avoir un ordre de grandeur des pressions atteignables avec cette technique. On peut voir que si la cellule est remplie d'hydrogène solide à 10 kelvins et 12 bars (point 1), on peut obtenir une pression de 200 bars en chauffant la cellule à seulement 20 kelvins (point 2). Ce calcul considère que toute la cellule est homogène en température ; il est donc inexact, mais il donne un bon ordre de grandeur. En pratique, il faut chauffer T_2 à environ 40 kelvins pour produire une pression de 150 bars.

La photo 2.5 montre un exemple de ruban extrudé par ELISE à 120 bars et 12 kelvins, vu de face. Sa grande transparence le rend difficilement détectable par les caméras.

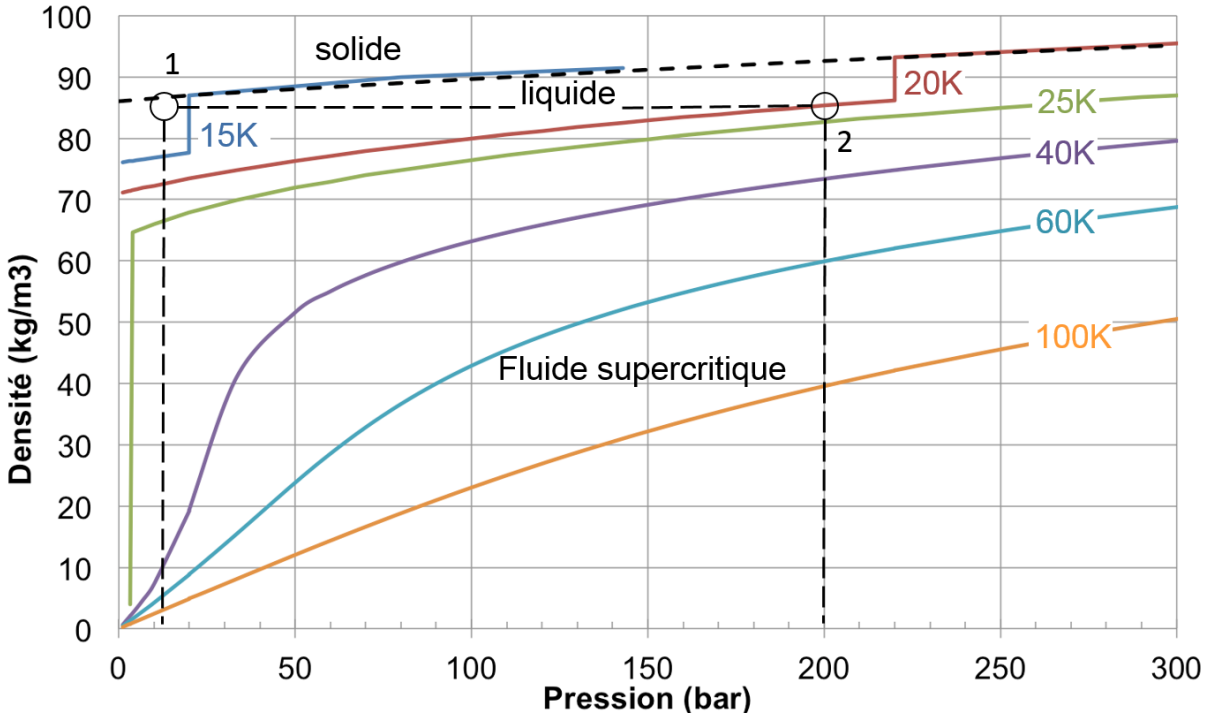


FIGURE 2.4: Diagramme de densité de l'hydrogène ; en formant de l'hydrogène solide à 12 bars et 10 kelvins, on peut obtenir une pression de 200 bars en le chauffant à 20 kelvins.

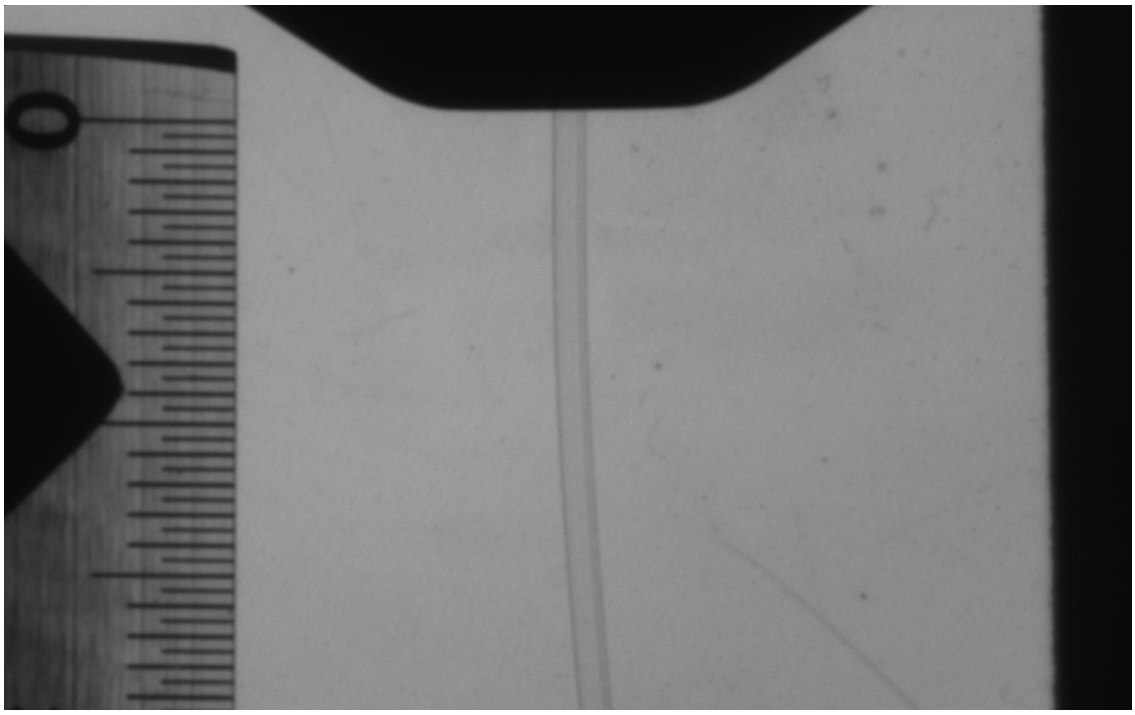


FIGURE 2.5: Ruban typiquement obtenu avec ELISE, vu de face.

2.2 Les campagnes expérimentales

Plusieurs campagnes expérimentales ont été menées au cours de cette thèse pour exploiter les rubans. Elles ont entre autres permis de tester l'efficacité d'ELISE.

Novembre 2015 : PALS (Prague, République Tchèque)

La première campagne expérimentale a eu lieu au laboratoire PALS (Prague Asterix Laser System) sous la direction du docteur Daniele Margarone. Cette expérience visait à valider le bon fonctionnement du prototype ELISE en produisant des rubans de 100 et 60 micromètres d'épaisseur ; elle a fait la une du bulletin de l'académie des sciences tchèque et a également fait l'objet d'une publication un an plus tard [21]. Les caractéristiques du laser employé étaient les suivantes :

— Energie : 1 kJ

— Temps d'impulsion : 330 ps

Cette campagne expérimentale a permis de mettre en évidence un phénomène de vidange : à chaque tir sur le ruban, la cellule contenant l'hydrogène solide se vidait dans la chambre à vide du laser. Il était alors nécessaire de remplir à nouveau le réservoir avant de pouvoir refaire un tir, ce qui limitait grandement les aspects « cible continue » et « tirs à haute fréquence ».

Février 2016 : LULI (Saclay, France)

La deuxième campagne expérimentale a eu lieu avec le laser ELFIE, au LULI (Laboratoire d'Utilisation des Lasers Intenses) sur le campus de l'école polytechnique. L'objectif était de comparer les résultats obtenus avec un laser d'impulsion beaucoup plus courte que celui utilisé à PALS. Le laser utilisé possédait les caractéristiques suivantes :

— Energie : 20 J

— Temps d'impulsion : 200 fs

Du point de vue du SBT, cette campagne visait surtout à tester un nouveau paramétrage du système pour empêcher le phénomène de vidange de survenir. Une avancée majeure a été faite lorsqu'il a été constaté que les tirs sur des rubans de 100 micromètres d'épaisseur ne provoquaient pas de vidange, mais une simple augmentation de température de la buse qui était résorbée par la régulation du cryostat. Pour les cibles de 60 micromètres d'épaisseur en revanche, la vidange continuait de se produire. Une nouvelle technique de caractérisation rapide mise au point par le Laboratoire d'Électronique et d'Automatique du SBT (le LEA) a permis de mesurer l'élévation de température qui provoquait la vidange, et donc d'estimer la quantité de chaleur à absorber pour l'empêcher. Ces données ont permis de dimensionner un volant thermique pour la version suivante du cryostat, ELISE 2. La publication [22] a été réalisée suite à cette expérience.

Avril 2017 : RAL (Didcot, Royaume-Uni)

La troisième campagne expérimentale a duré sept semaines et s'est déroulée sur le laser Vulcan au RAL (Rutherford-Appleton Laboratory) à Didcot, près d'Oxford en Angleterre. L'objectif de cette campagne était d'obtenir des protons d'une énergie supérieure à 100 MeV. Ce laser possède la puissance déposée la plus importante testée avec ELISE à ce jour :

— Energie : 600 J

— Temps d'impulsion : 1 ps

Cette campagne expérimentale a été particulièrement difficile à mener à cause d'une difficulté inédite : la qualité du vide de la chambre expérimentale. En effet, contrairement à l'enceinte à vide utilisée au SBT et aux chambres laser des autres centres, de volume relativement restreint, la chambre d'interaction de Vulcan est très volumineuse (environ 16 mètres-cubes) et remplie de matériel en tout genre, notamment des optiques et des

câbles électriques gainés, et occupée de longues heures durant par des opérateurs rejetant de l'eau et du dioxyde de carbone durant l'installation des diagnostiques de mesures. De plus, cette chambre était ouverte tous les soirs pour permettre aux laséristes de récupérer les diagnostiques des tirs effectués dans la journée. Toutes ces contraintes généraient beaucoup d'impuretés dans la chambre, ce qui créait des problèmes de bouchages de la buse et de dégradations de la qualité du ruban qui empêchaient souvent d'effectuer un tir dans de bonnes conditions.

Bien que ne disposant pas de l'instrumentation nécessaire pour mesurer le taux d'impureté du vide de l'enceinte d'interaction, plusieurs hypothèses ont été formulées. Les impuretés étaient probablement en majorité de l'eau et de l'hydrogène [23]. Si l'hydrogène ne pose pas de problème à l'extrusion de cibles (puisque le procédé consiste précisément à relâcher de l'hydrogène), l'eau et les polymères posent de gros problèmes. En effet, l'eau, lorsque refroidie à quelques kelvins, devient une glace extrêmement dure qui peut facilement boucher partiellement la buse et détériorer la qualité de la cible, voire empêcher complètement l'extrusion du ruban par obstruction mécanique. Les cibles obtenues apparaissent alors friables et sont très instables, et dans leur géométrie, et dans leurs oscillations.

La seule méthode trouvée pour pallier ce problème avec les moyens disponibles a consisté à pomper bien plus longtemps pour atteindre un niveau de vide supérieur aux prérequis initiaux. Au lieu d'une limite supérieure de 10^{-4} millibar nécessaire dans la chambre à vide bien propre du SBT, il fallait passer sous le seuil 2 x10^{-6} millibar pour éviter les problèmes de bouchage de la buse, ce qui nécessitait une quinzaine d'heures de pompage.

Septembre-octobre 2018 : RAL (Didcot, Royaume-Uni)

Une autre campagne expérimentale a été menée au RAL sur la période septembre-octobre 2018 ; la longueur de l'impulsion du laser avait été réduite de moitié afin d'obtenir une puissance de 1 pétawatt. À la différence des précédentes expériences, celle-ci s'est effectuée avec des rubans de deutérium solide (l'isotope 2 de l'hydrogène, voir le chapitre 1) de 100 micromètres d'épaisseur. Sur le plan de l'extrusion, la principale différence entre le diprotium et le dideutérium est leur point triple : celui du diprotium est à [13,8 K ; 7,0 kPa] et celui du dideutérium à [18,8 K ; 17,1 kPa]. En conséquence, un nouveau paramétrage en température et en pression d'extrusion a dû être déterminé ; les valeurs de 17,0 kelvins et 150 bars ont donné de bons résultats. Ainsi le cryostat ELISE, étant dimensionné pour produire un refroidissement à 10 kelvins, possédait une marge de puissance froide de quelques watts pour réaliser l'extrusion du deutérium.

2.2.1 Bilan des campagnes expérimentales

Ces différentes campagnes expérimentales ont prouvé que le principe d'ELISE fonctionne et s'adapte aux besoins des expériences d'interaction laser-plasma. Elles ont également mis à jour certains comportements des cibles qui n'ont pas été anticipés lors du développement du cryostat.

La vidange de la cellule

À chaque tir laser, la cellule se vide dans l'enceinte à vide. L'interprétation la plus probable suggère que le tir laser produit un échauffement important dans l'hydrogène et provoque sa liquéfaction ; cet échauffement serait dû à un fort courant électrique généré lors de l'ionisation de la cible par le laser. Les photos 2.6 illustrent ce phénomène de vidange.

Le processus de vidange suit toujours les mêmes étapes.

1. Lorsque l'extrusion est établie en régime permanent, la puissance froide fournie par la circulation d'hélium et le chauffage de régulation se compensent parfaitement. La température est bien stable.
2. Lorsque l'impulsion laser atteint la cible, un fort afflux de chaleur arrive sur l'échangeur inférieur et l'hydrogène. Leur température augmente.

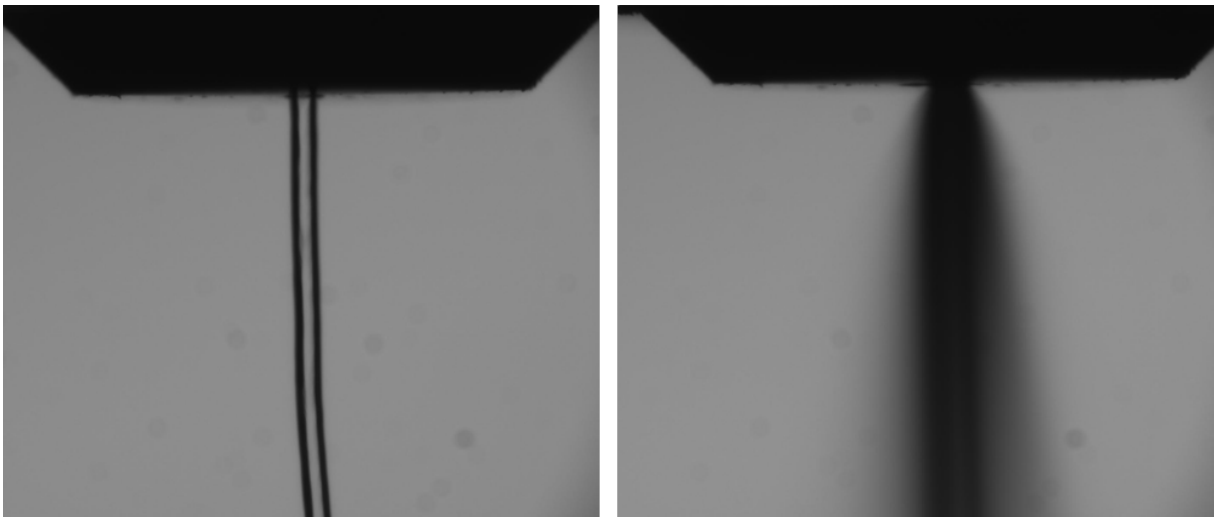


FIGURE 2.6: Photos d'une cible normale et du phénomène de vidange suivant chaque tir laser.

3. Malgré la coupure du chauffage de régulation et la puissance froide de la circulation d'hélium, l'hydrogène atteint son point de fusion, voire de sublimation ; poussée par la pression d'extrusion, une portion d'hydrogène liquide ou gazeux est évacuée dans la chambre à vide, élevant au passage la température de la buse par frottements. La pression dans la chambre à vide augmente jusqu'à des valeurs de l'ordre de la centaine de millibars.

4. La dégradation du vide entraine un phénomène de convection/conduction qui crée une charge thermique sur l'échangeur. La puissance froide n'est pas suffisante pour ramener la buse à sa température initiale. L'hydrogène solide est donc extrudé à plus grande vitesse, ce qui augmente l'énergie dissipée par frottements et augmente encore la charge thermique sur l'échangeur.

5. Le phénomène s'emballe : plus l'hydrogène coule vite, plus il chauffe, et plus il chauffe, plus il s'écoule vite. Finalement, l'intégralité de la cellule est vidée dans l'enceinte à vide.

Lors de la seconde campagne expérimentale menée au RAL, ELISE produisait des rubans de deutérium D_2 à 17,0 kelvins, et non de protium H_2 à 12 kelvins. Une procédure a été mise au point pour contrer ce problème de vidange. Cette procédure consiste à couper brutalement la puissance de chauffage dès le point 2). Avec le deutérium à 17 kelvins, ELISE dispose d'une puissance froide suffisante pour arrêter l'emballement de la vidange en re-solidifiant presque immédiatement le deutérium dans la buse.

Les quelques essais qui ont été réalisés durant la campagne expérimentale au RAL ont prouvé qu'il était possible, avec cette méthode, de limiter la vidange : en effet, l'impulsion laser parvient tout de même à liquéfier environ 3,6 litres TPN de deutérium qui est éjecté dans la chambre d'interaction (au lieu des 38,5 litres d'une vidange totale). La puissance froide a été cependant suffisante pour compenser les pertes thermiques dues à la dégradation du vide et au passage du fluide dans la buse.

On peut alors imaginer que, avec une puissance froide encore plus grande et un déclenchement légèrement anticipé par rapport au tir du laser, on peut empêcher l'échangeur d'atteindre la température de fusion de l'hydrogène, et donc se prémunir de la vidange (même partielle). Avec une régulation bien adaptée, on pourrait donc compenser intégralement la puissance déposée par le laser et produire une cible en continue. Cette méthode, si elle est effectivement réalisable, ouvrirait alors pour ELISE les portes des lasers à haute fréquence de tir (de l'ordre de 10 Hz).

La stabilité du ruban

Les expériences au LULI, puis au RAL ont permis de voir que le ruban oscillait d'avant en arrière avec une amplitude variant de 50 à 100 micromètres. Cette oscillation est très dommageable pour les expériences, car les phénomènes physiques étudiés nécessitent de pouvoir focaliser le laser sur la face avant ou arrière de la cible ; si le ruban bouge, la puissance surfacique déposée sur la cible diminue et l'expérience s'en trouve altérée. La caractérisation des oscillations du ruban est alors devenue un enjeu d'importance.

Afin d'améliorer cette stabilité, un système constitué de deux rouleaux motorisés venant saisir le ruban quelques centimètres sous la buse a été mis en place, permettant de réduire l'amplitude des oscillations à environ 20 micromètres. Plus de détails concernant ce dispositif se trouvent plus loin dans ce chapitre, dans la section consacrée aux résultats de la caractérisation en stabilité.

2.3 Méthodes de caractérisation des cibles

Une bonne caractérisation des cibles est nécessaire pour répondre à trois questionnements :

1. quelle est l'épaisseur réelle des rubans ? Peut-on affirmer qu'une buse de x micromètres forme bien un ruban de x micromètres d'épaisseur ?
2. quelle est la stabilité des rubans ? Comment l'améliorer ?
3. quels sont les effets de la pression et de la température sur la vitesse d'écoulement du ruban ?

Le ruban d'hydrogène est extrudé dans une chambre à vide et la faible chaleur latente de l'hydrogène solide rend tout contact non thermalisé destructif. Ainsi, tout système de caractérisation doit être sans contact et fonctionner à travers les hublots d'observation – ou bien être assez compact pour tenir dans la chambre à vide, et fonctionner correctement sous vide.

2.3.1 Mesure de l'épaisseur et de la stabilité des rubans

La mesure de l'épaisseur du ruban est d'une importance cruciale pour les expériences d'interaction laser-matière. Dans sa thèse [14], Stéphane Garcia a utilisé une caméra et un programme de traitement d'images, mais il s'est heurté au manque de résolution de son système. Plusieurs méthodes alternatives ont alors été envisagées :

1. **La diffraction**
   La méthode par diffraction consiste à viser la tranche du ruban avec un laser et à observer les taches de diffraction sur un écran. La largeur des taches est directement proportionnelle à l'épaisseur du ruban, qui peut alors être déterminée avec une grande précision. Cette méthode, aussi élégante qu'elle puisse être, présente cependant deux défauts :
   (a) si le ruban n'est pas de section parfaitement rectangulaire et sa surface parfaitement lisse, la figure de diffraction est brouillée par d'autres diffractions parasites. Or, la méthode de Stéphane Garcia repose précisément sur le suivi de défauts d'extrusion le long du ruban, ce qui indique que le ruban n'est pas parfaitement rectangulaire et lisse ;
   (b) les vibrations et oscillations du ruban dégradent la qualité de la figure obtenue ;

   Pour ces raisons, la technique de diffraction laser a été écartée.
2. **L'interférométrie** L'interférométrie est une autre technique optique très répandue pour mesurer les épaisseurs de matériaux transparents, basée sur le déphasage de deux ondes lumineuses cohérentes. Ce décalage est généré par la différence entre les vitesses de propagations de la lumière dans le vide et dans le matériau étudié. Cette technique présente cependant trois défauts majeurs :

(a) les interféromètres sont très coûteux et nécessitent un savoir-faire particulier pour être mis en place et utilisés ;

(b) l'usage d'un interféromètre est très délicat, même sur un marbre ou un banc optique ; son implémentation sur ELISE est inconcevable sans changer en profondeur toute la structure du cryostat ;

(c) les interféromètres sont très sensibles aux vibrations, or le ruban lui-même vibre en permanence. Un interféromètre serait donc inefficace.

Ce dernier défaut est suffisant à lui seul pour abandonner cette méthode.

3. **L'analyse vidéo** La méthode initialement utilisée par Stéphane Garcia, l'analyse vidéo, est finalement conservée : une caméra filme l'écoulement de l'hydrogène et un programme de traitement d'images mesure les déplacements du ruban (en temps réel ou en post-acquisition). Un nouvel objectif est utilisé pour augmenter la résolution optique du système.

L'avantage de la vidéo est également sa polyvalence : l'enregistrement vidéo du ruban permet de mesurer son épaisseur, mais aussi d'examiner sa stabilité et d'avoir un aperçu direct du comportement du ruban, de façon générale. L'analyse est menée sur des images au format Bitmap où chaque pixel est enregistré sans modèle de lissage ou compression ; la précision est donc de deux pixels (les bords observés du ruban). Le point sensible de cette méthode est de disposer d'un système caméra-objectif permettant une mise au point et un grandissement corrects. Les critères de sélection sont les suivants :

— Résolution la plus haute possible – idéalement, supérieure à 1 pixel/µm.

— Surface observée de l'ordre de 5 mm x 5 mm.

— Distance minimale de travail de 20 cm, puisque la caméra doit se trouver hors du cryostat.

Parmi le matériel disponible au laboratoire, le meilleur compromis entre ces trois critères a consisté en une caméra PointGrey Grasshoper 3.0 et un système optique Infinity K2-SC équipé d'un objectif CF-1 et d'un zoom x2,2. Le système d'éclairage est un panneau de LED Phlox SLLUB et d'une commande permettant de régler son intensité. Les caractéristiques finales du système d'acquisition sont les suivantes :

Système	PointGrey GrassHopper 3.0 + K2-SC CF-1 x2,2
Fréquence d'acquisition	160 images/seconde maximum
Surface d'un pixel	5,86 x 5,86 µm²
Taille de dalle	11,3 x 7,0 mm² (5,2')
Temps d'exposition	5 µs - 3,2 s
Profondeur	10 ou 12 bits
Définition	1920x1200 pixels
Distance de travail minimale	225 mm
Agrandissement à distance minimale	2,13
Champs de vision	2,7 x 1,4 mm
Résolution	1,4 µm/pixel
Homogénéité lumineuse	> 95%
Luminance maximum	60000 cd/m²

Le principe de la mesure est conservé et reprend en grande partie le programme décrit dans la thèse précédente. Les images monochromes enregistrées par la caméra sont un ensemble de pixels caractérisés par leur coordonnées (x ; y) et leur niveau de gris. En calculant le gradient du niveau de gris, on peut déterminer les coordonnées des bords du ruban et mesurer son épaisseur apparente. Quelques fonctionnalités ont été développées par rapport au programme conçu antérieurement :

— en comparant les calculs avec les images précédentes, on peut déterminer la fréquence et l'amplitude d'oscillation du ruban et ainsi caractériser sa stabilité ;

— le programme peut fonctionner simultanément avec l'acquisition de la caméra ; on peut alors observer en direct le comportement du ruban en fonction des paramètres de pression et de température commandés.

Le programme réalisant ce traitement a été développé sous le logiciel Octave ; le détail de l'algorithme se trouve en annexe A.

2.3.2 Mesure de la vitesse d'extrusion

Dans le cas où il n'y a pas de vidange, le temps de rechargement du laser est le critère déterminant la vitesse d'extrusion nécessaire. Pour avoir un ordre de grandeur de cette vitesse, considérons un laser tirant à une fréquence f à une hauteur z sous la buse avec une tache focale de diamètre d généralement négligeable devant z. Si l'on écarte le problème de vidange découvert lors de la première campagne expérimentale à PALS, le cas le plus défavorable est celui où tout le ruban est vaporisé par le tir laser, du point d'impact jusqu'à la buse d'extrusion. Il faut donc, entre deux tirs, que le ruban ait parcouru suffisamment de distance pour recouvrir entièrement la surface de la tache laser du tir suivant. On obtient donc pour critère la vitesse v suivante :

$$v = (\frac{d}{2} + z) \cdot f \approx z \cdot f \tag{2.2}$$

Avec un diamètre de l'ordre de 50 micromètres, une hauteur de 2 millimètres et une fréquence de 1 hertz (ordre de grandeur typique des lasers concernés), on obtient une vitesse de 2 millimètres par seconde.

Cet ordre de grandeur est très largement faisable ; en effet, on obtient facilement des vitesses comprises entre 1 et 10 millimètres par seconde lors des essais en laboratoire.

Pour la caractérisation du phénomène de l'extrusion cependant, il est fondamental de connaître l'impact de la température et de la pression sur la vitesse d'écoulement.

Deux méthodes ont été utilisées.

— **La lecture vidéo**

La première méthode utilisée pour déterminer la vitesse d'écoulement de l'hydrogène consiste à filmer le ruban pendant son extrusion et calculer la vitesse de déplacement des défauts que l'on peut observer dans le ruban. La caméra utilisée pour cette prise vidéo est la même que celle utilisée pour la mesure de l'épaisseur. En revanche, un autre objectif doit être utilisé pour pouvoir mesurer la vitesse sur une plus grande distance, et ainsi minimiser l'incertitude de mesure. L'objectif utilisé pour la mesure de la vitesse est un Pentax 200 mm. Les nouvelles caractéristiques du système optique avec cet objectif sont listées ci-dessous :

Distance de travail minimale	1,2 m
Agrandissement à distance minimale	0,2
Champs de vision	90,2 x 56,4 mm²
Résolution	47 µm/pixel

L'unique critère d'efficacité de cette méthode est la facilité avec laquelle l'ordinateur peut identifier le même motif de défauts sur les deux images. Ceci dépend de plusieurs phénomènes :

— le motif doit être présent sur deux images consécutives ; il faut donc s'assurer que le produit de la fréquence d'acquisition de la caméra et de la hauteur de l'image est supérieur à la vitesse de défilement ;

— le motif doit être bien contrasté par rapport au fond blanc du ruban d'hydrogène, ce qui demande un temps d'exposition long. Cela augmente le flou de l'image et donc le bruit du calcul ;

— le motif doit se déformer le moins possible d'une image à l'autre, ce qui implique que le plan focal de la caméra doit être correctement aligné sur le ruban et que celui-ci soit le plus stable possible ;

— enfin, il faut qu'il y ait un motif dans le ruban ! L'hydrogène solide étant très transparent et comme une pureté quasi-parfaite est nécessaire à l'extrusion, seuls les défauts d'extrusion permettent de marquer l'hydrogène et de créer des motifs observables.

La mise au point de l'objectif joue donc un rôle fondamental dans l'application de cette méthode. De plus, on comprend bien qu'une vitesse de défilement rapide diminuera la netteté des images et donc la précision de cette méthode. Elle est relativement bien adaptée aux faibles vitesses et se combine très bien avec la seconde méthode de mesure développée ci-dessous.

— **La mesure de débit**
Sur l'installation ELISE, un système de pompage permet d'assurer un vide secondaire de bonne qualité, même lorsque l'extrusion du ruban injecte en permanence de l'hydrogène dans l'enceinte à vide. La turbopompe est caractérisée par un débit de pompage, pour une pression donnée. Ce débit de pompage doit être assez important pour évacuer le flux de gaz dû au dégazage des parois et au flux d'hydrogène dû à l'extrusion du ruban. Après une journée de pompage et sans extrusion, la pression du vide est constante et correspond à l'équilibre entre dégazage des parois de l'enceinte et la capacité de pompage [23] ; on a alors une pression de l'ordre de 10^{-6} millibar. Lorsque l'extrusion démarre, on observe une dégradation de ce vide, dont la valeur peut monter jusqu'à 10^{-3} millibar. C'est généralement à cette valeur que le vide est tant dégradé que les apports de chaleur (par conduction et par convection) ne peuvent plus être compensés par le système de refroidissement.

En cours d'extrusion, la valeur du vide est un équilibre entre la quantité d'hydrogène extrudé dans la chambre à vide, le dégazage des parois et le débit de pompage de la turbopompe. On a alors une relation affine entre la vitesse v du ruban et la pression p lue dans l'enceinte à vide de la forme 2.3 :

$$v = K \cdot (p - p_{vide}) \tag{2.3}$$

où :

— K est un coefficient lié au débit de pompage, à la forme de la chambre, aux pertes de charges, etc ;

— p_{vide} est la pression relevée dans la chambre à vide lorsqu'il n'y a pas d'extrusion en cours.

Le coefficient K dépend de l'efficacité de la turbopompe et de la géométrie de l'enceinte, or la première varie au cours de la vie de la pompe, et la seconde change d'une installation à l'autre. En conséquence, le coefficient K est impossible à calculer en pratique. Il est donc nécessaire déterminer ce coefficient K par une autre méthode à chaque fois qu'une

modification est apportée à la chambre ou au système de pompage. La méthode du débit est donc fiable, rapide et bien adaptée aux essais en laboratoire, mais inutile en conditions expérimentales.

En pratique, les deux méthodes sont utilisées : les mesures effectuées à faible vitesse avec la première méthode permettent d'étalonner le coefficient K et d'utiliser la seconde méthode, plus rapide et plus simple, dans la suite des expériences.

2.4 Description des types de ruban réalisables

Grâce aux images prises et aux calculs associés, on peut décrire les différents types de ruban que l'on peut obtenir en fonction des paramètres de température et de pression. Ces deux paramètres sont très liés : si la température est basse, il faut une pression forte pour obtenir une extrusion, et vice-versa. À l'écriture de ces lignes, ELISE peut extruder des rubans de section rectangulaire de 100 et 75 micromètres d'épaisseur et 1 millimètre de largeur, ainsi que des rubans cylindriques de diamètre compris entre 165 et 100 micromètres (exclusivement à des fins d'étude, la géométrie cylindrique étant de peu d'utilité dans les expériences d'interaction laser-matière). Les tentatives d'extrusion de rubans d'épaisseur plus faible (50, 25 et 10 micromètres) se sont révélées insatisfaisantes.

Les valeurs de température et de pression permettant d'obtenir de « bons » rubans ont été déterminées empiriquement. [11,5 K ; 150 bar] et [12,5 K ; 120 bar] sont des couples de valeurs [température ; pression] typiques pour obtenir des rubans d'épaisseur 75 microns. Si ces valeurs diminuent ou augmentent, la qualité du ruban se dégrade par plusieurs aspects.

2.4.1 Les rubans « bons »

Lorsque le couple [température ; pression] est correct, le ruban a une apparence plus lisse et s'écoule de façon stable : sa vitesse et ses oscillations sont régulières. Il sort parfois de la buse en formant un angle, mais cet angle est constant ; il change d'un montage de la buse à l'autre, mais il reste constant durant toute l'utilisation du montage. L'image 2.7 montre un tel ruban, que l'on peut comparer avec celui mentionné précédemment (photo 2.9). Ce genre de ruban est mieux adapté pour les expériences d'accélération laser-plasma, comme expliqué dans le bilan des campagnes expérimentales. Cependant, l'amélioration de sa forme et de son état de surface diminue le nombre de motifs visibles dans le ruban et rend l'analyse vidéo plus difficile. On peut voir sur l'image 2.8 un fil cylindrique très stable et rectiligne.

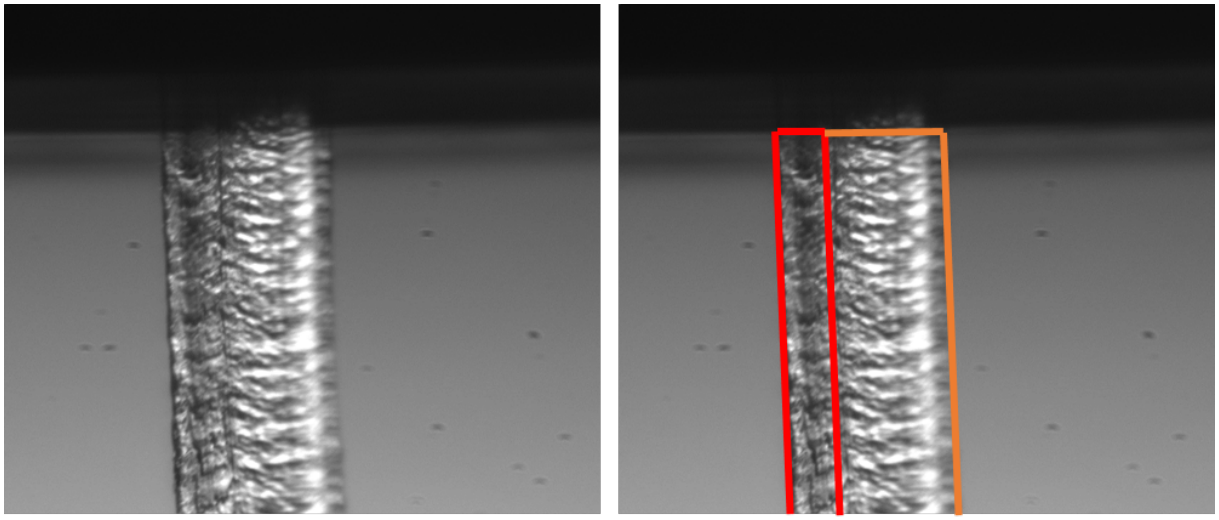


FIGURE 2.7: Photo d'un ruban droit de 75 micromètres vu sous un angle de 1 degré.

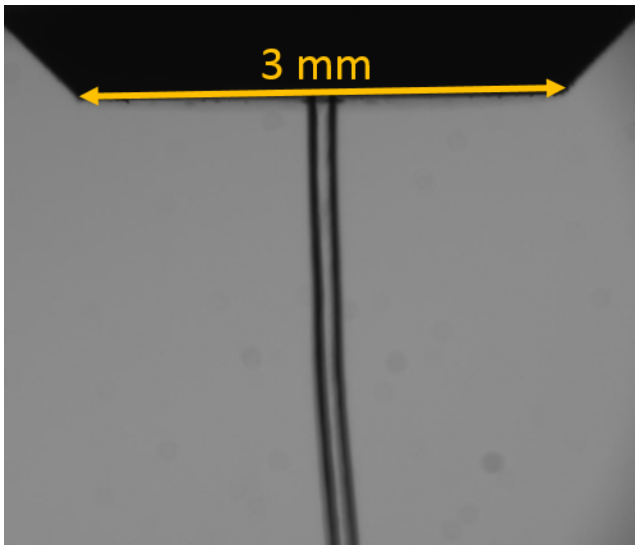


FIGURE 2.8: Images d'un fil de bonne qualité.

Les analyses vidéo réalisées sur ces rubans révèlent que les rubans oscillent d'avant en arrière avec une amplitude comprise généralement entre 40 et 100 micromètres à 3 millimètres de la buse, et une fréquence de l'ordre de la dizaine de hertz qui varie avec la longueur instantanée du ruban et avec sa vitesse d'écoulement. De façon générale, on peut réduire l'amplitude des oscillations en extrudant les rubans à une vitesse plus élevée. À partir d'une certaine vitesse cependant, le ruban entre dans la catégorie des rubans « rapides » et son extrusion se dégrade. Une autre méthode consiste à ajouter des rouleaux de stabilisation ; cette méthode est abordée plus loin.

2.4.2 Les rubans « lents »

Lorsque le couple [température ; pression] est trop faible (typiquement en-dessous de [11 K ; 120 bar]), le ruban s'écoule lentement et tend à se courber en sortie de buse. Si ce couple diminue encore, le ruban commence à s'écouler par à-coups, et il oscille de façon irrégulière, par à-coups également. Son état de surface se dégrade visiblement, des trous peuvent apparaître dans le ruban. L'image 2.9 montre un tel ruban, photographié sous un angle de 1°, focalisé sur la tranche avant (lignes rouges). L'autre extrémité du ruban se trouve à droite sur l'image, flouté car hors du plan focal de l'objectif (lignes orange). Ce genre de ruban a également tendance à se tordre et se casser en cours d'extrusion. La figure 2.10 montre un ruban s'écoulant plutôt bien qui se casse brutalement (les images sont enregistrées à une fréquence de 25 hertz). Si ce phénomène se produit pendant une mesure de vitesse, la valeur calculée par le programme sera évidemment complètement faussée, ce qui limite significativement le processus de mesure de vitesse dans ces conditions de températures et de pressions.

Lorsque les paramètres sont encore plus faibles, le ruban n'occupe plus toute la largeur de la buse et sort par petits paquets très cassants. On est alors à la limite de l'extrusion, et une nouvelle diminution de la valeur des paramètres entraîne l'arrêt de l'extrusion. La photo 2.11 montre un ruban dans cette situation.

Pour résumer, ces rubans « lents » sont caractérisés par une amplitude d'oscillation importante et une tendance à casser pendant l'extrusion. Pour ces raisons, ils ne sont pas exploitables dans le cadre de l'interaction laser-matière.

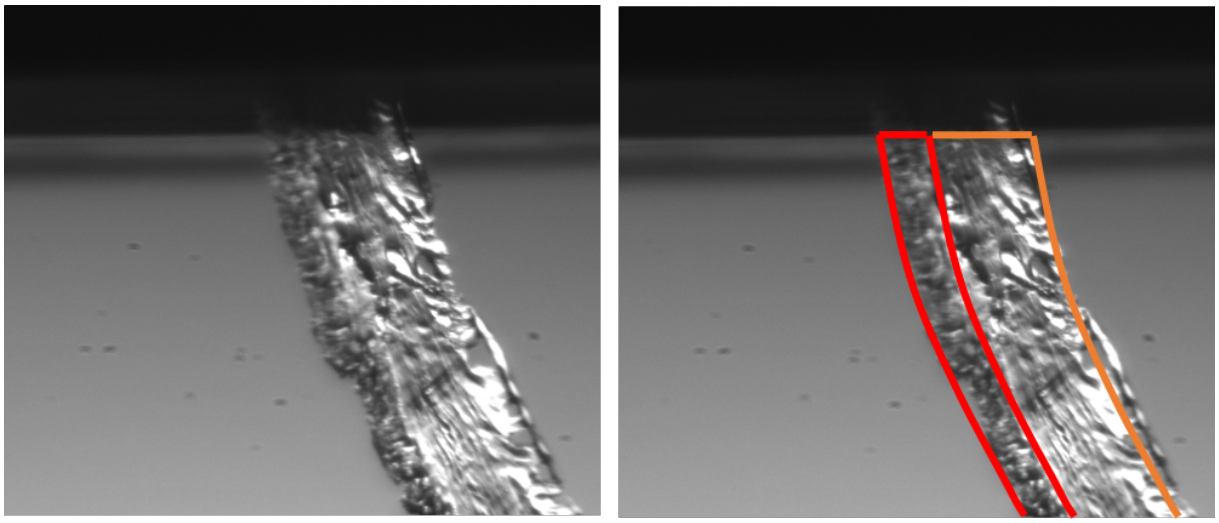


FIGURE 2.9: Photo d'un ruban abimé de 75 micromètres vu sous un angle de 1 degré.

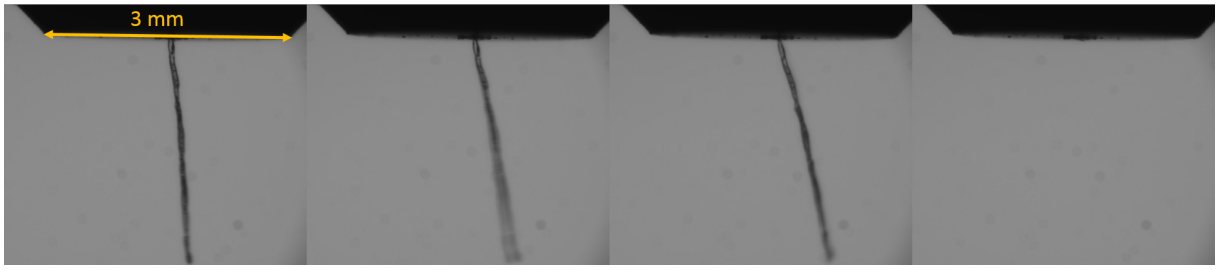


FIGURE 2.10: Images d'un ruban cassant ; fréquence d'acquisition : 25 Hz.

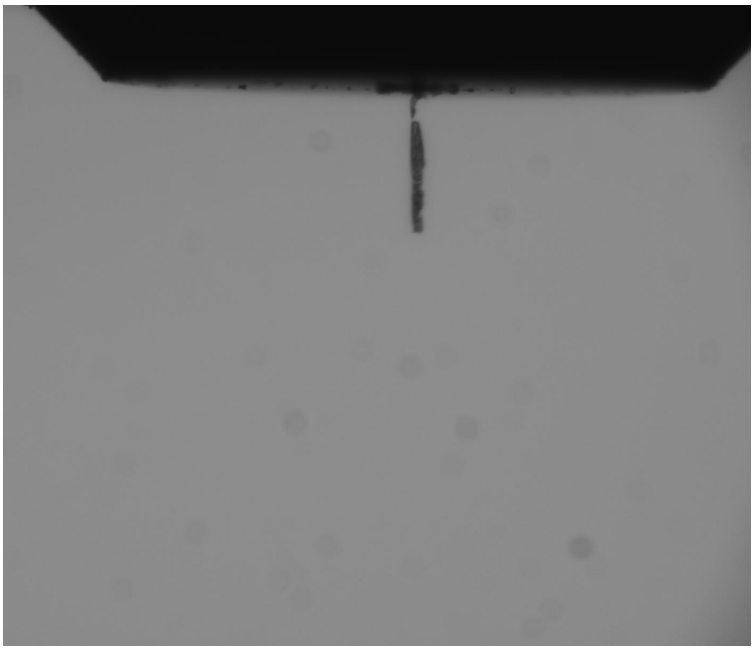


FIGURE 2.11: Photo d'un morceau de ruban de 75 micromètres. On est ici à la limite basse de l'extrusion.

2.4.3 Les rubans « rapides »

Lorsque la température ou la pression devient trop élevée, le ruban commence à onduler avec une fréquence faible et une grande amplitude, de l'ordre de quelques millimètres. Si les paramètres augmentent encore, le ruban se met à former des boucles, puis des spirales d'une dizaine de centimètres de diamètre environ. La photo 2.12 montre un ruban formant une telle boucle. Il se forme ainsi une pelote d'hydrogène très instable qui finit par tomber, s'évaporer très rapidement au contact de l'enceinte à température ambiante et dégrader significativement le vide. La valeur du vide dans l'enceinte peut momentanément monter jusqu'à quelques centièmes de millibars avant d'être reprise par le groupe de pompage. Ces remontées en pression brisent l'isolation du système cryogénique et provoquent des afflux brutaux de chaleur sur les parties froides, notamment sur la buse. Ces afflux de chaleur de quelques watts sont trop importants et trop imprévisibles pour que les systèmes de régulation puissent maintenir une température constante. En conséquence, la vitesse d'extrusion devient irrégulière elle-aussi, de même que les oscillations du ruban. Cette situation d'instabilité peut se terminer de deux façons : soit on baisse les valeurs des paramètres de pression et de température pour ralentir le ruban et repasser dans la catégorie « bonne », soit les variations de température finissent par atteindre la température de fusion de l'hydrogène solide et la cellule se vide dans l'enceinte à vide, selon le processus de vidange décrit dans le rapport de l'expérience à PALS.

Même sans atteindre ces situations critiques, les rubans rapides sont très problématiques pour la caractérisation pour deux raisons :

1. Lorsque le ruban s'écoule trop vite, le flou de mouvement brouille l'image et fait disparaître les défauts de l'image. Les fonctions d'intercorrélation sont alors prises en défaut, et même une estimation directe « à l'œil » devient délicate. La photo 2.13 illustre ce phénomène.
2. Lorsque le ruban ondule, il sort du plan focale de l'objectif et devient flou à l'image (comme sur les photos 2.14). S'il forme des boucles, il se peut également que le ruban, en remontant, passe dans la ligne de vue et obstrue l'image, comme sur la photo 2.12.

En résumé, les rubans « rapides » se caractérisent par une vitesse d'écoulement supérieure à 5 ou 6 millimètres par seconde, des oscillations de très grande amplitude et de faible fréquence

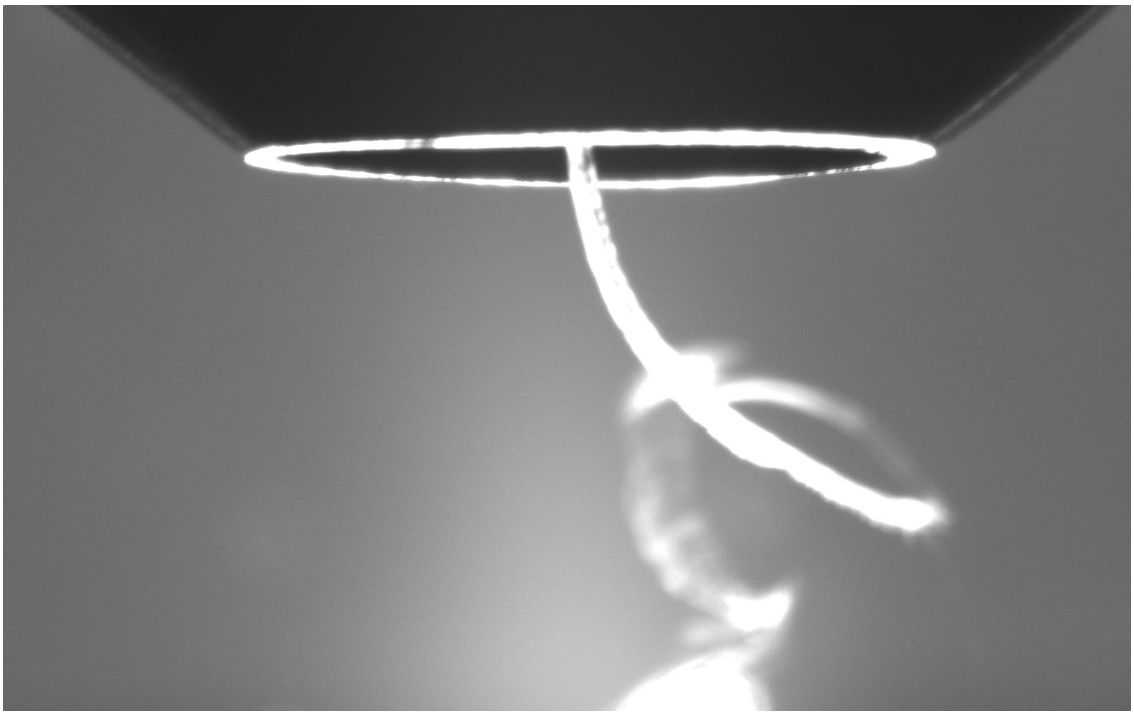


FIGURE 2.12: Photo d'un ruban commençant à former une boucle.

(de l'ordre du hertz). Dans les cas extrêmes, le ruban forme un enroulement qui finit par tomber dans l'enceinte à vide ; cela provoque son évaporation subite et un brusque apport de chaleur qui entraîne la vidange de la cellule.

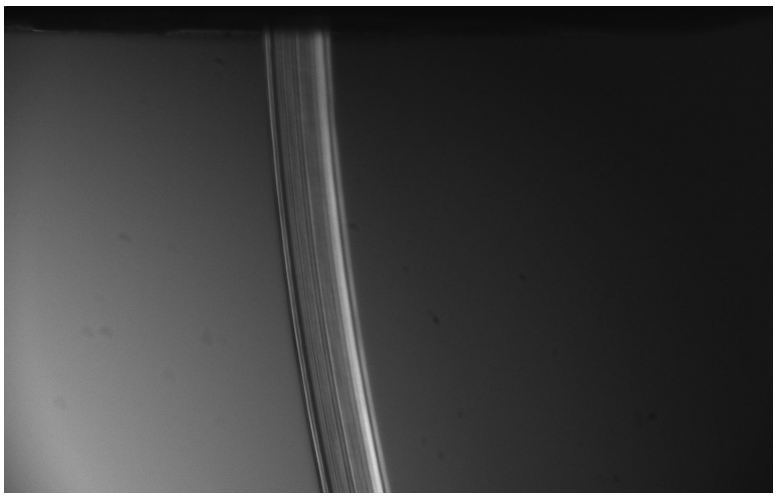


FIGURE 2.13: Photo d'un ruban de 75 micromètres s'écoulant trop vite pour discerner des motifs dans la matière.

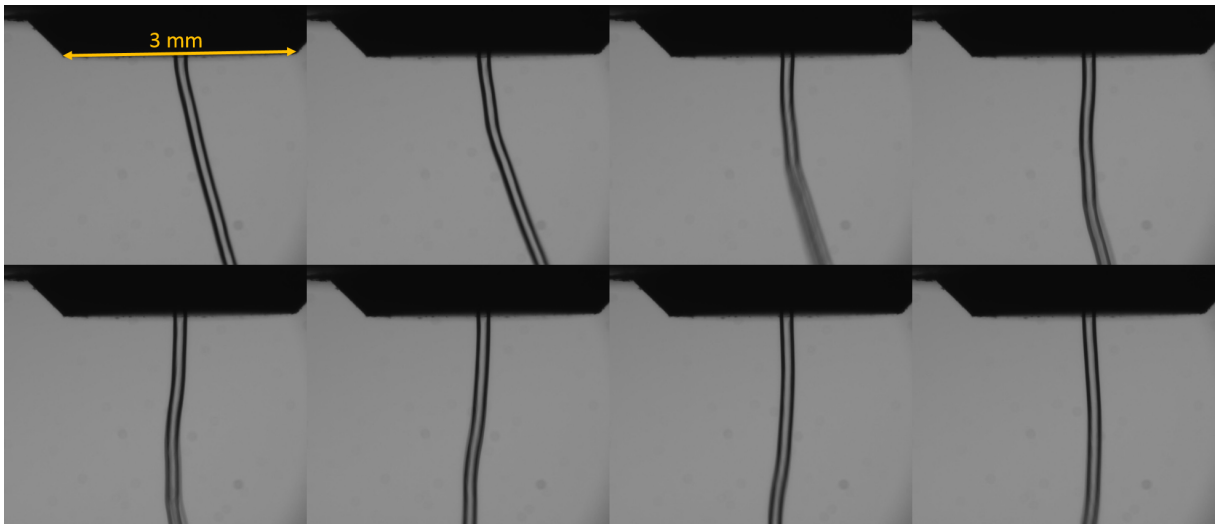


FIGURE 2.14: Images d'un fil s'écoulant trop rapidement ; fréquence d'acquisition : 25 Hz.

2.5 Résultats de la caractérisation des cibles

2.5.1 Résultats de la caractérisation en épaisseur et en stabilité

La caractérisation en épaisseur a permis de vérifier que les épaisseurs des rubans correspondent à quelques micromètres près aux épaisseurs des buses employées ; il s'agit de fait de la précision de la caméra et de l'objectif.

Le second objectif du dispositif est de mesurer la stabilité du ruban. La méthode décrite plus haut a permis de mesurer que, trois millimètres sous la buse, le ruban oscillait sur une amplitude comprise entre 40 et 100 micromètres, selon sa vitesse. Une solution pour réduire l'amplitude des oscillations a consisté à monter une paire de rouleaux quelques millimètres sous la buse

d'extrusion. Le ruban, en s'écoulant, se glisse entre les rouleaux qui le stabilisent. La figure 2.15 montre le positionnement de ces rouleaux par rapport à la buse d'extrusion.

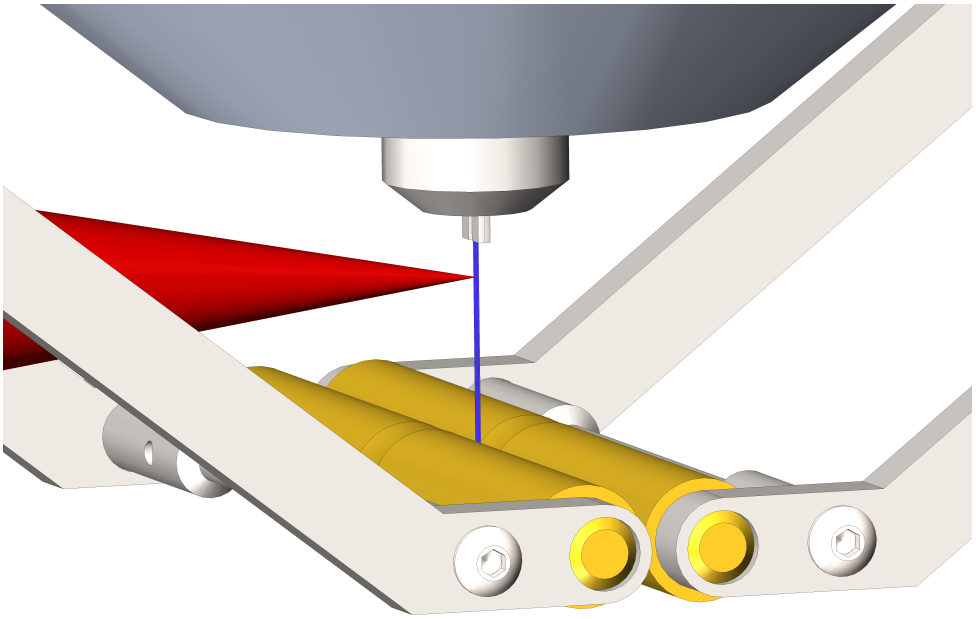


FIGURE 2.15: Dispositif de stabilisation du ruban par rouleaux. Le cône rouge représente le faisceau incident du laser pétawatt Vulcan, au RAL (Royaumes-Unis).

Les rouleaux possèdent deux caractéristiques particulières.

— Les rouleaux sont fixés à l'écran thermique pour des raisons pratiques, mais aucune disposition n'a été prise pour les refroidir activement et réguler leur température. Cela peut paraître surprenant car, intuitivement, on pourrait penser que des rouleaux refroidis à la température de l'hydrogène mettraient en forme le ruban plus facilement. Mais outre le fait que ce refroidissement est rendu très difficile par l'exposition des rouleaux au rayonnement thermique de l'enceinte à vide, avoir des rouleaux « chauds » permet de faire fondre les rubans lorsqu'ils entrent en contact. Ainsi, la longueur du ruban devient une valeur fixe, ce qui permet de mesurer la vitesse d'écoulement grâce à la valeur du vide plus précisément.

— S'ils sont articulés pour pouvoir les ouvrir et les fermer sur le ruban, les rouleaux sont fixes sur leur axe, ils ne tournent pas. Or, en combinant un refroidissement correct et une rotation des rouleaux sur leur axe, on pourrait procéder à un laminage du ruban, ce qui réduirait son épaisseur. Cette méthode est hélas très difficile à mettre en œuvre actuellement car la vitesse d'écoulement doit être très bien connue pour pouvoir réguler la vitesse de rotation des rouleaux correctement.

Les rouleaux ont prouvé leur utilité lors de la seconde campagne expérimentale au RAL, où la stabilité des cibles était bien meilleure que l'année précédente. Les photos 2.16 montrent l'effet des rouleaux de stabilisation sur le ruban. On peut notamment observer que la proximité des rouleaux à tendance à dévier le ruban, probablement à cause du rayonnement thermique qui en est émise.

Cette solution a permis d'améliorer notablement la stabilité du ruban : si la fréquence d'oscillation est restée approximativement la même, l'amplitude a été réduite d'un facteur 2 ou 3. Le diagramme 2.17 montre les amplitudes d'oscillation atteignables en utilisant les rouleaux de stabilisation. Pour avoir un ordre de grandeur, le laser VULCAN au RAL nécessite une amplitude d'oscillation inférieure à 20 micromètres pour pouvoir être correctement focalisé.

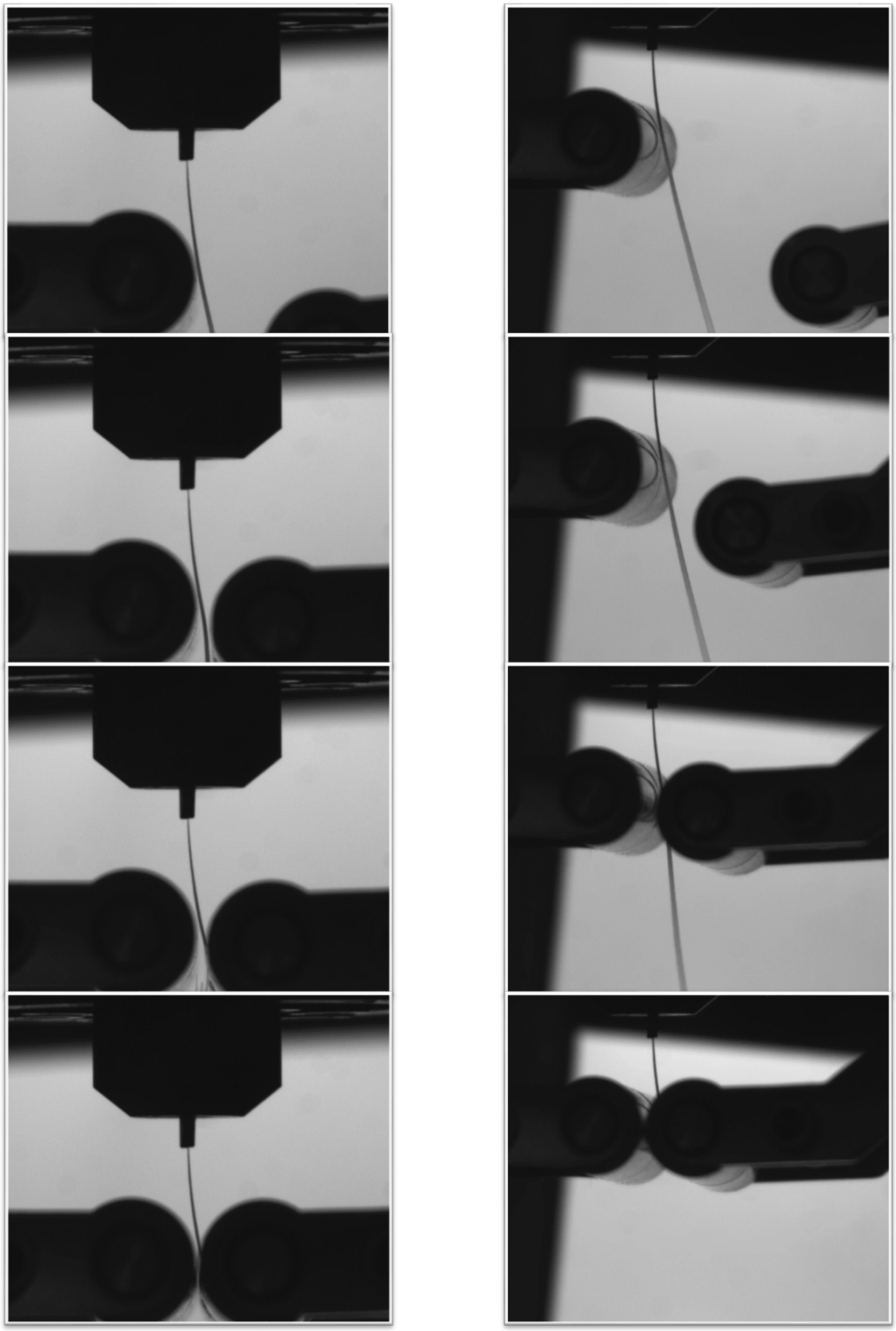


FIGURE 2.16: Coupure du ruban par les rouleaux de stabilisation selon deux points de vue.

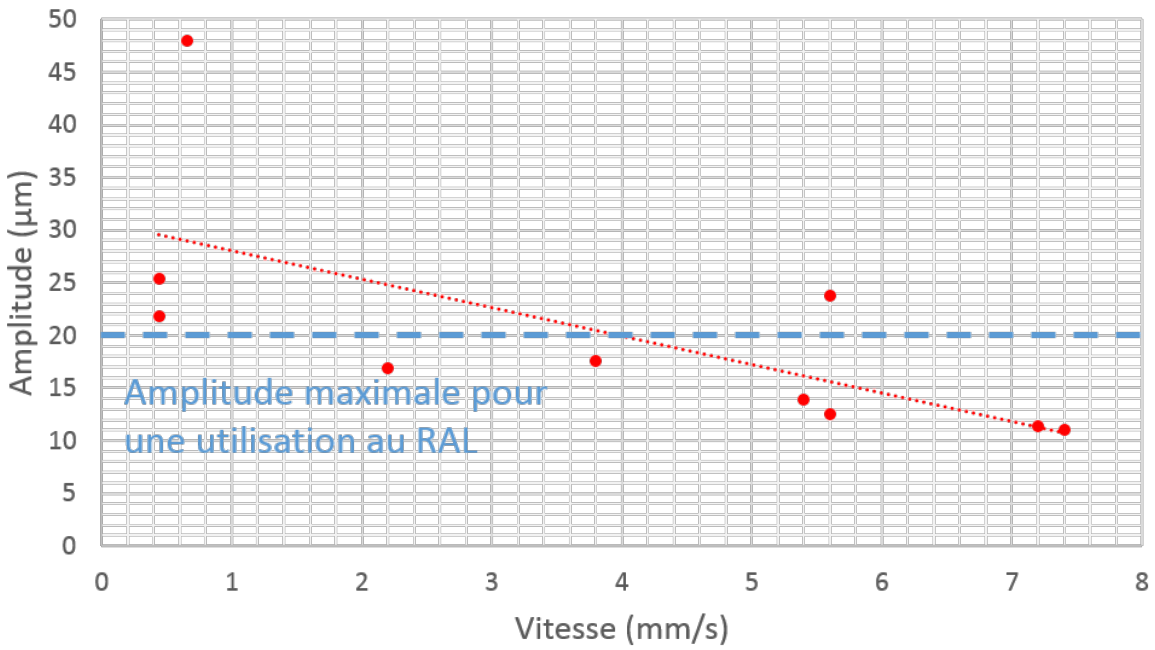


FIGURE 2.17: Évolution de l'amplitude d'oscillation à 3 millimètres d'un ruban de 75 micromètres avec sa vitesse d'extrusion. Les rouleaux de stabilisation sont installés.

2.5.2 Résultats de la caractérisation en vitesse

La précision de la caractérisation vidéo dépend de la fréquence d'acquisition des images et de la conversion des pixels vers les millimètres à l'affichage. La fréquence d'acquisition est de 25 hertz et varie de plus ou moins 1 hertz, soit une précision de 4 %, et la conversion des pixels vers les millimètres est précise à plus ou moins 5 % ; on obtient une précision totale de l'ordre de plus ou moins 9 %. Les résultats de la caractérisation en vitesse en fonction de la température et la pression pour des buses de 75 et 100 micromètres d'épaisseurs sont représentés sur la figure 2.18. Ces mesures sont relativement reproductibles, mais il est courant d'observer des comportements irréguliers parfaitement reproductibles durant l'essai en cours, mais pas d'un essai à l'autre. Un exemple de ces irrégularités est une baisse soudaine de la vitesse lors que la température augmente, comme on peut le voir sur l'extrusion de 75 micromètres à 82 bars ; la vitesse croît comme généralement avec la température jusqu'à 13,5 kelvins, puis diminue entre 13,5 et 13,7 kelvins et croît à nouveau au-delà. En faisant varier cycliquement la température entre 13,0 et 14,0 kelvins, on constate que ce comportement est parfaitement reproductible sans hystérésis ni variation, et ce pendant plusieurs heures. En revanche, si on démarre un nouvel essai avec la même procédure et les mêmes paramètres, cette diminution n'apparait pas et la vitesse se contente de croître comme toutes les autres courbes. Un autre exemple d'irrégularité est visible sur l'extrusion de 100 micromètres à 200 bars. Ici, le ruban est parfaitement standard à basse température, puis devient brutalement instable au-delà de 11 kelvins, sa trajectoire devient chaotique et le ruban s'entortille en boule à la sortie de la buse ; en abaissant la température sous le seuil de 11 kelvins, le ruban redevient stable et s'écoule à vitesse constante. Encore une fois, ce comportement est reproductible tant que l'essai dure, mais pas si on redémarre la machine selon les mêmes paramètres.

Similairement, cette reproductibilité pendant un essai mais pas d'un essai à l'autre s'illustre par la vitesse maximum à laquelle le ruban s'écoule de façon stable : il est impossible de prédire avec précision quelle vitesse maximum sera atteignable *a priori*. De même, la vitesse exacte pour une pression et une température données n'est prévisible qu'avec une précision de l'ordre de plus ou moins 20 %. Heureusement, commander une vitesse exacte au ruban n'est pas encore

nécessaire à l'exploitation des cibles d'ELISE dans les campagnes expérimentales. En revanche, ce manque de contrôle est préjudiciable à notre compréhension de la formation précise du ruban et à sa modélisation. C'est dans ce contexte que le projet d'étude des déformations de l'hydrogène solide est né.

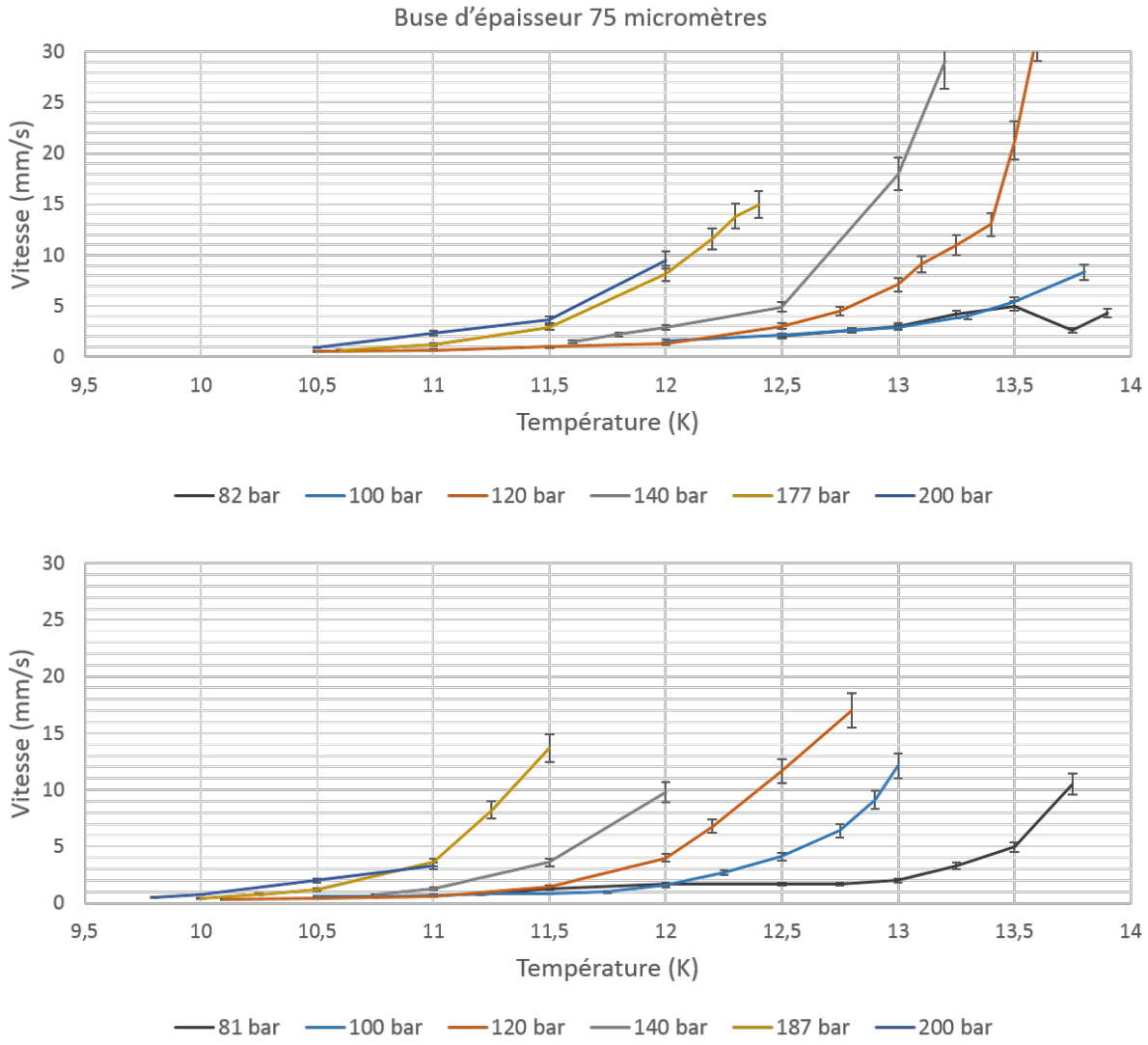


FIGURE 2.18: Évolutions de la vitesse d'extrusion avec la température pour plusieurs pressions de poussée (buse de section rectangulaire de 1 millimètre de large sur 75 et 100 micromètres d'épaisseur, respectivement en haut et en bas). Les valeurs sont données avec une précision de ± 9 % à cause de la résolution des images et de leur fréquence d'acquisition.

Chapitre 3

APRYL : un rhéomètre pour l'hydrogène solide

L'une des contraintes majeures dans le développement des systèmes d'extrusion d'hydrogène solide est le manque d'information concernant les propriétés de déformation mécanique du matériau. Les quelques études touchant à ce sujet (par ordre chronologique : [24], [17] et [25]) ne se recoupent que partiellement et leurs résultats sont généralement peu développés.

L'expérience proposée dans ce manuscrit a été élaborée en collaboration avec la société d'études rhéologiques industrielles "Rhéonova" [1] comme consultant technique pour l'instrumentation du rhéomètre et l'analyse des résultats. Ce projet porte le nom APRYL (APpareil de Rhéologie de l'hYdrogène soLide) ; son objectif est de caractériser les déformations mécaniques de l'hydrogène solides.

3.1 Introduction à la rhéologie

Pour la présenter en trois phrases, la rhéologie est l'étude des écoulements de la matière. Ce terme a été utilisé pour la première fois par Eugene Bingham en 1928 pour décrire ses travaux sur les fluides à seuil. La rhéologie consiste à décrire le comportement des matériaux soumis à des contraintes.

L'objectif de ce chapitre n'est certainement pas de donner un cours sur la mécanique des milieux continus ; on se contentera d'une brève introduction des définitions et représentations usuelles. De plus, l'étude se concentrera sur une approche phénoménologique des écoulements, plutôt que sur une analyse des mécanismes à l'échelle microscopique de la matière.

3.1.1 Contexte de l'étude

L'application d'une force sur un corps va induire des efforts à l'intérieur du matériau, que l'on appelle contraintes. Les contraintes d'un matériau peuvent être représentées par un tenseur de contrainte symétrique T comme dans l'expression 3.1 :

$$T = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \tau_{xy} & \tau_{xz} \\ \tau_{yx} & \sigma_{yy} & \tau_{yz} \\ \tau_{zx} & \tau_{zy} & \sigma_{zz} \end{pmatrix} \tag{3.1}$$

où σ et τ représentent les composantes de la contrainte, homogènes à une pression. Par convention, les termes non-diagonaux représentant les contraintes de cisaillement sont généralement désignés par la lettre τ, tandis que la lettre σ représente les contraintes de compression/extension. Dans cet ouvrage cependant, on réservera la lettre τ pour désigner une grandeur temporelle, et on conservera la lettre σ pour la contrainte de cisaillement.

1. http ://www.rheonova.fr/fr/

L'application d'une force sur un corps va également entraîner une déformation de la pièce. La déformation d'une pièce peut être représentée par un tenseur de déformation E, comme dans l'expression 3.2 :

$$E = \begin{pmatrix} \epsilon_{xx} & \frac{\gamma_{xy}}{2} & \frac{\gamma_{xz}}{2} \\ \frac{\gamma_{yx}}{2} & \epsilon_{yy} & \frac{\gamma_{yz}}{2} \\ \frac{\gamma_{zx}}{2} & \frac{\gamma_{zy}}{2} & \epsilon_{zz} \end{pmatrix} \tag{3.2}$$

De la même façon qu'avec le tenseur de contrainte, on utilise deux lettres distinctes ϵ et γ pour discerner les déformations de compression/extension de celles de cisaillement.

Dans cet ouvrage, on ne s'intéressera qu'aux déformations de cisaillement, c'est-à-dire celles représentées sur la figure 3.1. F représente la force de déformation, A la section de la pièce déformée, l l'épaisseur de la pièce et u le déplacement obtenu en fin de compte. En considérant que cette pièce représente une tranche élémentaire du volume en déformation, on obtient $\sigma_{xy} = \frac{F}{A}$ et $\gamma_{xy} = \frac{u}{l}$.

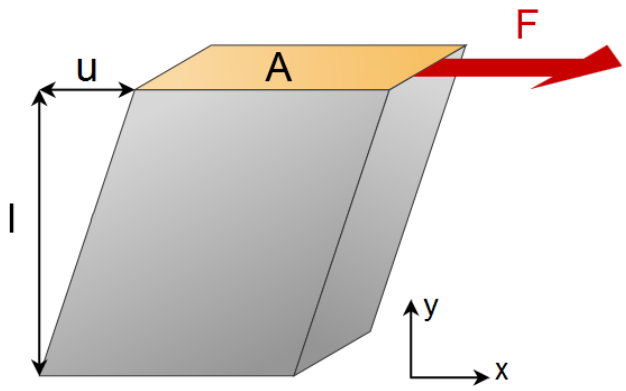


FIGURE 3.1: Schéma de principe du cisaillement.

Cette déformation de la matière, réalisée à une échelle globale du matériau, constitue un « essai de Couette ». Cela consiste donc à considérer que le matériau est compris entre deux plans infinis, espacés d'une distance l et se déplaçant à une vitesse $\frac{du}{dt}$ l'un par rapport à l'autre. Il s'agit de l'expérience que l'on se propose de réaliser avec de l'hydrogène solide dans le cryostat APRYL. En pratique, on remplacera les plans infinis par des surfaces cylindriques, comme représenté sur le schéma 3.2. La déformation étudiée est la déformation du volume d'hydrogène enveloppant la roue (en bleu sur la figure 3.2) délimité par les deux surfaces cylindriques Échangeur/Hydrogène et Hydrogène/Roue, et les couvercles. Le repère dans lequel est effectué l'étude mécanique est celui représenté sur la figure 3.2, où on assimile les surfaces cylindriques à des surfaces planes car l'entrefer est petit devant les rayons des cylindres (d'après H. A. Barnes [26], le rapport de l'entrefer sur le rayon intérieur doit être inférieur à 1 %). On reste donc en coordonnées cartésiennes.

Par souci de lisibilité, les tenseurs et les repères utilisés ne seront pas rappelés dans la suite. On s'attachera uniquement aux composantes de la contrainte σ_{xy} pour la surface cylindrique de la roue et σ_{xz} pour les surfaces planes (les « couvercles »), désignées par leur intégrale σ, tout simplement. Quant aux déformations, seules les composantes γ_{xy} et γ_{xz} seront considérées, désignées par leur intégrale γ.

L'étude mécanique s'attache donc à deux paramètres de l'écoulement :

1. la *contrainte de cisaillement* σ exprimée en pascal (Pa) ;
2. la *déformation de cisaillement* γ, exprimée en mètre par mètre (donc sans unité) ou bien le *taux de cisaillement* $\dot{\gamma}$, ou encore *taux de déformation*, exprimé en « mètre par seconde par mètre » (s^{-1}).

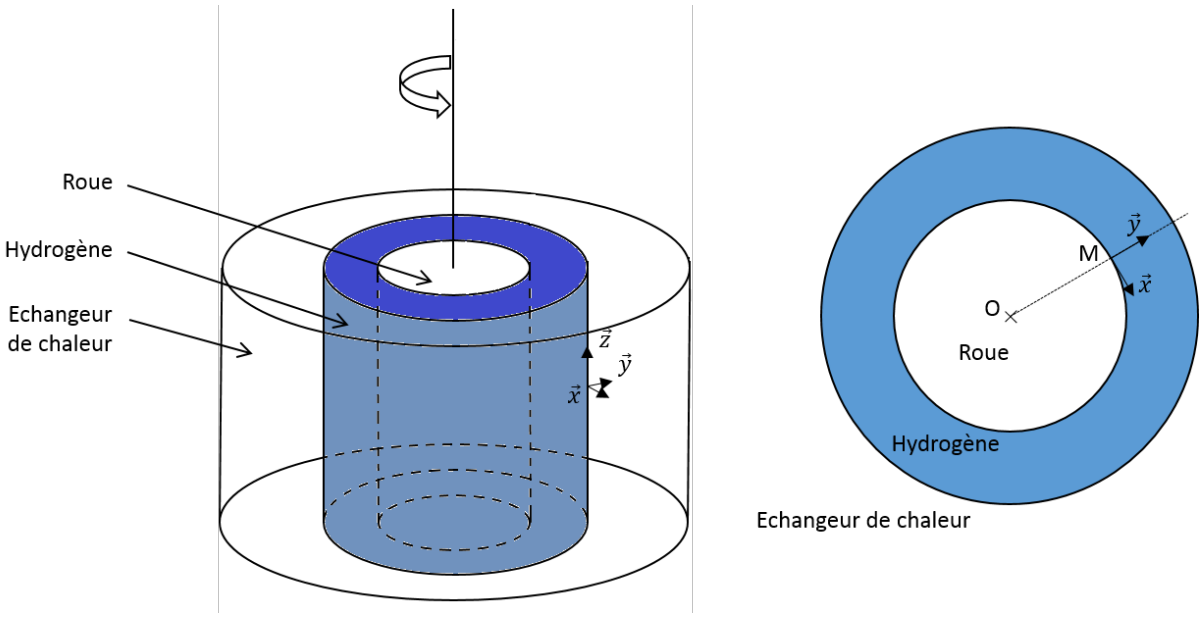


FIGURE 3.2: Principe de fonctionnement d'APRYL et repère orthonormé utilisé implicitement dans tout le chapitre (les proportions ne sont pas respectées).

L'étude de la relation entre la contrainte de cisaillement et la déformation de cisaillement peut se faire selon deux approches : par sa décomposition en phénomènes physiques élémentaires (élasticité, viscosité, etc), ou par l'établissement d'une *loi de comportement* phénoménologique. Une troisième approche, consistant à relier la contrainte et la déformation aux modifications du matériau à l'échelle microscopique, ne sera pas abordée dans ce manuscrit.

3.1.2 Les déformations élémentaires théoriques

Avant d'aborder les modèles classiquement utilisés pour décrire le comportement des matériaux, il convient de faire le point sur la définition des termes employés :

Une déformation peut être :

— élastique : elle emmagasine l'énergie de déformation sous forme d'énergie potentielle élastique, puis la restitue dès que possible. La déformation est *instantanée* et *réversible*. La tendance d'un matériau à retrouver sa forme initiale après avoir été déformé indique un caractère élastique ;

— plastique : elle dissipe l'énergie de déformation, généralement sous forme de chaleur. La déformation est *permanente*. À l'inverse de l'élasticité, la tendance d'un matériau à conserver la forme après avoir été déformé indique un caractère plastique. Une déformation plastique peut être localisée dans une petite portion du corps, ou bien établie dans tout son volume ;

— visqueuse : elle dépend du temps et éventuellement des variations des paramètres de contrainte et de déformation au cours du temps. Elle est toujours accompagnée d'une composante plastique et/ou élastique.

On peut ainsi construire les modèles des solides visco-élastiques, visco-plastiques ou visco-élasto-plastiques, qui sont des combinaisons de plusieurs types de déformation.

Le solide élastique parfait

Ce modèle consiste à considérer le matériau comme un solide élastique. Le matériau se déforme proportionnellement à la contrainte et atteint un équilibre instantanément. Son équation

rhéologique correspond à la *loi de Hooke*, elle s'écrit selon l'équation 3.3. Un tel solide peut être représenté par un ressort de raideur k, comme indiqué sur la figure 3.3.

$$\sigma = k.\gamma \tag{3.3}$$

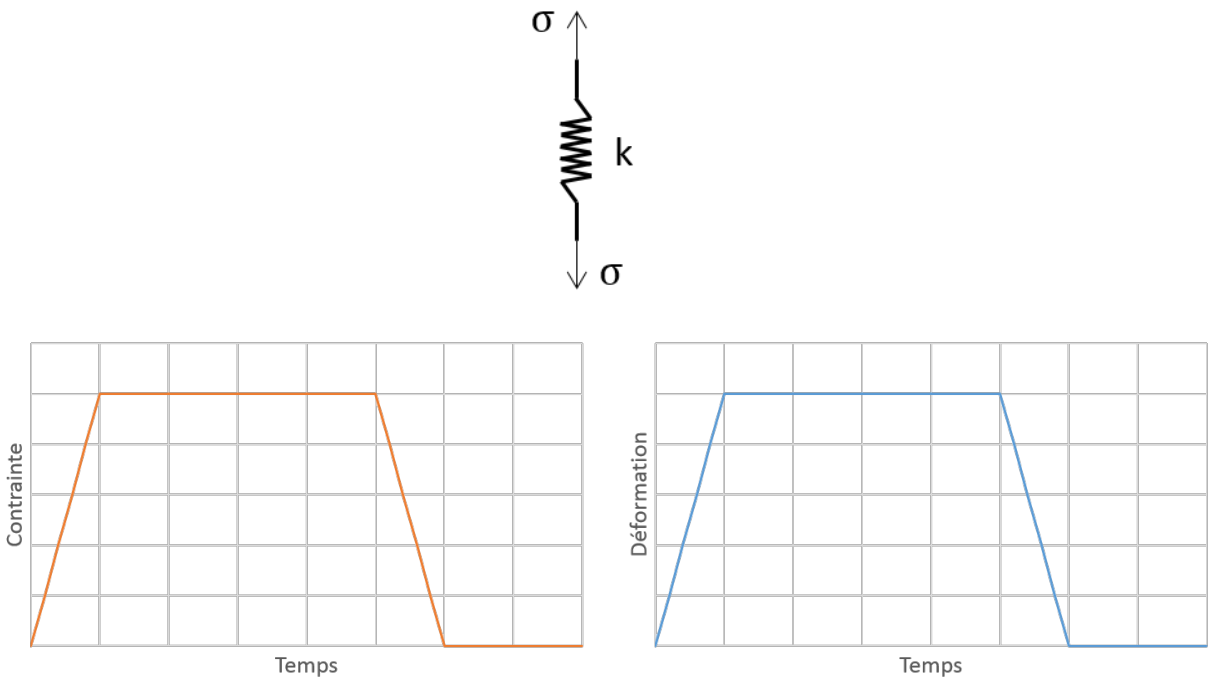


FIGURE 3.3: Modélisation d'un solide élastique parfait, ainsi que sa réaction à une déformation simple (sa contrainte en orange, à gauche, et sa déformation en bleu, à droite).

La plupart des aciers en faibles déformations peuvent généralement être représentés par des solides élastiques parfaits.

Le fluide visqueux newtonien

Ce deuxième modèle rhéologique élémentaire consiste à considérer un matériau en déformation purement visqueuse et qui se déforme proportionnellement au taux de déformation. La loi associée est la suivante :

$$\sigma = \eta.\dot{\gamma} \tag{3.4}$$

Ce matériau peut être représenté par un amortisseur de viscosité η comme sur la figure 3.4. L'eau est un bon exemple de matériau visqueux newtonien.

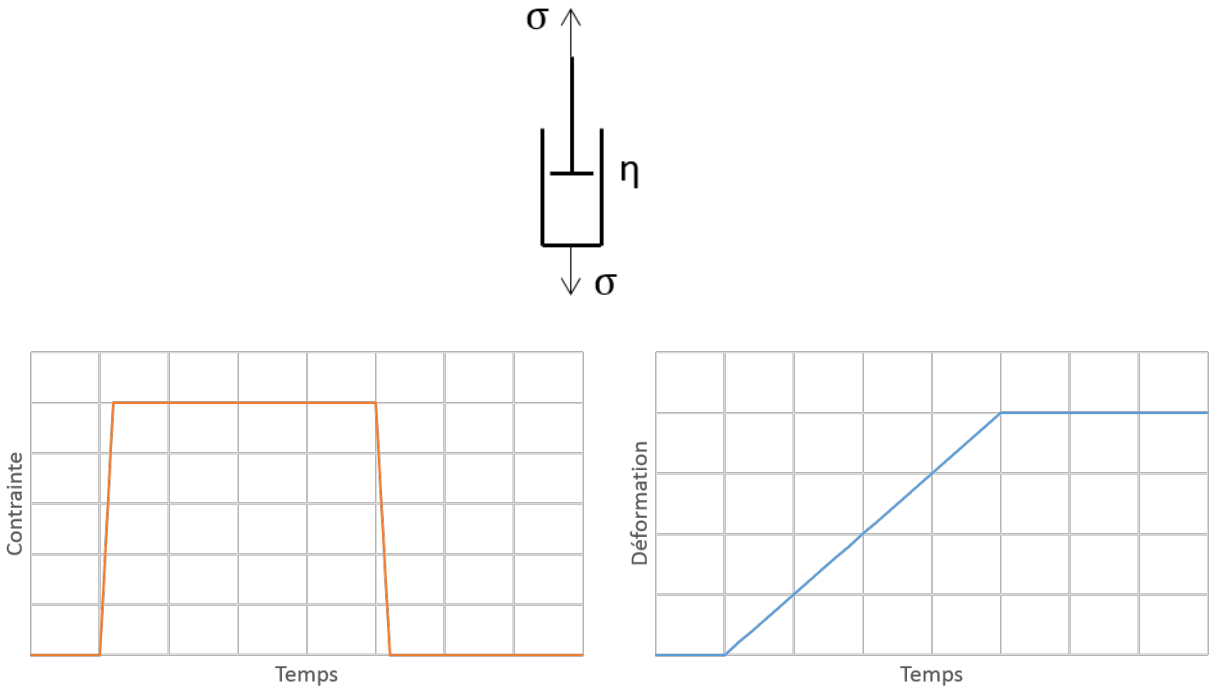


FIGURE 3.4: Modélisation d'un fluide visqueux newtonien, ainsi que sa réaction à une déformation simple (sa contrainte en orange, à gauche, et sa déformation en bleu, à droite).

Les solides de Kelvin-Voigt et de Maxwell

Le modèle de Kelvin-Voigt (prononcer « Voït ») décrit un matériau possédant une déformation visco-élastique. Il consiste en la mise en parallèle d'un ressort et d'un amortisseur (voir la figure 3.5). Son comportement est le suivant :

— soumis à une contrainte permanente, il se déformera jusqu'à ce que l'intégralité de la contrainte soit portée par le ressort ;

— soumis à une contrainte temporaire, il reprendra sa forme initiale au bout d'un certain temps de repos grâce à l'action du ressort et malgré l'amortisseur ;

— soumis à une impulsion de contrainte, il ne se déformera pas grâce à l'amortisseur.

Son équation rhéologique est la suivante :

$$\sigma = \eta.\dot{\gamma} + k.\gamma \tag{3.5}$$

Le modèle de Maxwell est l'inverse de celui de Kelvin-Voigt : le ressort et l'amortisseur sont cette fois placés en série (voir la figure 3.5). Le solide possède alors une déformation visco-plastique :

— soumis à une contrainte permanente, il se déformera à vitesse constante grâce à l'amortisseur ;

— soumis à une contrainte temporaire, il ne retrouvera pas sa forme initiale. Le ressort provoquera peut-être un retour partiel vers la forme initiale, mais la déformation de l'amortisseur ne sera pas récupérée ;

— soumis à une impulsion de contrainte, il se déformera uniquement élastiquement.

Son équation rhéologique est la suivante :

$$\dot{\gamma} = \frac{1}{k}.\dot{\sigma} + \frac{1}{\eta}\sigma \tag{3.6}$$

On peut également généraliser ces modèles de Kelvins-Voigt et Maxwell en construisant en série ou en parallèle plusieurs de ces solides. On peut ainsi décrire un vaste panel de déformations

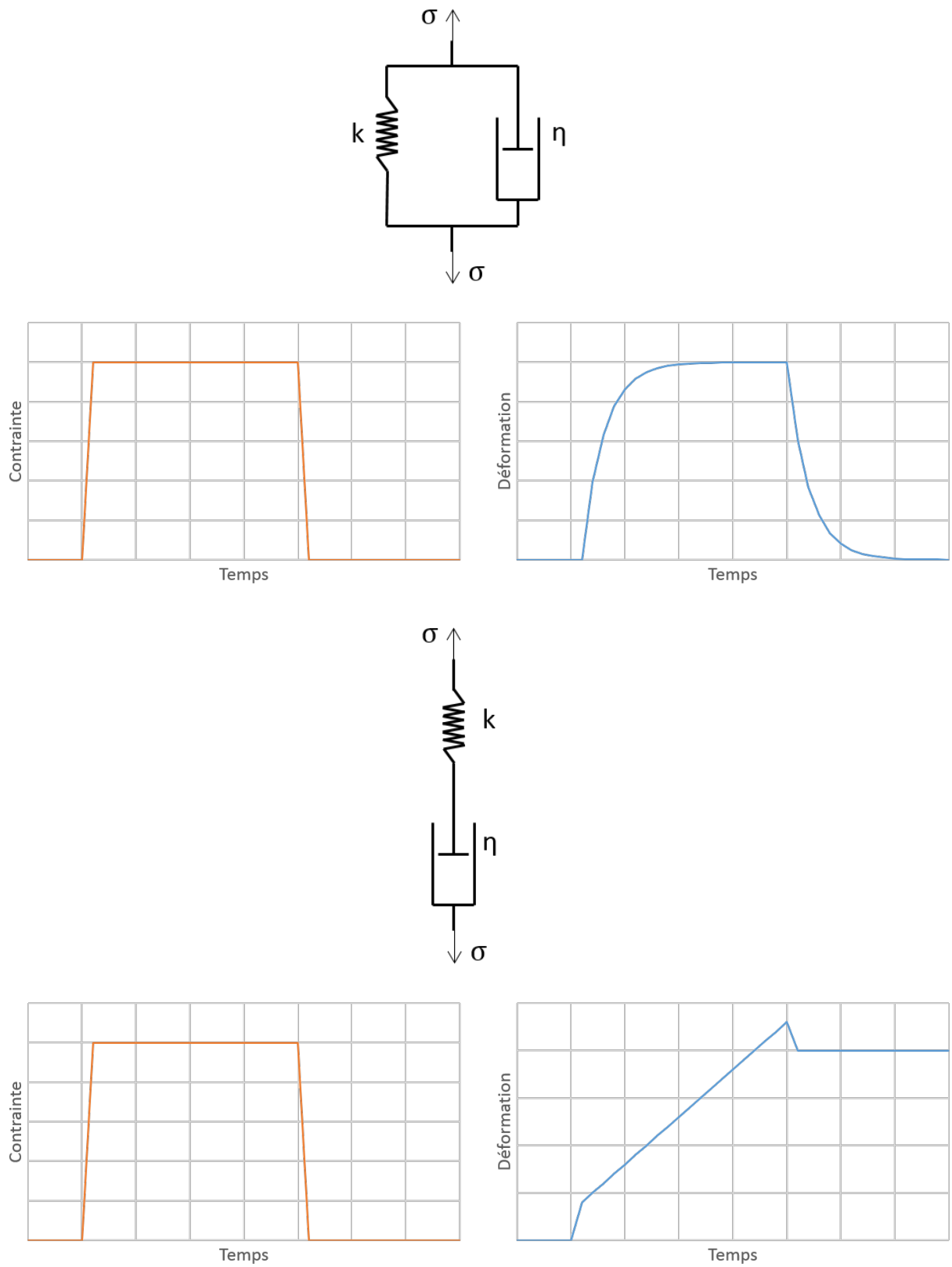


FIGURE 3.5: Modèles des solides visco-élastique de Kelvin-Voigt et visco-plastique de Maxwell, ainsi que leur réaction à une déformation simple (comme précédemment, la contrainte en orange, à gauche, et la déformation en bleu, à droite).

linéaires. Le solide de Maxwell généralisé par exemple, consiste en l'association en série d'un ressort, d'un amortisseur et d'une succession de N solides de Kelvin-Voigt.

Le frottement solide

Le frottement solide représente la contrainte seuil à dépasser pour démarrer la déformation. Son équation est la suivante :

$$\begin{cases} \sigma = \sigma_0 & \text{si } |\dot{\gamma}| > 0 \\ \dot{\gamma} = 0 & \text{si } \sigma < \sigma_0 \end{cases} \tag{3.7}$$

Le frottement solide est représenté par un patin de contrainte σ_0 comme sur la figure 3.6. Cet élément introduit une déformation non-linaire et peut être associé aux modèles de Kelvin-Voigt ou de Maxwell si nécessaire. À titre d'exemple, la pâte à modeler possède une contrainte seuil qui l'empêche de s'effondrer sous son propre poids.

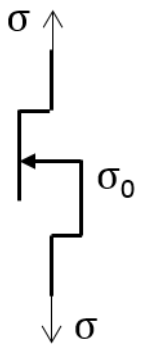


FIGURE 3.6: Schéma correspondant à un frottement solide ou une contrainte seuil.

3.1.3 La rhéologie phénoménologique

La seconde approche pour décrire la rhéologie des matériaux consiste en une étude plus utilitariste et empirique que les modèles théoriques précédents. L'objectif d'une telle étude phénoménologique consiste à déterminer un modèle reliant la contrainte de cisaillement et le taux de cisaillement. Un tel modèle est appelé la *loi de comportement* propre au matériau, qui peut dépendre de nombreux facteurs comme la température ou l'histoire du matériau par exemple. Par anglicisme, cette loi est parfois appelée *loi constitutive*.

Les deux types de déformation particulièrement importants dans l'étude présentée dans ce manuscrit sont l'écoulement et le fluage. Dans le cas de l'écoulement, la contrainte de cisaillement est supérieure à la limite élastique et le matériau entre en déformation à vitesse constante. C'est son taux de déformation qui est étudié. Dans le cas du fluage, la contrainte de cisaillement est inférieure à la limite élastique ; le matériau se déforme lentement et à vitesse variable, jusqu'à sa rupture. Dans ce cas, c'est la quantité de déformation qui est mesurée.

L'écoulement

L'écoulement est une déformation plastique et visqueuse qui survient lorsque la contrainte est supérieure à la limite élastique du matériau. Après une phase transitoire de mise en écoulement, la déformation passe dans un régime permanent caractérisé par sa vitesse constante. Contrairement à une simple déformation plastique locale, un écoulement présente un champ de vitesse dans l'ensemble du matériau en déformation.

Les modèles théoriques du fluide visqueux newtonien et du solide élastique parfait ne décrivent pas correctement beaucoup de matériaux, notamment :

— les fluides non-newtoniens comme les crèmes, les gels, le sang, la pâte dentifrice, la mayonnaise, la boue, la lave... ;

— les solides en contrainte sur de très longues périodes comme les piliers d'un pont, les tunnels miniers, les plaques tectoniques...

Pour cette raison, il existe des modèles empiriques basés sur l'observation des déformations usuelles qui permettent de construire plusieurs modèles phénoménologiques de base :

1. les fluides newtoniens (selon l'équation 3.4)
2. les fluides à seuil, qui ne s'écoule que lorsqu'une certaine contrainte seuil σ_0 est atteinte ; le modèle de Bingham, par exemple, décrit un fluide à seuil se comportant comme un fluide newtonien lorsque sa contrainte seuil est dépassée :

$$\begin{cases} \sigma = \sigma_0 + K \cdot \dot{\gamma} & \text{si } \dot{\gamma} > 0 \\ \dot{\gamma} = 0 & \text{si } \sigma < \sigma_0 \end{cases} \tag{3.8}$$

3. les fluides rhéo-épaississant et rhéo-fluidifiant, dont la viscosité varie avec le taux de cisaillement ; plus le taux de cisaillement est élevé, plus la viscosité sera élevée/faible pour un fluide rhéo-épaississant/rhéo-fluidifiant. Leur loi de comportement peut prendre plusieurs forme, comme par exemple celle d'une loi de puissance :

$$\sigma = K \cdot \dot{\gamma}^n \quad \text{avec} \quad \begin{array}{l} n > 1 \text{ (rhéo-épaississant)} \\ n < 1 \text{ (rhéo-fluidifiant)} \end{array} \tag{3.9}$$

4. une combinaison des modèles précédents, comme par exemple le modèle de Herschel-Bulkley, qui combine une loi de puissance et un effet de seuil :

$$\begin{cases} \sigma = \sigma_0 + K \cdot \dot{\gamma}^n & \text{si } \dot{\gamma} > 0 \\ \dot{\gamma} = 0 & \text{si } \sigma < \sigma_0 \end{cases} \tag{3.10}$$

Ces différents modèles sont représentés sur le rhéogramme ci-dessous :

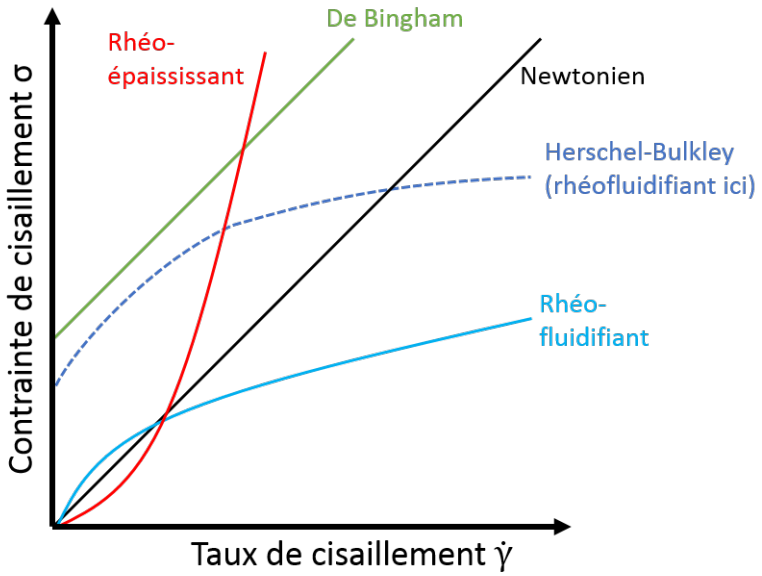


FIGURE 3.7: Les modèles des lois de déformation les plus courants. Les travaux de J. Leachman [25] suggèrent que l'hydrogène solide se comporte comme un fluide de Herschel-Bulkley rhéo-fluidifiant.

Les résultats obtenus par J. Leachman dans sa thèse [25] indiquent que l'hydrogène solide peut être représenté par le modèle de Herschel-Bulkley. Il s'agit d'un résultat que l'on s'attend à retrouver dans l'expérience à vitesse constante.

Déterminer la loi de déformation de l'hydrogène solide consiste donc à déterminer le coefficient K, le degré de rhéo-fluidification n et la contrainte seuil σ_0. La définition de la contrainte seuil est cependant plus complexe qu'il n'y paraît et nécessite de s'y attarder. Les développements qui suivent sont issus des échanges avec la société de rhéologie Rhéonova.

On peut définir la contrainte seuil σ_0 de deux façons : il peut s'agir de la contrainte à partir de laquelle le matériau s'écoule, ou bien de la contrainte mesurée lorsque le taux de déformation tend vers zéro. Or, pour certains matériaux, on peut observer que la contrainte évolue de façon particulière aux taux de déformation très faibles : au-delà d'un taux de déformation critique $\dot{\gamma}_c$, le matériau se comporte comme un fluide de Herschel-Bulkley de contrainte seuil σ_D, mais c'est la contrainte σ_S que l'on mesure à taux de cisaillement infiniment lent. Enfin, la contrainte de mise en écoulement que l'on mesure réellement peut être bien supérieure à ces contraintes σ_S et σ_D à cause d'effets visqueux dans le matériau. Cette contrainte de mise en écoulement, notée σ_E, n'est représentative du seuil théorique σ_0 en aucune façon. Le diagramme 3.8 résument toutes ces définitions de contraintes seuil.

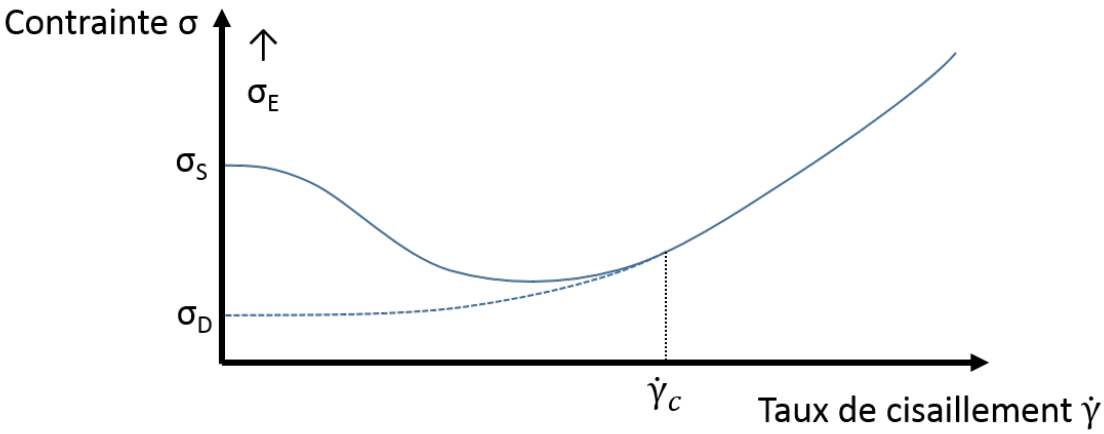


FIGURE 3.8: Exemple d'évolution de la contrainte dans un matériau pour des taux de déformation très faibles.

Ainsi, pour modéliser l'écoulement d'un tel matériau, il faut prendre comme paramètre σ_0 la contrainte seuil apparente σ_D (également appelée « contrainte seuil dynamique »), et il faut dépasser la contrainte σ_E (appelée « contrainte seuil statique ») pour entrer en régime d'écoulement. Ce comportement aux très faibles taux de déformation peut s'expliquer par la capacité du matériau à régénérer les liaisons covalentes et/ou cristallines qui assurent sa cohésion ; lorsque le taux de déformation devient trop important, le matériau subit des réarrangement microscopiques qui modifient sa viscosité.

Le fluage

Le fluage est une déformation plastique qui a lieu sous des contraintes inférieures à la limite élastique du matériau ; il s'agit d'une déformation qui évolue dans le temps. Il n'existe pas de « contrainte seuil de fluage » en dessous de laquelle il n'y a pas de fluage : tous les matériaux fluent, mais cette déformation est parfois si lente qu'elle est négligée. Dans le cas des aciers par exemple, le fluage peut prendre des dizaines de milliers d'heures pour être mesurable (voir la revue de G. Murry [27]). Un essai typique de fluage en traction consiste à attacher une masse

à une éprouvette test et à mesurer son allongement avec le temps. La figure 3.9 montre deux exemples représentatifs de courbes de fluage résultant d'un tel essai.

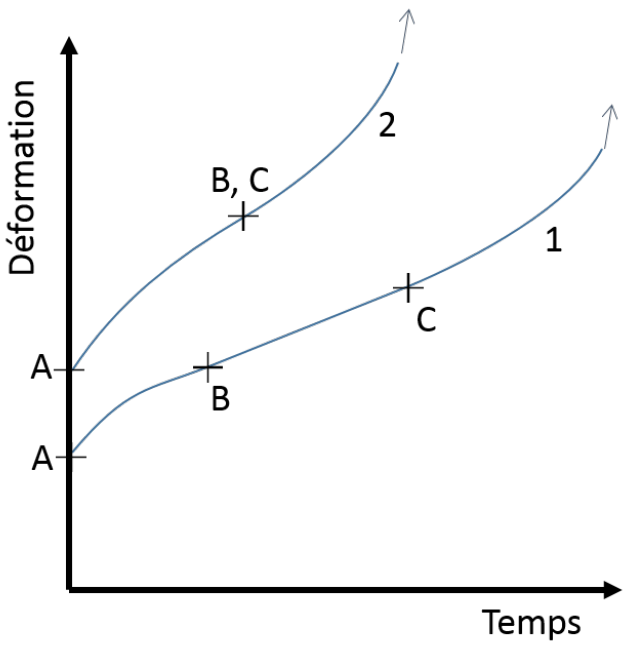


FIGURE 3.9: Courbes de fluage typiques d'un acier [27] -A est la mise en charge, AB la zone de fluage primaire, BC la zone de fluage secondaire, C- le fluage tertiaire.

On peut décomposer ces courbes en quatre temps :

1. Le point A marque la mise en charge : lorsque l'on dépose la charge sur l'éprouvette, elle subit tout d'abord une déformation instantanée. L'ampleur de cette déformation dépend du module d'Young et de la contrainte engendrée par la charge. Cette déformation n'est pas du fluage à proprement parler, mais une déformation élastique.
2. La zone AB correspond au fluage primaire, caractérisé par une vitesse de déformation continûment décroissante.
3. La zone BC correspond au fluage secondaire, caractérisé par une vitesse constante appelée « vitesse minimale de fluage ». Dans certains cas, cette zone est réduite à un simple point d'inflexion (comme sur la courbe 2 de la figure 3.9) et certains résultats (comme ceux de Hart [28]) montreraient même que c'est toujours le cas. Ce fluage secondaire ne serait que le symptôme d'appareils de mesure insuffisamment sensibles.
4. La zone au-delà du point C représente le fluage tertiaire, caractérisée par une vitesse de déformation continûment croissante, qui mènerait à la rupture de l'éprouvette test. Ce point C est généralement appelé « point d'endommagement », bien qu'il n'y ait pas de critère pour le situer précisément sur une courbe de fluage. Dans les tests d'extensométrie, l'accélération du fluage est amplifiée par le rétrécissement de la section de l'éprouvette, qui correspond à une augmentation de la contrainte. Dans le cas d'APRYL où le fluage est en cisaillement circulaire, cet endommagement correspond à une mise en écoulement.

La modélisation des différentes étapes du fluage est très délicate et aucune loi universelle n'a été déterminée à ce jour [27]. Concernant l'hydrogène, les seuls travaux réalisés sont ceux de Krupskii [29], en 1977, puis d'Alekseeva [30], en 1982. Leurs travaux visaient à mettre en évidence certains mécanismes quantiques dans l'hydrogène solide aux très basses températures, c'est-à-dire en dessous de 4,2 kelvins. Leurs quelques résultats aux températures plus élevées constituent néanmoins une bonne base pour modéliser le fluage créé par APRYL.

Pour le fluage primaire tout d'abord, Alekseeva propose deux formules [30] pour une température et une contrainte données :

$$\begin{aligned} \gamma &= k \ln(1 + b \cdot t) \\ \gamma &= A \cdot t^n \end{aligned} \tag{3.11}$$

avec k, b, A et n des paramètres dépendant des conditions de température et de contrainte, n étant compris entre 0 et 1. Alekseeva suggère que, proche de la température de fusion, la formule en puissance serait plus plausible.

Pour le fluage tertiaire ensuite, Krupskii n'est pas parvenu à établir de loi efficace, mais il a calculé que l'évolution de la déformation devrait suivre une loi en puissance de degré 3 [29]. Il a également mis en exergue le changement de comportement entre le fluage primaire et tertiaire, et l'apparition d'un fluage secondaire intermédiaire lorsque la température dépasse les 10 kelvins.

L'élasticité et la viscosité

Les précédentes expériences décrivent la réaction d'un matériau à des commandes statiques en déformation ou en contrainte. Il existe également des méthodes dynamiques pour étudier le comportement d'un matériau, notamment l'étude du cisaillement oscillant qui permet d'étudier la part des effets élastiques et visqueux dans la déformation d'un matériau. L'idée est la suivante : on applique au matériau une déformation (ou une contrainte) sinusoïdale et on mesure l'amplitude et le déphasage de la contrainte (ou de la déformation). On peut ainsi obtenir une expression de la viscosité équivalente complexe reliant la contrainte et la déformation, et ainsi mesurer les parts élastiques et visqueuses de la réaction du matériau. Cette expérience n'a encore jamais été menée sur de l'hydrogène solide, il n'en existe donc aucune trace dans la littérature scientifique.

En appliquant une déformation qui varie sinusoïdalement au cours du temps, on obtient une contrainte qui varie également sinusoïdalement et à la même fréquence, à condition que les équations reliant ces deux grandeurs soient linéaires. On utilise une notation complexe :

$$\begin{aligned} \underline{\gamma}(t) &= \Gamma \cdot e^{i\omega t} \\ \underline{\sigma}(t) &= \Sigma \cdot e^{i(\omega t + \phi)} \end{aligned} \tag{3.12}$$

On peut ensuite définir un module de rigidité complexe $\underline{G}$ reliant $\underline{\sigma}$ et $\underline{\gamma}$ de la façon suivante : $\underline{\sigma} = \underline{G} \cdot \underline{\gamma}$. On peut alors écrire :

$$\underline{G} = \frac{\Sigma}{\Gamma} e^{i\phi} = G' + iG'' \tag{3.13}$$

avec les parties réelle et imaginaire G' et G'', respectivement le module élastique et le module visqueux de la réaction du matériau. Dans une approche énergétique, ces deux modules sont aussi appelés « module de conservation » et « module de perte » respectivement.

En pratique, lors de l'application d'une déformation oscillante d'amplitude Γ et de fréquence $f = \frac{\omega}{2\pi}$, on mesure une contrainte oscillante d'amplitude Σ et de même fréquence, avec un déphasage temporel $\delta = \frac{\phi}{\omega}$. On peut alors déterminer les composantes du module de rigidité ainsi :

$$\begin{aligned} G' &= \tfrac{\Sigma}{\Gamma} cos(\delta\omega) \\ G'' &= \tfrac{\Sigma}{\Gamma} sin(\delta\omega) \end{aligned} \tag{3.14}$$

Le principal désavantage de cette expérience, si on cherche à l'appliquer à l'hydrogène solide, est qu'elle ne peut fonctionner que lorsque la contrainte et la déformation sont reliées linéairement. Autrement dit, si on passe une contrainte seuil ou que le cristal se rompt ou se réarrange, la grandeur mesurée ne sera plus une sinusoïde et les équations 3.12, 3.13 et 3.14 ne seront plus valables.

3.1.4 La rhéologie en pratique

Dans un aspect plus pratique, l'expérience qui est mise en place durant cette thèse est l'expérience de Couette. Le matériau étudié est placé entre deux plans, l'un fixe et l'autre mobile ; le mouvement relatif des deux plans induit une déformation dans le matériau et l'instrumentation des plans permet de mesurer le déplacement du plan mobile ainsi que la résistance du matériau. On peut donc en tirer la relation entre σ et $\dot{\gamma}$. La figure 3.10 illustre ce type d'expérience avec deux plans et avec deux cylindres.

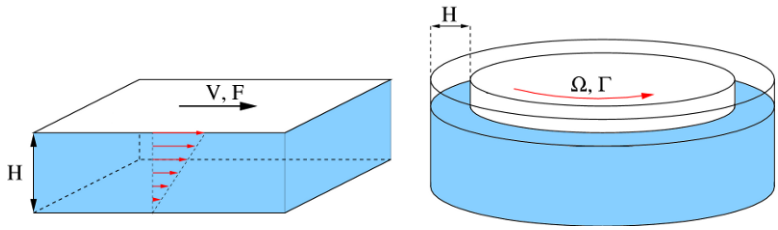


FIGURE 3.10: Principe de l'essai de Couette.

La géométrie cylindrique est bien plus simple à mettre en œuvre ; c'est cette solution qui a été retenue pour APRYL. Dans le cas du rhéomètre cylindrique, le cylindre central est appelé « cisailleur » – raccourci « cisso » – ou « *vane* » en anglais. Un rhéomètre cylindrique dont le cisso est fixe et le contenant mobile est appelé « rhéomètre de Couette », tandis que son homologue à cisso mobile et contenant fixe est nommé « rhéomètre de Searle ».

Un rhéomètre pour fluides cryogéniques comme l'hydrogène solide a été fabriqué par Jacob W. Leachman pour sa thèse en 2010 [25]. L'objectif principal de son expérience était de mesurer les transferts de chaleur dans les gaz cryogéniques solidifiés. Ainsi, ses mesures de rhéologie constituaient des résultats relativement annexes dans ses travaux et n'ont donc pas bénéficié de l'approfondissement nécessaire pour bien comprendre la loi d'écoulement de l'hydrogène solide. Ses résultats constituent néanmoins une bonne base pour prédire les résultats attendus avec APRYL.

Leachman a réalisé ses mesures pour des températures comprises entre 12 et 14 K, pour des taux de déformation allant de 0,1 à 0,8 1/s. APRYL a elle pour objectif de réaliser ces mesures pour des températures comprises entre 10 et 14 K et pour des taux de cisaillement allant de 0,01 à 2,0 1/s.

3.2 Conception du rhéomètre

APRYL est un rhéomètre de Searle pour l'hydrogène solide. Sa fonction principale est de mesurer la relation entre la contrainte et le taux de déformation de l'hydrogène solide pendant son écoulement, pour en déterminer une loi de comportement. Cette partie présente le système ainsi que les calculs qui ont guidé sa conception.

3.2.1 Dimensionnement du cryostat

Les données disponibles concernant la rhéologie de l'hydrogène solide étant insuffisantes pour optimiser le dispositif, une partie du dimensionnement s'est basé sur les dimensions d'ELISE, puisque la principale raison d'être du projet APRYL consiste à appliquer les mesures des propriétés de l'hydrogène solide à ELISE (voir le chapitre 2). On cherche donc à établir la loi de déformation de l'hydrogène solide pour des températures comprises entre 10 kelvins et 14 kelvins. Comme évoqué précédemment, le principe de fonctionnement d'APRYL est celui d'un rhéomètre de Searle : une cuve fixe refroidie contient l'hydrogène solide et une roue à ailettes tournante induit une déformation, comme illustré sur la figure 3.11. L'hydrogène solide résiste

à cette déformation et crée un couple résistant. La température, le couple résistant et la vitesse angulaire sont mesurés ; le couple M est l'image de la contrainte dans le matériau σ et la vitesse angulaire Ω est l'image du taux de déformation $\dot{\gamma}$.

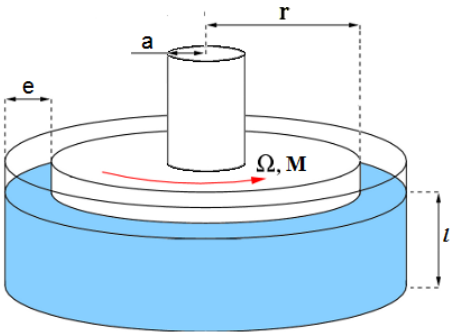


FIGURE 3.11: Schéma simplifié et annoté d'un rhéomètre cylindrique.

L'aspect mécanique

Barnes et Nguyen ont proposé en 2001 un récapitulatif des études portées sur les rhéomètres et la géométrie des roues à aubes censées mettre le matériau sous contrainte [26]. Cette revue affirme notamment que le lieu de concentration des contraintes se trouve sur le cylindre circonscrit aux pales du cisso. On peut exprimer la relation entre la contrainte σ à appliquer sur le matériau et le couple M du cisso ainsi :

$$\begin{aligned} M_{surfaceLatérale} &= 2\pi \cdot \sigma \cdot l \cdot r^2 \\ M_{bas} &= \tfrac{2}{3}\pi \cdot \sigma \cdot r^3 \\ M_{haut} &= \tfrac{2}{3}\pi \cdot \sigma \cdot (r^3 - a^3) \end{aligned} \tag{3.15}$$

avec $a = 7$ millimètres le rayon de l'axe tournant et $r = 10$ millimètres le rayon du cisso, comme indiqué sur le schéma 3.11.

La relation entre le couple total et la contrainte est alors la somme des trois (en unité SI) :

$$\sigma = \frac{M}{2\pi r^3}\left(\frac{l}{r} + \frac{1}{3} + \frac{r^3 - a^3}{3.r^3}\right)^{-1} \tag{3.16}$$

On peut aussi calculer le taux de déformation à partir de Ω la vitesse de rotation du cisso :

$$\dot{\gamma} = \frac{r.\Omega}{e} \tag{3.17}$$

Deux hypothèses sont nécessaires à la validité de ces formules :

— On suppose qu'il n'y a pas de glissement entre l'hydrogène et les parois métalliques du contenant grâce aux cannelures. Le travail de H. Barnes et Q. Nguyen (voir [26]) montre bien que la présence de ces cannelures annule le glissement. La photo 3.12 montre une vue de ces ailettes et cannelures.

— L'équation 3.17 n'est valable que pour les déformations planaires. La littérature scientifique en rhéologie (notamment [26]) considère généralement que l'approximation planaire est valable localement lorsque le rapport $\frac{e}{r}$ est inférieur à 0,01. Dans APRYL, ce rapport vaut 0,1 ; on fait néanmoins l'hypothèse que l'entrefer e est suffisamment petit devant le rayon du cisso r pour que, sur la géométrie globale, l'équation reste correcte (voir la figure 3.11 pour la nomenclature des grandeurs géométriques employées).

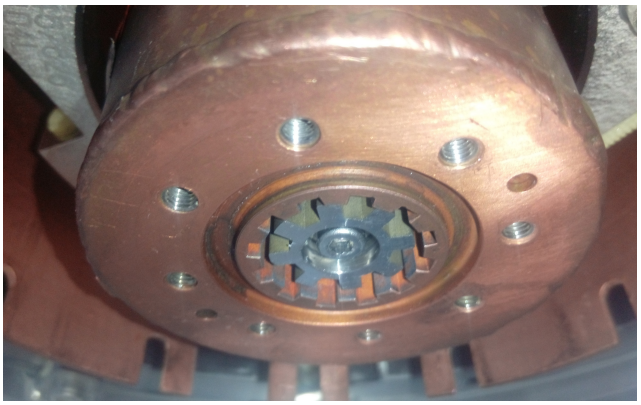


FIGURE 3.12: Vue du dessous du cisso et de l'échangeur de chaleur ; les ailettes et les cannelures sont bien visibles.

Ces considérations théoriques prises en compte, il reste un point important à déterminer avant de commencer à dimensionner APRYL : quelles sont les vitesses et contraintes qui devront être développées pour la rhéologie de l'hydrogène ? Comme mentionné dans le chapitre 1, il n'y a pas de donnée exacte à laquelle se fier, mais les travaux de Jacob Leachman [25] permettent de se donner des ordres de grandeurs. En extrapolant à basses températures les résultats de Vinyard et Lukin [17] (représentés en pointillés sur la figure 3.13), on peut estimer une contrainte résistante de 80 kPa à 10 K.

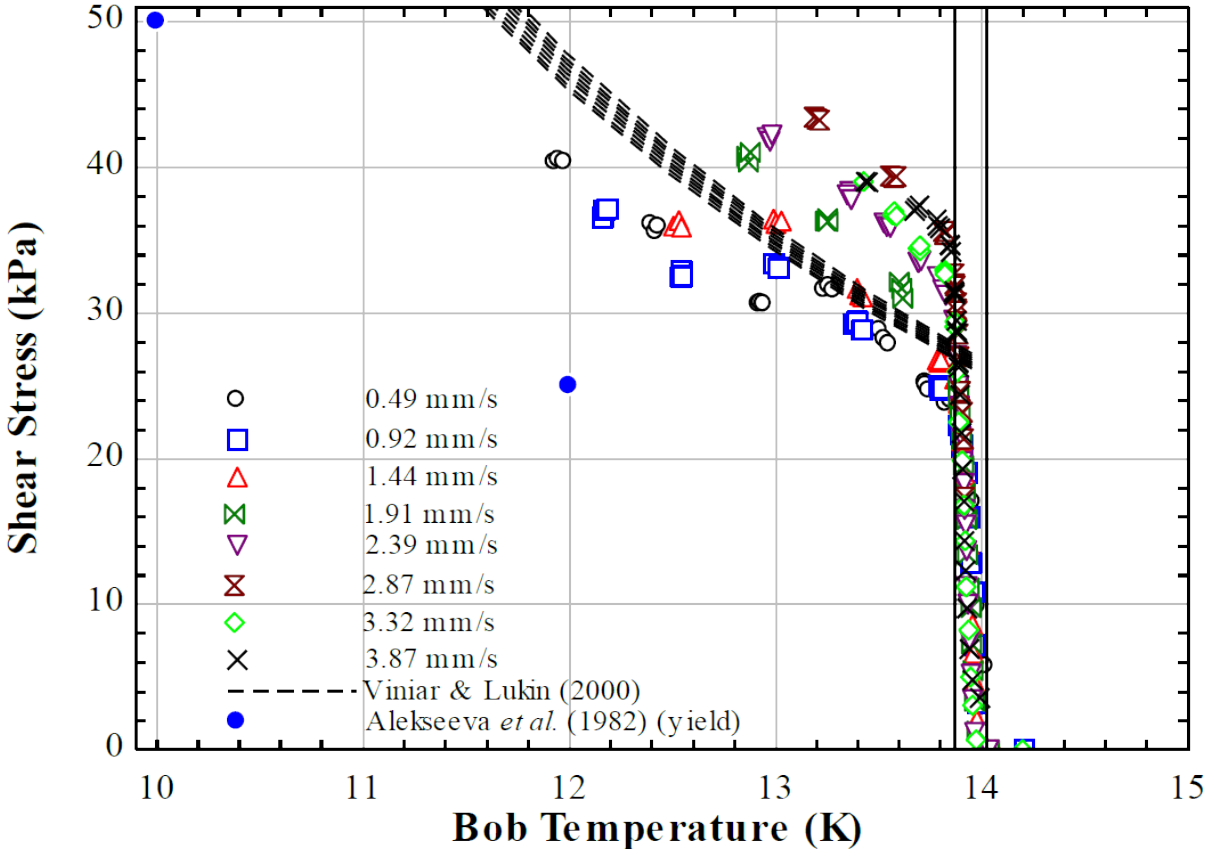


FIGURE 3.13: Les derniers résultats de mesure de la contrainte lors de l'écoulement de l'hydrogène en date pour différents taux de déformation [25]. Le « Bob Temperature » correspond à la température de l'hydrogène.

Les dimensions du cisso sont choisies librement selon trois critères qualitatifs : les pales doivent rester rigides, le volume entre les pales doit être réduit et la surface latérale doit être grande devant les surfaces du dessus et du dessous pour limiter les effets de bord.

Le cisso est dimensionné ainsi :

— Hauteur : 40 mm

— Diamètre équivalent : 20 mm

— Nombre de pales : 8

On peut alors calculer le rapport entre la contrainte (en [Pa]) et le couple (en [N.m]) ainsi :

$$M = 3,12 \text{ x}10^{-5} \cdot \sigma \tag{3.18}$$

On calcule alors le couple de cisaillement à 10 K suivant : $M(10\ K) = 2,49\ Nm$. Pour se laisser une marge de sécurité importante et pour passer outre toutes les pertes mécaniques de la chaine de transmission, on prend pour couple maximum transmissible : $M = 10\ Nm$. On peut alors dimensionner l'arbre de transmission et le fourreau :

— L'arbre est un tube en acier de diamètre extérieur 14 millimètres, d'épaisseur 2 millimètres et de longueur 300 millimètres.

— Le fourreau est un tube en acier de diamètre extérieur 18 millimètres, d'épaisseur 1 millimètre et de même longueur que l'arbre.

Le couple exercé par le cisso sur l'hydrogène solide est transmis à l'échangeur et au fourreau. Afin de garder le fourreau rigide, il faudrait le dimensionner avec une épaisseur importante, qui dégraderait ses performances thermiques. Pour résoudre ce problème, on installe sur l'échangeur un système anti-rotation qui le relie à l'enceinte extérieure par trois tiges en fibre époxy ; l'usage de tirants en époxy permet d'avoir une bonne rigidité, tout en ayant une conductivité thermique limitée. La photo 3.14 permet de mieux le visualiser.

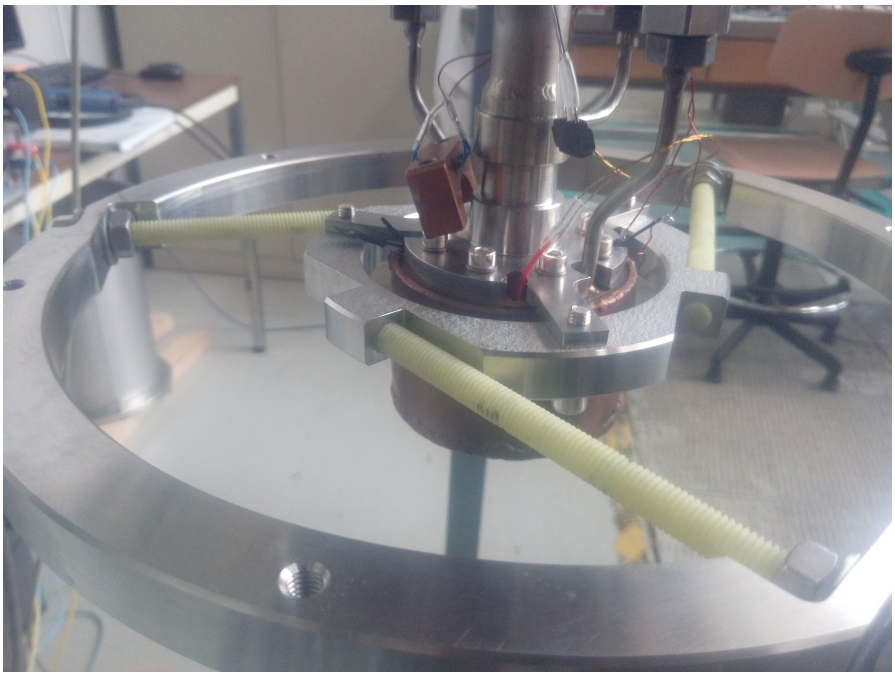


FIGURE 3.14: Dispositif de fixation : l'anneau intérieur, fixé à l'échangeur thermique, est lié à l'anneau extérieur, fixé à l'enceinte du cryostat, via trois tiges en fibre epoxy. La bonne rigidité des tiges couplée à leur faible conductivité thermique permet de fixer l'échangeur par rapport au bâti en limitant les pertes thermiques.

Quant à la vitesse de rotation, elle est directement déterminée par la vitesse de déformation de l'hydrogène étudiée. Dans le cas d'ELISE, les extrusions contrôlées s'effectuent à environ 2

millimètres par seconde en générale ; avec une buse de 100 micromètres d'épaisseur, cela revient à un taux de déformation de l'ordre de 40 1/s. Pour des buses plus fines, cette valeur est encore plus grande. Avec un rayon équivalent de 10 millimètres, le cisso doit donc tourner à 4 radians par seconde, soit 38,2 tours par minute. Cette valeur est prise comme vitesse maximum. Quant à la vitesse minimum, elle est choisie à 10^{-2} tour par minute.

L'aspect thermique

Il est nécessaire de descendre à des températures cryogéniques pour solidifier l'hydrogène à pression normale. Au vu de l'équipement, du savoir-faire et de l'environnement du laboratoire, le plus simple consiste à employer une technologie de refroidissement par circulation d'hélium gazeux. Le schéma 3.15 rassemble les différents apports de chaleur que le circuit de refroidissement doit compenser.

L'hélium est stocké sous forme liquide à 4,2 kelvins, mais les pertes thermiques reçues lors de son acheminement par siphon souple au cryostat le réchauffe ; par expérience et afin d'avoir une marge de sécurité, on considère dans les calculs qu'il arrive à 9 kelvins. Un réchauffeur en sortie le ramène à 300 kelvins pour éviter que l'air ambiant ne givre sur l'évacuation. Un écran thermique, fixé autour de la cellule, permet de réduire les apports de chaleur sur la cellule en absorbant le rayonnement de l'enceinte et en thermalisant les canalisations et tirants reliant la platine supérieure à la cellule, comme cela sera détaillé ci-après. La cellule devant être le point le plus froid du cryostat, c'est la zone qui sera refroidie en premier par l'hélium ; les vapeurs sortantes permettront ensuite de refroidir l'écran. Les pertes thermiques consistent en ce que reçoit l'écran de l'extérieur d'une part, et en ce que la cellule reçoit de l'écran d'autre part.

Les trois types d'apport de chaleur sont la conduction, la convection et le rayonnement. La très basse pression de l'enceinte à vide permet de négliger la conduction et la convection de l'air environnant les parties froides. On peut négliger la convection dans l'hydrogène liquide et gazeux dans la cellule, car la partie froide se situe en bas. Il reste donc le rayonnement et la conduction :

1. **Le rayonnement**
   Toute surface rayonne de la chaleur ; la quantité de chaleur rayonnée dépend de la nature du matériau et surtout de sa température, comme l'indique la loi de Stefan-Boltzmann :

$$Ex = \sigma_{SB} \cdot \epsilon \cdot T^4 \tag{3.19}$$

   où :

   — Ex est l'exitance – la puissance émise par unité de surface ;
   — σ_{SB} est la constante de Stefan-Boltzmann ;
   — ϵ est l'émissivité du matériau ;
   — T est la température du corps.

   La puissance transmise par l'extérieur suit une loi en puissance de degré 4 avec la température, ce qui justifie la présence de l'écran thermique : la cellule recevra le rayonnement de l'écran à 80 kelvins, et non celui de l'enceinte à 300 kelvins.

   L'enceinte est en acier, l'écran et la cellule sont en cuivre. La puissance transmise à chacun est donc, d'après l'équation 3.19, respectivement 5,31 watts et 11,5 milliwatts. Il s'agit d'une majoration de la véritable puissance reçue, puisqu'on ne prend pas en compte les facteurs de forme ou les couches de super-isolant. Les couches de super-isolant enroulées autour de la cellule peuvent diviser la puissance transmise par rayonnement d'un facteur égal au nombre de couches d'isolant plus un, selon la qualité de l'enroulement. Afin de conserver une marge de sécurité dans le dimensionnement des échangeurs, on considère qu'il n'y a pas du tout de super-isolant.

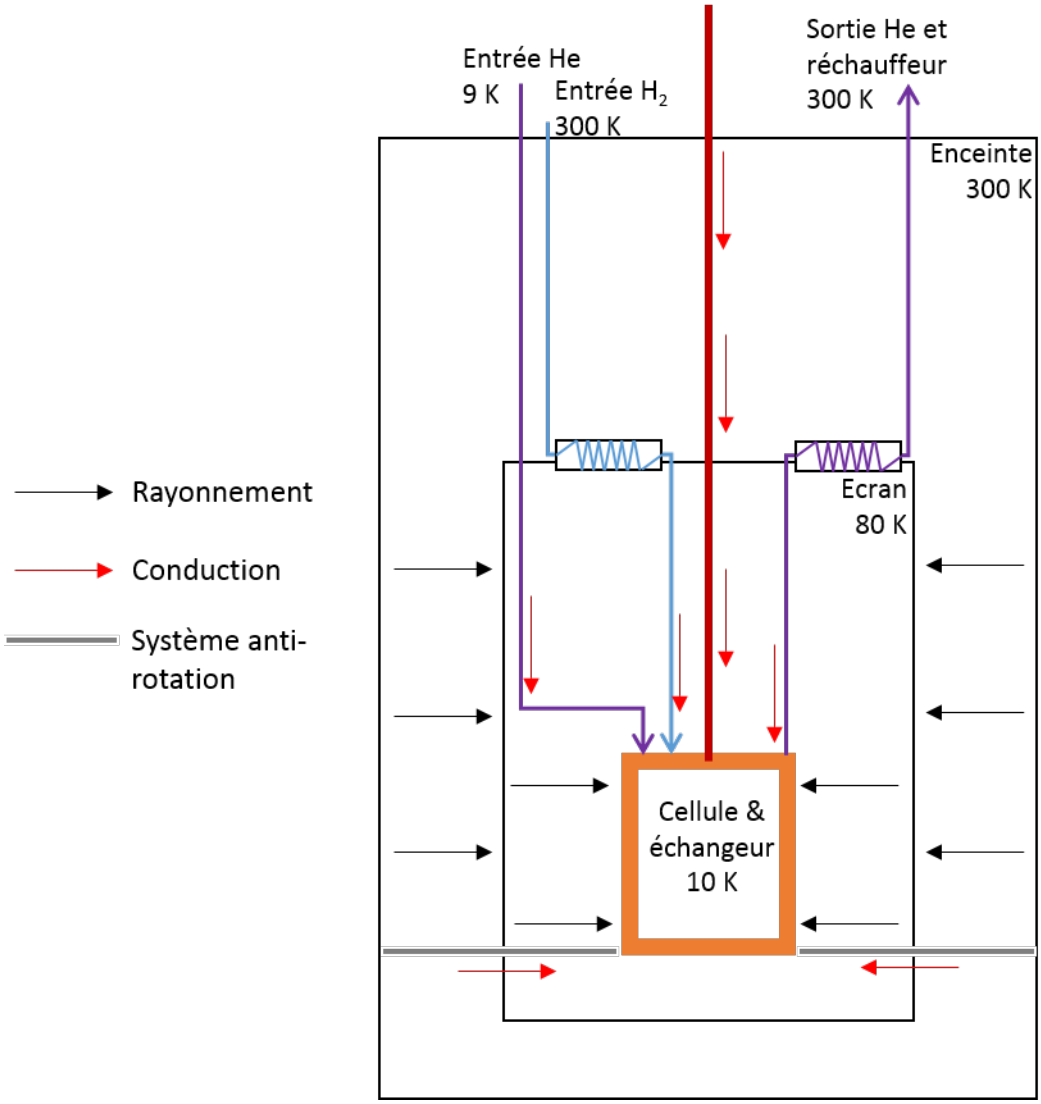


FIGURE 3.15: Schéma des principaux apports thermiques à prendre en compte dans le dimensionnement des circuits de refroidissement

2. **La conduction**
   La loi de Fourier peut s'exprimer ainsi en régime établi :

$$\vec{\phi} = -\lambda \cdot \vec{grad}(T) \tag{3.20}$$

   où :
   — $\vec{\phi}$ est la densité de flux de chaleur ;
   — λ est la conduction thermique du matériau ;
   — $\vec{grad}(T)$ est le gradient de température dans le corps.

   L'arbre de transmission, le fourreau, les canalisations et les tirants d'époxy reliant la platine à la cellule ou l'écran, et le dispositif anti-rotation mentionné dans l'approche mécanique sont les pièces soumises à ce phénomène. L'hydrogène fluide se trouvant à l'intérieur du fourreau conduit lui aussi de la chaleur. Enfin, l'écran thermalise à 80 kelvins toutes les pièces reliant la platine à la cellule, afin de réduire l'écart de température et donc la chaleur tombant sur la cellule. On calcule des pertes reçues par conduction par l'écran et par l'échangeur égales respectivement à 2,05 watts et 0,80 watts.

L'ensemble des pertes thermiques consiste donc en la somme des pertes dues au rayonnement et à la conduction, soit :

$$P_{Ecran} = 7,37\ W \tag{3.21}$$

$$P_{Cellule} = 0,81\ W \tag{3.22}$$

3. **Le refroidissement de l'hydrogène**
   Ce dernier apport de chaleur est circonstanciel : lorsque la cellule est en cours de remplissage, l'hydrogène chaud venant de l'extérieur doit être pré-refroidi sur l'écran thermique. Si l'échangeur est correctement dimensionné, on doit pouvoir refroidir l'hydrogène de 300 kelvins à 80 kelvins. En prenant un débit d'hydrogène de 300 normaux-litres par heure, on calcule que le refroidissement de l'écran doit absorber 20,8 watts supplémentaires lors du remplissage de la cellule.

$$P_{refroidissementH_2} = 20,8\ W \tag{3.23}$$

La puissance à évacuer étant établie, il reste à déterminer le flux d'hélium nécessaire au refroidissement ; sachant qu'il n'y a qu'un seul circuit d'hélium pour les deux refroidissements, c'est l'échange le plus exigeant qui dimensionne le débit. On se place dans le pire cas où l'échangeur doit être maintenu à 10 kelvins avec de l'hélium gazeux arrivant à 9 kelvins et on détermine le débit d'hélium nécessaire pour équilibrer les pertes thermiques. On obtient les débits massiques et volumiques suivants :

$$\begin{cases} G_{Ecran} = 7.71\text{x}10^{-5}\ kg/s \\ D_{Ecran} = 1735\ nL/h \end{cases} \tag{3.24}$$

$$\begin{cases} G_{Cellule} = 1.49\text{x}10^{-4}\ kg/s \\ D_{Cellule} = 3353\ nL/h \end{cases} \tag{3.25}$$

C'est l'échangeur de la cellule qui dimensionne le débit d'hélium ; on utilise donc deux débitmètres de 1800 litres par heure chacun pour atteindre 3600 litres par heure.

3.2.2 Thermalisation de l'hydrogène solide dans la cellule

Le bon dimensionnement du circuit de refroidissement est nécessaire au bon fonctionnement du prototype, mais rien ne garantit que l'hydrogène solide étudié soit effectivement homogène et correctement régulé en température. On peut cependant avoir un ordre de grandeur de la vitesse à laquelle la chaleur se propage dans le bloc d'hydrogène solide grâce à la diffusivité thermique de l'hydrogène solide. D'après le livre de C. Souers [31] et en notant $\alpha \approx 10^{-5} m^2/s$ la diffusivité de l'hydrogène solide à ces températures, on peut déterminer le temps caractéristique t avec l'équation 3.26.

$$t \approx \frac{e^2}{\alpha} \approx 0,1s \tag{3.26}$$

En pratique, on considèrera que la cellule est isotherme au bout d'une minute ou deux.

3.2.3 Description de l'installation

La cellule

L'organe principal du cryostat APRYL est appelé la « cellule » : il s'agit de l'endroit où l'hydrogène est solidifié et soumis à un cisaillement. La figure 3.16 représente le plan de la cellule.

a) L'échangeur thermique est un anneau en cuivre dont la surface extérieure est taillée d'un canal hélicoïdal. Ce canal permet à l'hélium froid de circuler et de refroidir efficacement l'échangeur thermique. La surface intérieure, elle, est le lieu où l'hydrogène gazeux vient se refroidir et se solidifier. Elle est taillée de 12 cannelures afin d'éliminer le risque de

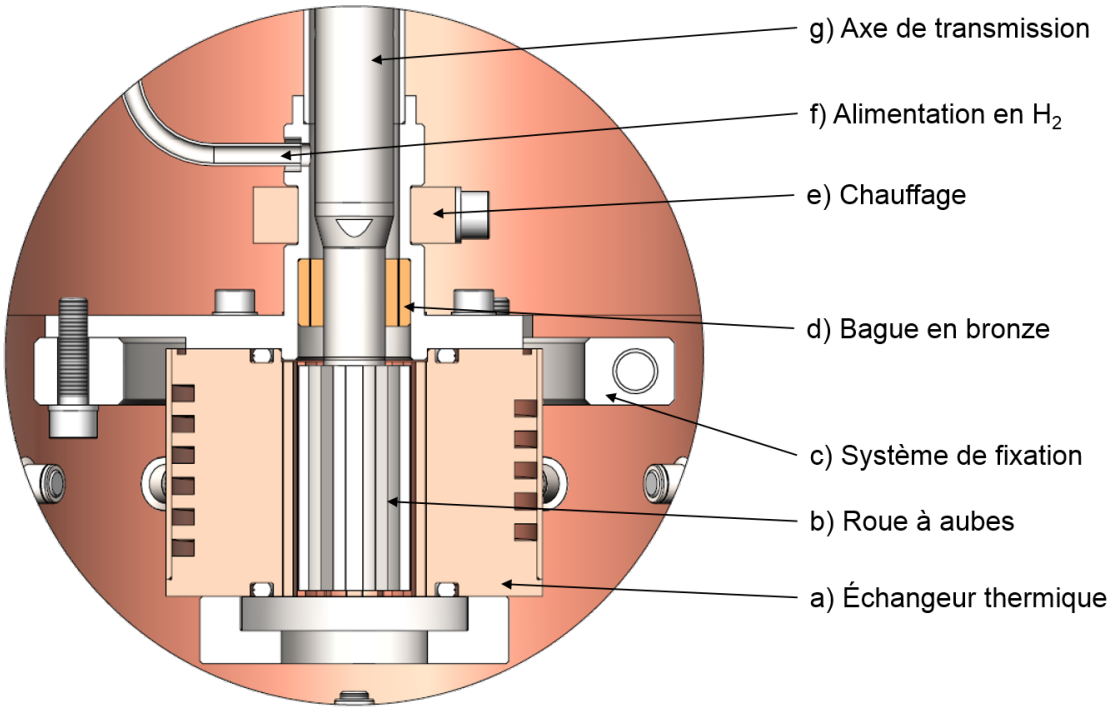


FIGURE 3.16: Plan en coupe de la cellule de APRYL.

glissement de l'hydrogène sur la paroi pendant l'expérience. La température de cet échangeur est mesurée grâce à deux sonde de température LR Cernox fabriquées par Lakeshore ; cette température est contrôlée à 0,01 K près grâce à deux résistances chauffantes délivrant jusqu'à 2 W chacune.

b) La roue à aubes en acier est l'outil principal du cryostat ; c'est cette pièce qui, mise en rotation, va induire une déformation dans l'hydrogène solide. Sa hauteur est de 40 mm et son diamètre équivalent est de 20 mm ; l'hydrogène solide dispose ainsi d'un entrefer de 1 mm entre le bord de la roue et celui de l'échangeur. 8 cannelures sont usinées à sa surface pour annuler le risque de glissement.

c) Le système de fixation est un dispositif installé afin de maintenir bien fixe l'échangeur par rapport au châssis du cryostat.

d) La bague en bronze guide l'axe de transmission en rotation, là où la température est trop basse pour utiliser des roulements à billes standards. Cette bague est perforée longitudinalement pour permettre à l'hydrogène de circuler librement de part et d'autre. Cette particularité permet de remplir la cellule, mais aussi de répondre à une exigence de sécurité : si une panne survient dans le système de refroidissement, le volume d'hydrogène solide et liquide se transformera rapidement en gaz et provoquera une surpression importante. Comme la soupape de sécurité se trouve à température ambiante, en haut de la cellule, il faut que le gaz formé en bas de la cellule puisse remonter jusqu'à la soupape avec une résistance faible. La perforation de la bague permet donc d'assurer une section de passage au gaz suffisante.

e) Le chauffage permet de s'assurer que l'hydrogène ne se solidifie pas dans la bague en bronze ; si cela se produisait, les frottements parasites qui seraient produits altèreraient la mesure du couple résistant. Par calcul, on peut vérifier qu'en maintenant l'anneau du chauffage à 20 K, la bague ne se refroidit pas en-deçà de 15 K ; elle reste donc juste au-dessus de la température de liquéfaction de l'hydrogène.

f) L'alimentation permet d'injecter de l'hydrogène dans la cellule, ou bien d'y faire le vide. Il s'agit d'un tube soudé à la paroi de la cellule.

g) L'axe de transmission met la roue en mouvement ; il s'agit d'un tube de 300 mm de long, de diamètre extérieur de 14 mm et de 2 mm d'épaisseur, qui remonte jusqu'en haut du cryostat, à température ambiante.

Le cryostat général

La cellule étant décrite, on peut à présent concevoir l'allure générale du cryostat. Le plan sur la figure 3.17 représente APRYL dans son ensemble. La cellule décrite ci-dessus se trouve en bas et l'axe de transmission remonte jusqu'au moteur.

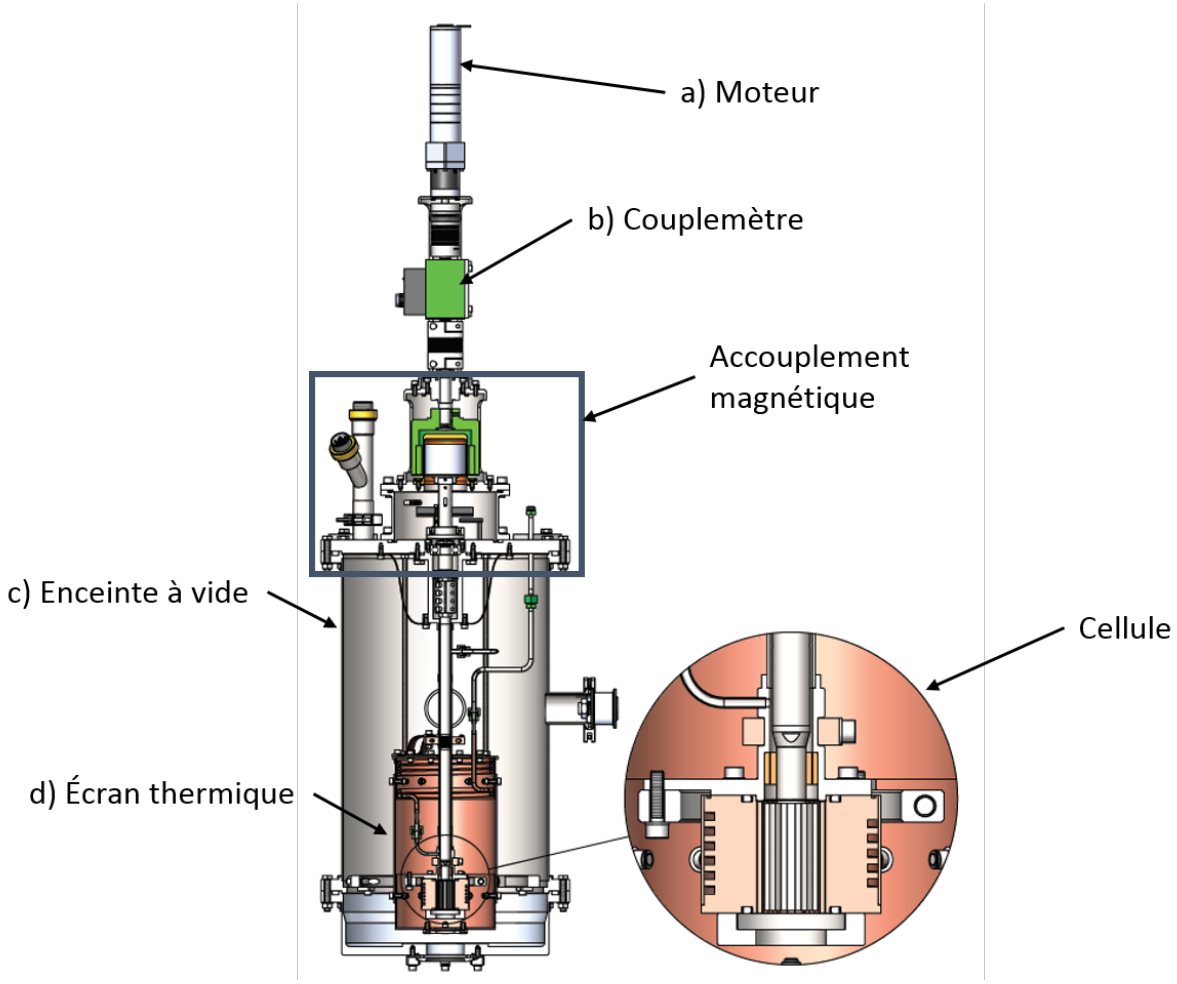


FIGURE 3.17: Plan en coupe du cryostat APRYL.

Les principaux éléments du cryostat sont les suivants :

a) Le moteur assure la mise en mouvement du cisso ; il s'agit d'un moteur électrique à courant continu de 37 W, situé tout au-dessus du cryostat. Sa vitesse de rotation maximale est 10,3 tours par minute et son couple maximum est de 22,7 Nm. Certaines expériences de rhéologie doivent être réalisées à des vitesses de rotation très faibles et le mouvement du moteur devient instable lorsque sa tension d'alimentation passe sous les 20 % de sa valeur nominale – sans même considérer le problème du couple au démarrage. Afin d'atteindre ces faibles vitesses, trois réducteurs supplémentaires (de rapport 5, 32 et 200 respectivement) peuvent être installés. Ainsi, on peut atteindre des vitesses plus faibles, jusqu'à 0,01 tour par minute minimum. Le gain réalisé sur le couple maximum est inutile pour l'expérience sur l'hydrogène ; un limiteur de couple fixé à 10,0 Nm protège le reste de la chaîne de toute surcharge éventuelle.

Enfin, quelques mesures ont été réalisées à des vitesses plus élevées, jusqu'à 50 tours par minute. Pour atteindre ces vitesses, le réducteur de rapport 5 a été monté inversé ; il est donc équivalent à un réducteur de rapport 1/5. Le reste du système n'étant pas dimensionné pour ces vitesses de rotation, les mesures sont relativement bruitées, mais elles offrent néanmoins des informations qualitatives intéressantes.

b) Le couplemètre BURSTER mesure le couple transmis par l'axe de rotation. Son couple maximum est 10,0 Nm et sa sensibilité est de 0,05 Nm. Sa valeur est lue par un programme LabView développé au laboratoire à une fréquence d'acquisition de 4 hertz. La mesure de ses performances est développée dans la partie consacrée à la caractérisation d'APRYL.

c) L'enceinte à vide est un cylindre de tôle d'acier roulée de 290 millimètres de diamètre et de 440 millimètres de hauteur, fermé à ses deux extrémités par des brides, l'une constituant la platine supérieure et l'autre le fond. La platine supérieure est elle-même boulonnée à un châssis métallique assurant sa liaison au sol. Cette enceinte est mise sous vide (pression de l'ordre de 10^{-4} millibar à température ambiante) par un groupe de pompage secondaire. Ce vide d'isolement permet de limiter les transferts thermiques par conduction et convection entre l'extérieur et la cellule d'essais. L'enceinte est protégée contre la suppression par une soupape tarée à 0,5 bar relatif (non représentée sur le schéma), conformément à la législation en vigueur.

   En outre, l'enceinte constitue une protection contre le risque de fuite d'hydrogène depuis la cellule ; en cas de fuite, l'hydrogène est immédiatement pompé et ne peut pas s'accumuler localement jusqu'à atteindre des proportions explosives. Pour cette raison, la sortie du groupe de pompage est connectée sur une canalisation permettant d'évacuer l'hydrogène à l'extérieur du bâtiment.

d) L'écran thermique en cuivre fixé à mi-hauteur de l'axe de transmission est refroidi à 80 K grâce aux vapeurs d'hélium sortantes et possède deux fonctions :
   (a) protéger la cellule contre les rayonnements thermiques de l'enceinte ;
   (b) prérefroidir l'hydrogène avant son introduction dans la cellule.

La transmission

L'élément nommé « Accouplement magnétique », sur le plan 3.17 est en fait constitué de plusieurs éléments, comme représenté sur la figure 3.18.

La nécessité de cet organe est liée à la nature de l'hyrogène. Comme mentionné au chapitre 1, l'hydrogène pur est ininflammable. En principe, la cellule étant remplie d'hydrogène pur, le risque d'explosion est écarté. En revanche, si une fuite permettait de faire pénétrer de l'air extérieur à l'intérieur de la cellule, le mélange pourrait se retrouver dans des proportions explosives. Si dans le même temps, le moteur ou le capteur produisait une étincelle, une déflagration pourrait survenir. Afin d'écarter tout risque, l'ensemble moteur et capteur est placé à l'air ambiant. Cette solution permet également de réduire le volume mort d'hydrogène gazeux dans la cellule et de diminuer, et la quantité d'hydrogène nécessaire au remplissage, et l'énergie interne du gaz en cas d'accident. Cette décision cependant implique qu'il y ait un axe tournant, issu du moteur, pénétrant dans un volume d'hydrogène solide avec une étanchéité parfaite. Assurer cette étanchéité est le rôle de l'accouplement magnétique. Ce dispositif transmet le mouvement à l'intérieur du cryostat à travers une cloche statique, assurant ainsi l'étanchéité nécessaire entre la cellule remplie d'hydrogène et l'extérieur. Le couple maximum transmissible est 14,0 Nm. Le passage magnétique est constitué de deux rotors équipés d'aimants et séparés par la cloche statique amagnétique. À travers cette cloche, les rotors sont couplés magnétiquement et la rotation de l'un crée une force magnétique qui entraîne l'autre (voir la figure 3.19).

Le principal défaut d'un passage magnétique est que la transmission de mouvement impose un décalage angulaire entre les deux rotors. Dans une expérience mesurant la relation entre le couple et la déformation, ce décalage peut induire des erreurs très gênantes. Pour cette raison,

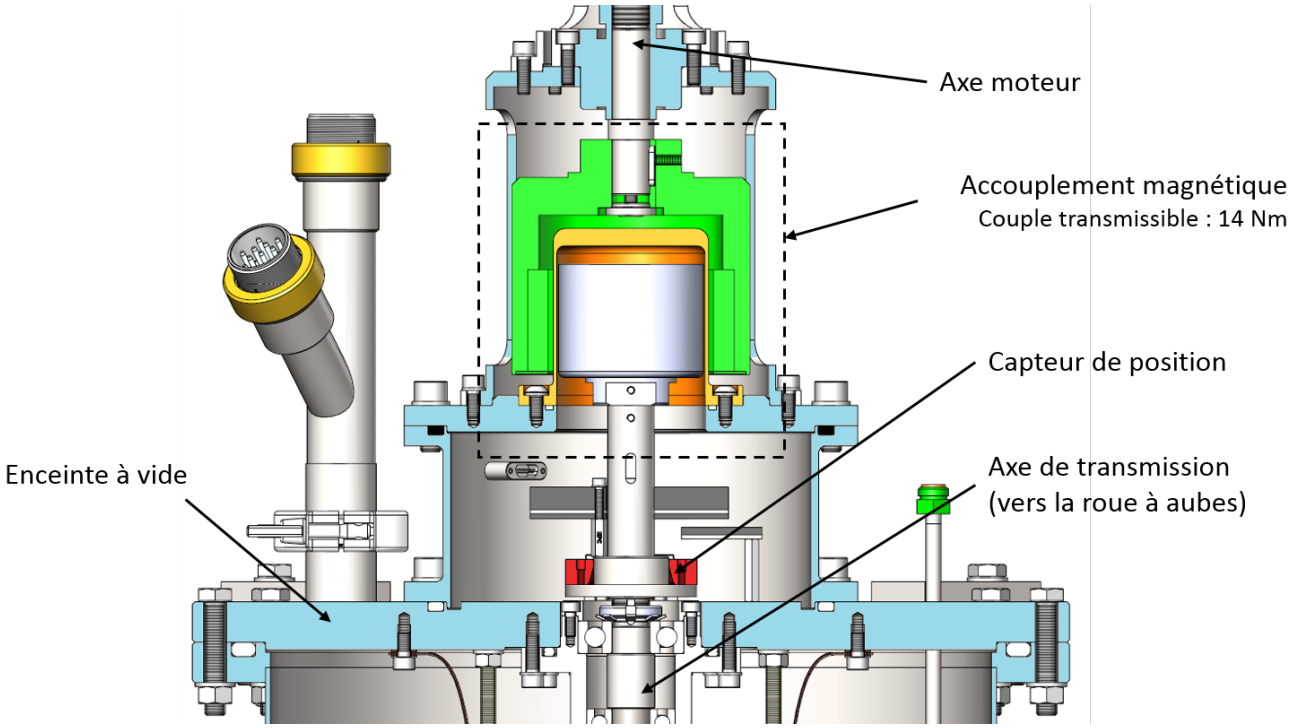


FIGURE 3.18: Zoom sur le l'accouplement magnétique assurant l'étanchéité de l'axe de transmission. Pour plus de clarté, l'enceinte du cryostat est colorée en bleu.

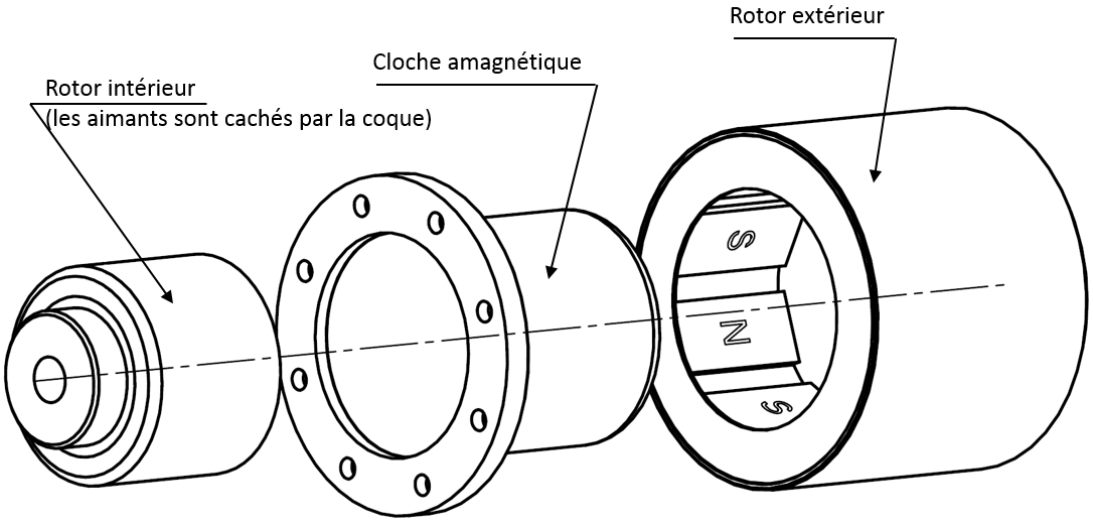


FIGURE 3.19: Représentation éclatée d'un passage magnétique.

le capteur de position angulaire Renishaw a été installé à l'intérieur du cryostat, au plus proche possible du volume d'hydrogène solide. Ainsi, les variations angulaires mesurées ne sont pas impactées par le décalage angulaire du passage magnétique. Même dans le cas des mesures à vitesse variable, la valeur lue par le codeur optique n'est pas altérée par le passage magnétique ; il faut simplement tenir compte du décalage dans la commande du moteur. Pour cela, on peut s'aider du diagramme 3.20 donné par le constructeur qui représente le décalage angulaire en fonction du couple transmis.

Le codeur optique Renishaw consiste en une tête de lecture laser (non représentée sur la figure 3.18) fixée sur le châssis et d'un anneau fixé sur l'axe tournant. La figure 3.21 représente cet ensemble.

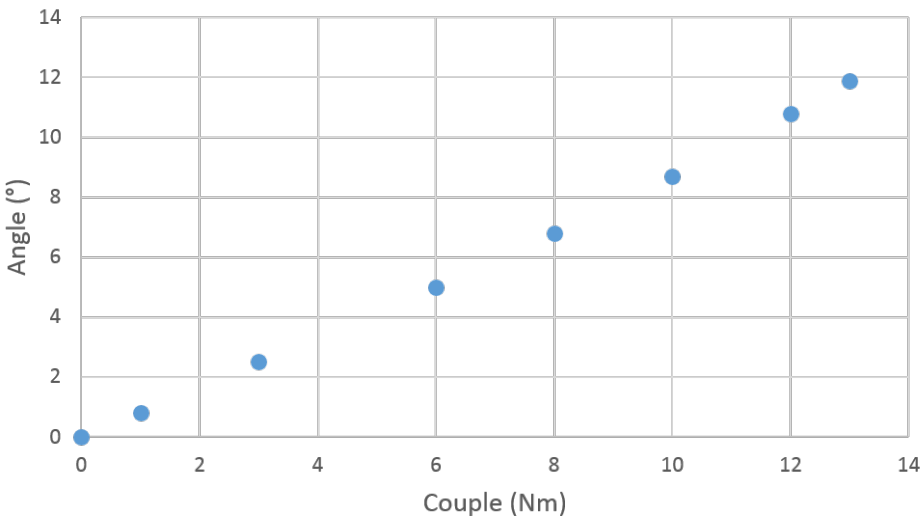


FIGURE 3.20: Diagramme constructeur du décalage angulaire généré par le passage magnétique en fonction du couple qu'il transmet. Ces données ont été vérifiées par l'expérience lors de la phase de calibrage d'APRYL.

FIGURE 3.21: Image du codeur optique Renishaw par le fabricant.

L'anneau est gravé de micro-entailles ; lorsque l'axe se déplace, la tête de lecture détecte le passage des entailles dans sa zone de détection, ce qui permet de mesurer quantifier le déplacement de l'axe. Le fabricant annonce une sensibilité de 8,8 x10^{-}4 °, ce qui signifie que, même à vitesse de rotation minimum, la tête de lecture mesurera toujours une soixantaine d'entailles par seconde.

3.3 Caractérisation du système

Avant de commencer les mesures, une phase importante d'étalonnages et de calibrations est nécessaire. En effet, le but d'APRYL est de déterminer la relation entre les déformations

et les contraintes associées de l'hydrogène solide ; les capteurs et le volume d'hydrogène étant séparés par un arbre de transmission, il faut s'assurer que les valeurs mesurées au niveau des capteurs soient bien représentatives des phénomènes se produisant réellement dans l'hydrogène. D'abord, il faut vérifier les performances du couplemètre pour déterminer sa précision et sa sensibilité réelle. Ensuite, l'arbre de transmission va nécessairement altérer les mesures, il faut donc déterminer sa fonction de transfert tant pour la déformation que pour les frottements. Ces derniers étant largement dépendants des jeux géométriques, et donc des dilatations thermiques, ils ne peuvent être mesurés que dans le cryostat, à froid. Tout le reste peut être caractérisé à température ambiante, sur un banc d'essais.

3.3.1 Caractérisation des capteurs

Un banc d'essais a été assemblé (voir figure 3.22) dans un objectif purement technique ; il a permis de tester le bon fonctionnement du contrôle commande, du moteur, du couplemètre, des programmes d'acquisition, etc. Les points les plus importants sont la sensibilité du couplemètre et sa précision. Le codeur optique, lui, ne produit aucun bruit de mesure et sa sensibilité est si grande qu'on ne peut pas la vérifier avec un autre appareil de mesure.

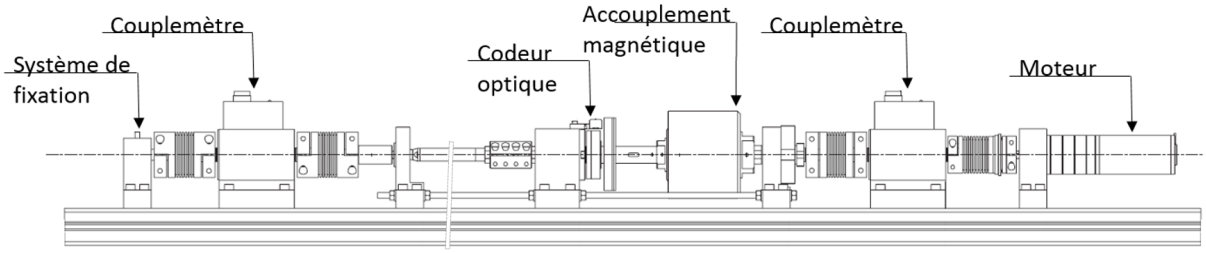


FIGURE 3.22: Vue du banc d'essais.

Sensibilité du couplemètre

La première mesure consiste simplement à mesurer la réponse à vide du couplemètre afin d'estimer son bruit. Pour cette première expérience, le couplemètre est simplement posé sur la table et connecté à l'ordinateur d'acquisition. La figure 3.23 représente le résultat obtenu.

Dans cette mesure, l'amplitude crête-à-crête de cette oscillation est de 0,039 newton-mètre. En effectuant une moyenne glissante sur une seconde, on peut réduire cette amplitude à 0,012 newton-mètre (en orange sur la figure), méthode qui sera utilisée pour toutes les mesures.

Précision du couplemètre

La deuxième mesure vise à déterminer de combien le couple mesuré par le capteur est proche du couple réellement appliqué. On installe pour cela un dispositif très basique : on fixe l'une des extrémité du couplemètre, et on attache à l'autre un bras de levier au bout duquel on accroche des poids. Ce montage permet de mesurer une précision de ± 0,03 newton-mètre, soit 0,3 % de sa pleine échelle. En comparaison, la documentation technique indique une précision de 0,1 %, ce qui est très cohérent. Dans les expériences suivantes, on conservera notre propre mesure pour estimer la précision des résultats.

3.3.2 Caractérisation de l'axe de transmission

La caractérisation de l'axe de transmission a été réalisée sur le cryostat même, afin que les défauts éventuels de montage soient identiques pendant la caractérisation et pendant les mesures. Le banc d'essais est donc délaissé pour une caractérisation *in situ*.

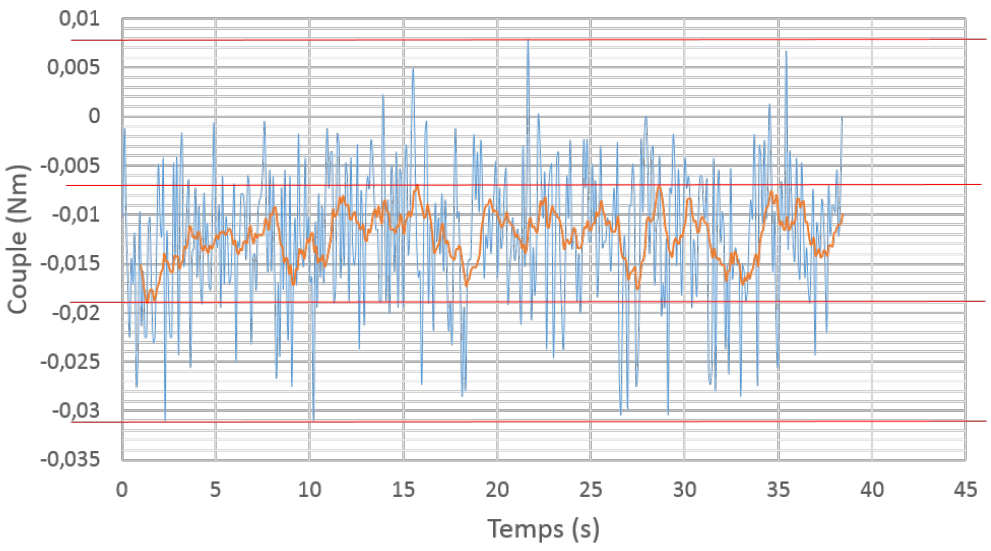


FIGURE 3.23: Bruit du couplemètre Burster à vitesse de rotation nulle (bleu) et moyenne glissante sur une seconde (orange). Les lignes rouges représentent les extrema atteints.

Déformation de la transmission

La troisième partie de la calibration de la chaîne consiste à déterminer l'angle de déformation de l'arbre de transmission, en fonction du couple qu'il transmet. Les vitesses de rotation en jeu étant très faibles (de 0,01 tour par minute à 10 tours par minute), les accélérations sont également faibles et courtes et donc les effets d'inertie ne sont pas pris en compte ; on s'intéressera seulement à la déformation statique de la transmission. Pour réaliser cette mesure, l'arbre de transmission est intégralement monté dans le cryostat, moins le cisso, remplacé par un système de fixation à l'échangeur thermique. Le moteur peut donc mettre en torsion toute la transmission, et le codeur optique Renishaw mesure avec précision l'angle formé. Le résultat de cette mesure se trouve sur la figure 3.24. Ce décalage étant désormais connu, il suffira de le retrancher à chaque mesure angulaire pour revenir à la véritable déformation de l'hydrogène solide.

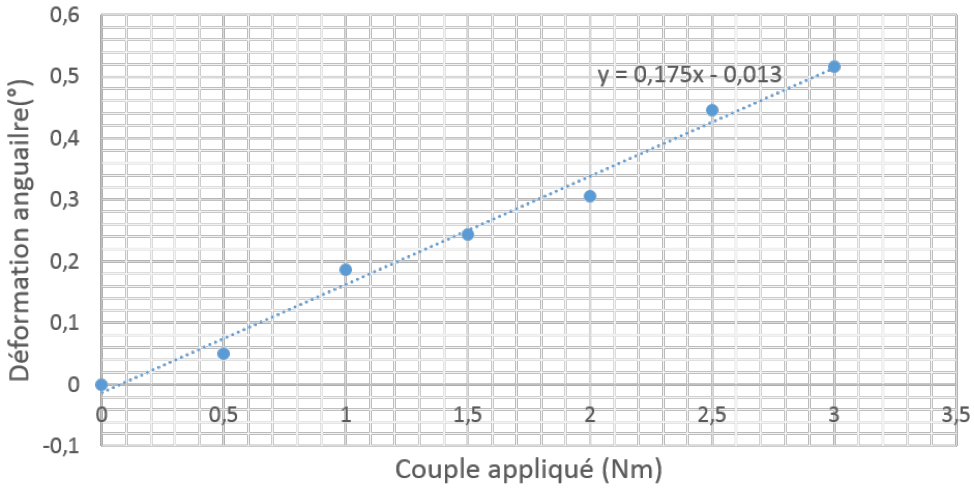


FIGURE 3.24: Décalage angulaire causé par la résistance élastique statique de l'axe de transmission.

Caractérisation des frottements dans le cryostat

Comme mentionné dans le paragraphe précédent, les effets d'inertie ne sont pas pris en compte. En revanche, les frottements peuvent altérer les mesures. L'expérience de caractérisation consiste à monter intégralement APRYL, puis à faire faire quelques tours au cisso et à mesurer le couple résistant pour différentes vitesses de rotation. On peut alors constater que malgré les contractions thermiques, le frottement ne varie pas lorsque le cryostat est froid, et la vitesse de rotation n'influe pas davantage. Seule la position angulaire a un impact ; une moyenne des résultats se trouve la figure 3.25. Comme précédemment, il suffit de retrancher cette valeur de résistance aux mesures pour retrouver la véritable résistance de l'hydrogène solide.

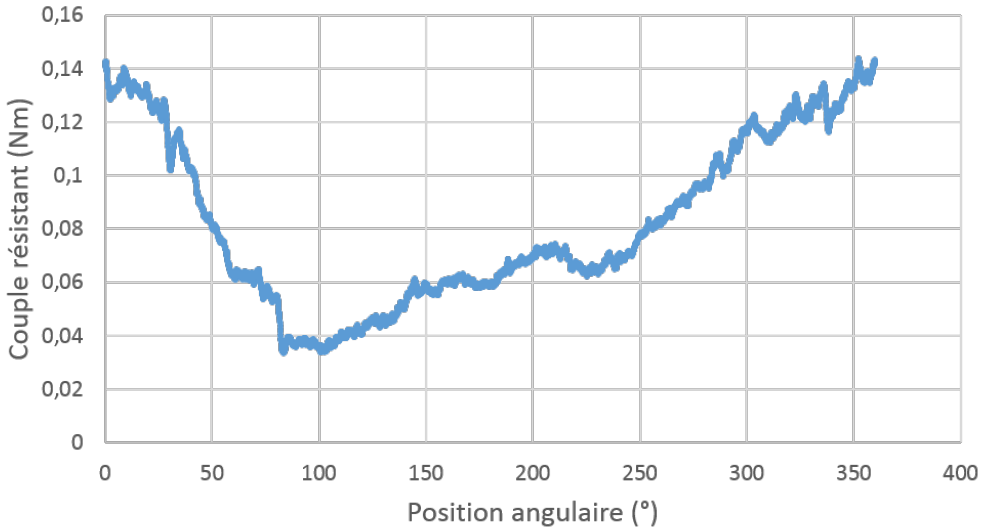


FIGURE 3.25: Résistance dynamique moyenne en cours de rotation, indépendante de la vitesse de rotation.

Pour récapituler, la caractérisation d'APRYL aboutit aux valeurs suivantes :

- intervalle de couple particulièrement étudié : de 0,5 à 3,0 Nm ;
- précision de la lecture du couple (valeurs lissées) : 0,015 Nm ;
- fiabilité de la lecture du couple : ± 0,03 Nm ;
- déformation angulaire de l'axe : 0,175 $°/Nm$;
- résistance dynamique de l'axe : 0,04 Nm minimum.

3.3.3 Vérification du fonctionnement thermique du cryostat

Le bon fonctionnement thermique du cryostat est vérifié par la pratique. En partant d'une température ambiante, les débits d'hélium froid sont commandés aux valeurs fixées par le dimensionnement thermique. L'échangeur atteint la température de 16 kelvins tout en refroidissant 15 litres d'hydrogène en deux heures. Dans le domaine de température où l'hydrogène est solide, on observe que le temps de descente en température n'est pas contrôlable avec précision : par exemple, passer de 16 à 10 kelvins prend entre 10 et 20 minutes. Cette variation est attribuée au dewar d'hélium liquide ; selon le niveau de liquide qu'il contient, l'hélium sera acheminé dans le cryostat à des températures variables, ce qui impacte sa puissance froide.

La dernière étape de vérification a été de vérifier le bilan de puissance d'APRYL. En effet, toute la puissance mécanique développée par le moteur dans l'hydrogène solide doit se dissiper en chaleur. Si on isole la cellule d'hydrogène solide, on a le bilan de puissance suivant :

$$P_{froide} = P_{pertes} + P_{mécanique} + P_{chauffage} \tag{3.27}$$

— La puissance froide P_{froide} est due au passage de l'hélium dans l'échangeur thermique. Comme le débit d'hélium reste constant et que la température de l'échangeur ne change pas (le chauffage est régulé pour), cette puissance froide reste constante.

— La chaleur due aux pertes est constante pour la même raison : la température de l'échangeur reste constante, donc les pertes aussi.

— La puissance mécanique est le produit de la vitesse de rotation avec le couple, on peut donc aisément la calculer à partir des mesures du codeur Renishaw et du couplemètre Burster.

— La puissance délivrée par le chauffage électrique est régulée pour maintenir la température de l'échangeur constante.

La valeur exacte de la puissance froide et des pertes n'est pas importante : l'essentiel de la vérification consiste à mesurer la puissance de chauffage lorsque le moteur est à l'arrêt, puis à vérifier que cette puissance décroit d'une valeur égale à la puissance mécanique développée lorsque le moteur est mis en marche. Pour obtenir un écart significatif, il est nécessaire de faire tourner le moteur dans l'hydrogène solide à une vitesse importante, d'où l'usage du réducteur retourné (mentionné dans la description de la motorisation d'APRYL). Le diagramme 3.26 a été obtenu en faisant tourner le moteur à différentes vitesses de façon décroissante. Les instabilités visibles à la vitesse la plus élevée sont dues à l'instabilité de la température de l'échangeur ; la puissance mécanique développée à cette vitesse est trop grande pour que le régulateur de puissance de chauffage puisse se stabiliser. Pour les vitesses plus faibles, on peut constater que la somme des puissances mécanique et de chauffage (en gris) est stable. L'intégralité de la puissance mécanique du moteur est donc bel et bien dissipée dans l'hydrogène contenu dans la cellule.

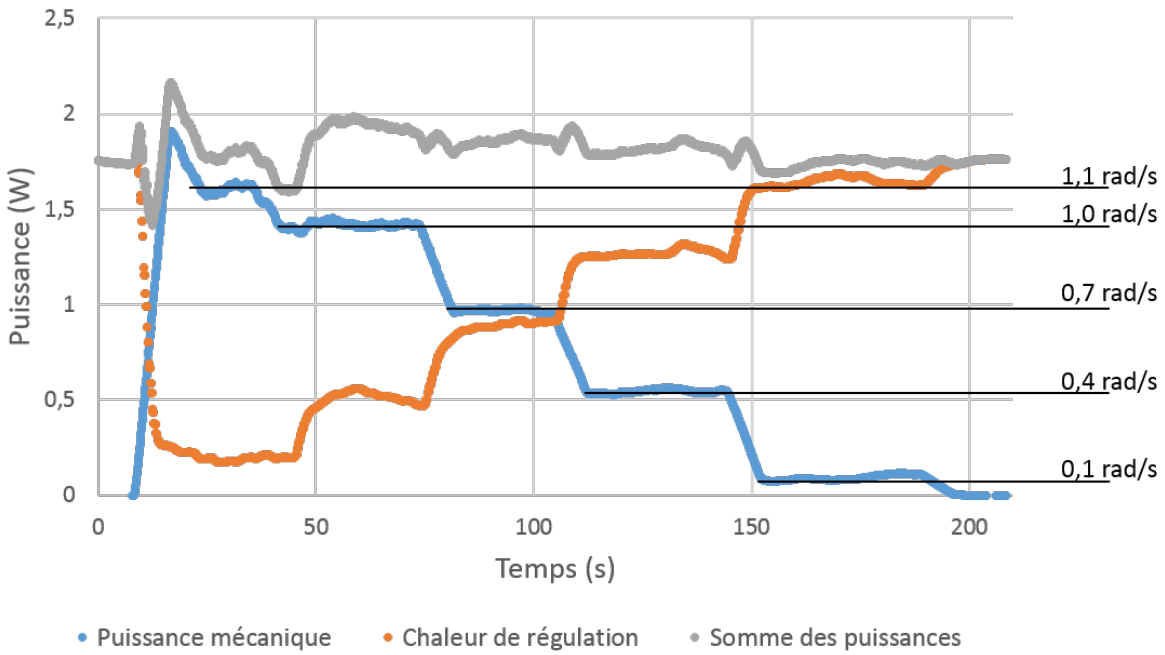


FIGURE 3.26: Bilan de puissance d'APRYL. En bleu, la puissance mécanique développée ; en orange, la chaleur apportée par le chauffage pour maintenir la température de l'hydrogène ; en gris, la somme des deux, qui reste constante en moyenne.

Chapitre 4

Étude des déformations de l'hydrogène solide

Le chapitre précédent a décrit en détails le dimensionnement du rhéomètre APRYL et présenté son fonctionnement. Ce chapitre présente le protocole expérimental, les différentes mesures, les modèles et les calculs numériques.

4.1 Protocole et les premières observations

4.1.1 Procédé expérimental

Les expériences sont conditionnées par trois paramètres : la température, la vitesse de rotation et le couple. La pression n'intervient pas car, comme mentionné précédemment lors du dimensionnement mécanique de la cellule, son effet sur la déformation de l'hydrogène solide n'est pas étudié. Dans toutes les expériences, la pression est légèrement supérieure à la pression de transition solide-gaz. La température est toujours régulée à une valeur constante pour chaque mesure, entre 10 et 14 K à 0,01 K près. La vitesse de rotation peut être régulée entre 0,001 et 1 rad/s. La résolution angulaire est de 1,5 x10^{-5} rad. Le couple quant à lui peut être régulé entre 0,1 et 10 Nm, avec une résolution de 0,02 Nm.

Le protocole pour préparer une mesure est le suivant :

1. On refroidit l'échangeur thermique à 16 K tout en injectant environ 4 litres d'hydrogène gazeux. Ce gaz permet de refroidir l'axe tournant en agissant comme fluide caloporteur avec l'échangeur thermique.
2. À cette température, l'hydrogène s'est liquéfié. On continue d'injecter de l'hydrogène gazeux jusqu'à atteindre 15 litres TPN.
3. Lorsque la cellule est pleine, on refroidit l'échangeur jusqu'à la température désirée, et on maintient cette température pendant 30 minutes. Comme mentionné précédemment, le temps de descente en température n'est pas pleinement maîtrisé et n'est pas pris en compte dans ces 30 minutes.
4. On lance alors le moteur selon les conditions de l'expérience désirée.

Il y a deux types d'expérience à commande constante : soit on impose une vitesse de rotation constante et on mesure le couple résistant développé par l'hydrogène solide, soit on impose un couple constant et on mesure la déformation de l'hydrogène solide, que ce soit son fluage ou bien son écoulement. Enfin, une troisième expérience à commande variable consiste à imposer une déformation sinusoïdale.

4.1.2 Premiers résultats

Observations directes

Le tout premier essai réalisé est manuel : une fois que l'hydrogène est prêt selon le protocole établi ci-dessus, on dés-accouple le moteur de l'axe de transmission, et on transmet un couple à main nue dans l'hydrogène solide. Lorsqu'une certaine résistance est rencontrée, on relâche l'axe pour qu'il reprenne sa position de repos. En réalisant cet essai à plusieurs reprises et en augmentant peu à peu le couple transmis, on obtient le résultat décrit par le diagramme 4.1.

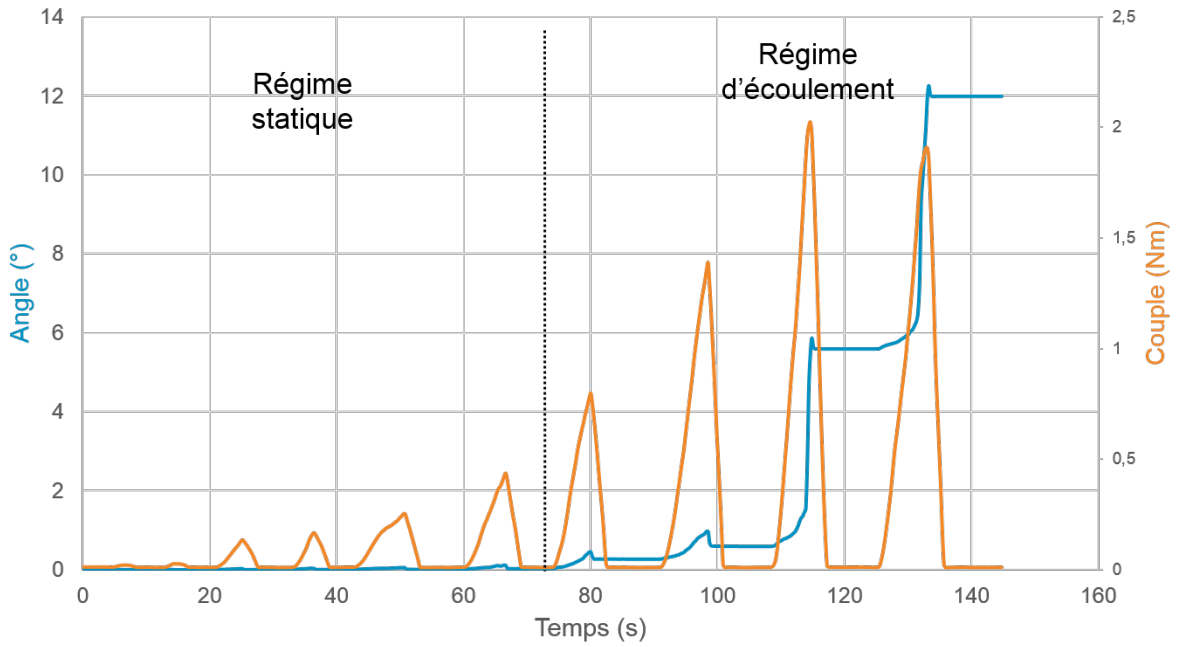


FIGURE 4.1: Déformation manuelle de l'hydrogène solide ; la courbe bleue représente la déformation angulaire (en degrés) et la courbe orange décrit le couple mesuré (en Nm). On peut distinguer deux types de réaction à la contrainte, l'une à peu près élastique, l'autre correspondant à un écoulement.

On observe deux types de réaction de la part de l'hydrogène solide :

1. Pour des couples faibles, on ne mesure pas de déformation angulaire permanente et la résistance est proportionnelle à la déformation ; on a le sentiment de pousser sur un ressort. Ce domaine est appelé le régime statique des déformations.
2. Lorsqu'un certain couple est dépassé, la réaction change : on sent un affaissement dans la résistance et on mesure des déformations angulaires permanentes et importantes (de l'ordre de plusieurs degrés). Ce domaine est appelé le régime d'écoulement.

Déformation typique de l'hydrogène solide

Le second essai consiste à faire tourner le moteur à vitesse constante, afin d'avoir un aperçu des résultats qu'il faudra étudier. Le résultat obtenu est présenté sur le diagramme 4.2.

On peut distinguer trois temps dans cette mesure :

a) L'hydrogène solide se déforme et la contrainte augmente avec la déformation, jusqu'à atteindre un point de « rupture ». Cette « contrainte de rupture » dépend de la température, de la vitesse de rotation et du temps de solidification.

   Il faut préciser que ce terme de « rupture » est à prendre dans le sens d'un changement brutal de comportement, et non pas dans le sens de rupture cristalline.

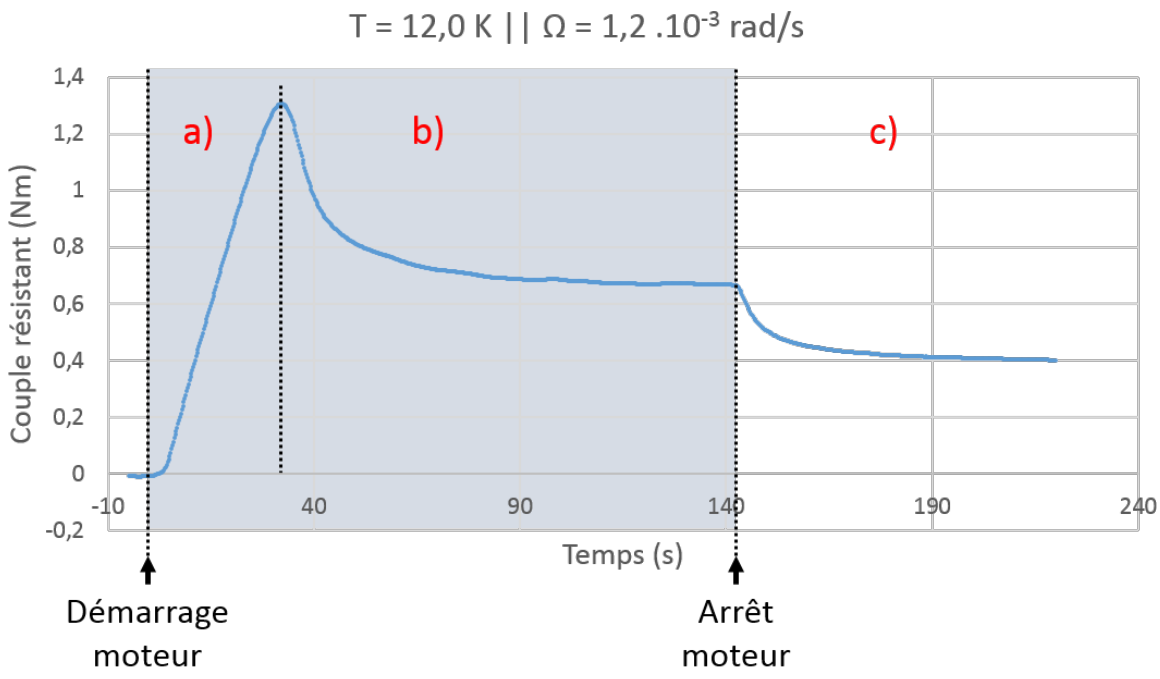


FIGURE 4.2: Couple résistant typique d'un essai à vitesse constante. On observe trois temps dans cette expériences.

b) Après la rupture, l'hydrogène solide s'écoule en présentant, en régime permanent, un couple résistant dépendant de la température et de la vitesse. Les basses températures et les hautes vitesses augmentent le couple résistant, et vice-versa. Ce couple résistant semble analogue à une viscosité apparente.

c) Lorsque le moteur est stoppé, le couple résistant tombe à une valeur de contrainte non nulle, qui dépend de la température. Cette valeur atteint une valeur apparemment stable en quelques minutes ; cependant, si on prolonge l'expérience sur plusieurs heures, on peut observer un fluage.

Dans la perspective du modèle de Herschel-Bulkley, on peut proposer quelques interprétations de ces premiers résultats. Tout d'abord, le point de rupture séparant les zones a) et b) correspond au seuil d'écoulement, c'est-à-dire le passage du régime statique au régime d'écoulement ; la zone a) n'étant pas en écoulement, elle ne peut pas être modélisée par Herschel-Bulkley. La diminution de la contrainte au début de la zone b) suggère que l'hydrogène entre dans la catégorie des matériaux décrits par la figure 3.8, qui possèdent une contrainte seuil d'écoulement σ_E différente de sa contrainte seuil σ_0. Il pourrait également y avoir une différenciation entre la contrainte seuil apparente σ_D et la contrainte seuil réelle (statique) σ_S.

Quant à la contrainte obtenue après l'arrêt du moteur dans la zone c), il serait tentant de considérer qu'il s'agit de la contrainte seuil d'écoulement σ_D. Cela n'est pas correct cependant, car l'hydrogène n'est plus en écoulement dans la zone c) ; un effet de relaxation intervient et diminue la contrainte dans le matériau sous le seuil σ_D. Cette contrainte finale de la zone c) décrit plutôt un seuil de plasticité affecté par la relaxation. On l'appellera « contrainte résiduelle » et on la notera σ_R. Néanmoins, puisque l'écoulement est un cas limite des déformations plastiques, la contrainte seuil dynamique est nécessairement supérieure à la contrainte résiduelle ; on peut donc considérer que la valeur de la contrainte seuil dynamique σ_D est comprise entre celle de la contrainte résiduelle σ_R et celle de la contrainte pendant l'écoulement σ. Le diagramme 4.3 regroupe ces différentes contraintes σ_i spécifiques afin de pouvoir mieux discerner leur définition.

Les trois temps a), b) et c) permettent d'affiner le protocole expérimental, selon que l'on

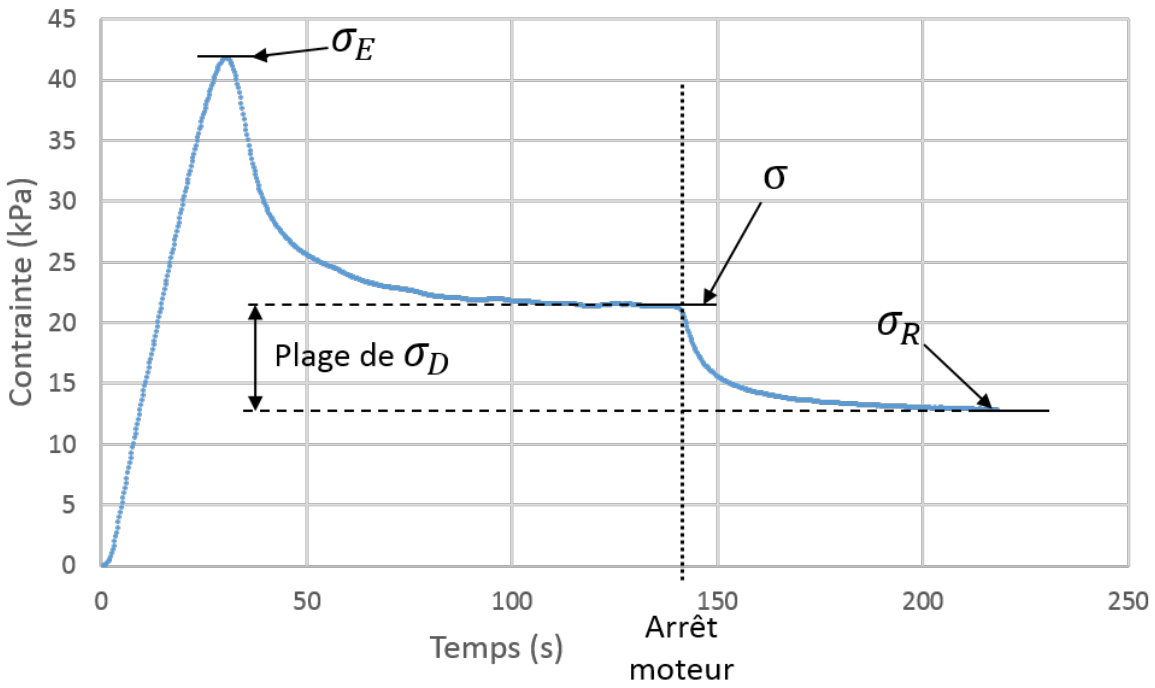


FIGURE 4.3: Définition des différentes contraintes spécifiques employées dans cet ouvrage.

souhaite étudier les propriétés visco-plastiques « solides » de l'hydrogène, ou bien ses propriétés d'écoulement « fluides ». Dans le premier cas, on veillera à se trouver dans la zone a) et à ne pas provoquer de rupture, tandis que dans le second cas, on se placera dans les zones b) et c).

Enfin, un dernier point reste à préciser concernant cette mesure : sa faible répétabilité. Si on répète cette expérience avec les mêmes conditions expérimentales (température et vitesse de rotation), on observe une variabilité importante dans les résultats, qui est résumée sur le diagramme 4.4.

Cette variabilité n'est pas uniforme sur les essais : pendant la phase d'écoulement, elle est faible, allant jusqu'à ±10% si on intervient sur le montage de la roue ou des réducteurs. En revanche, pour le régime statique, la variabilité est beaucoup plus importante, allant jusqu'à ±30% sur tous les paramètres (valeur de la résistance maximale, pente, angle parcouru avant d'atteindre le maximum, ...) même sans toucher au montage. Cette variabilité importante est un paramètre à garder en mémoire dans la suite de l'étude.

4.2 Étude des petites déformations

4.2.1 Expérience à couple constant

La première expérience consiste à soumettre l'hydrogène solide à une contrainte constante et à observer la déformation produite. Cette contrainte constante est obtenue en maintenant un couple constant sur l'axe de transmission. La rotation du moteur est directement régulée par le couple mesuré par le couplemètre Burster. Contrairement à un essai en traction où la contrainte augmente peu à peu à mesure que la section de l'éprouvette diminue, la contrainte ici est maintenue parfaitement constante.

On peut observer deux comportements différents selon que la contrainte appliquée est supérieure ou inférieure à la « contrainte de rupture » observée sur le diagramme 4.2.

1. Si la contrainte est supérieure à la contrainte de rupture, l'hydrogène s'écoule. Le couple

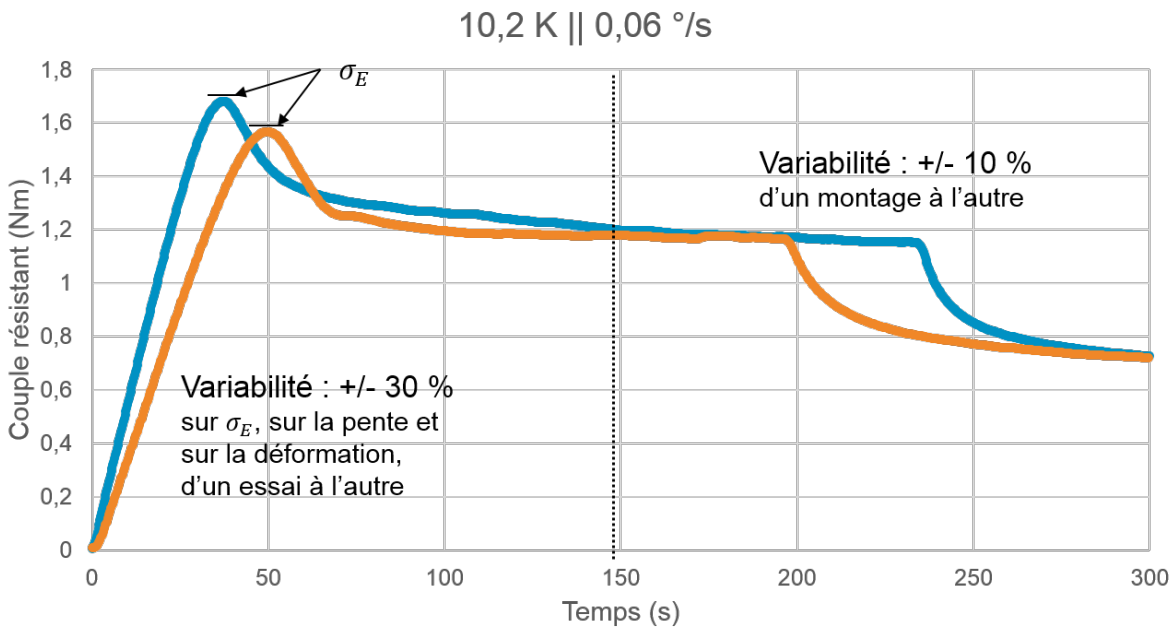


FIGURE 4.4: Les mesures réalisées sur l'hydrogène solide présentent une variabilité non uniforme importante.

diminue jusqu'à la valeur de la résistance visqueuse de l'écoulement et le moteur tourne à vitesse maximum pour essayer d'atteindre le couple demandé. À partir de là, on peut jouer sur la valeur du couple demandé pour influer sur la vitesse de rotation associée. On obtient de fait un écoulement standard ; ce type de déformation est étudié dans la section suivante.

2. Si la contrainte est inférieure à la contrainte de rupture, l'hydrogène flue, tandis que le moteur tourne à vitesse extrêmement lente pour maintenir le couple. Lorsque le point d'endommagement est atteint, la déformation s'accélère brutalement et l'hydrogène solide s'écoule avec les mêmes paramètres que dans le cas décrit ci-dessus.

La figure 4.5 représente une mesure typique de fluage. On repère bien les différentes étapes de fluage primaire, secondaire et tertiaire évoquées dans le chapitre précédent. Le critère d'arrêt de la mesure est arbitraire : on arrête la mesure lorsque le moteur tourne à plus de 10 % de sa vitesse maximum ou bien après 6 heures de mesure. La figure 4.6 représente les mesures réalisées pour différentes contraintes et pour deux températures différentes. On peut faire les constatations suivantes :

— Pendant la mise sous contrainte, on observe une déformation quasi-instantanée. Cette déformation permet d'identifier le module de cisaillement G de l'hydrogène solide. Cependant, la déformation de l'axe comptant déjà pour environ 40 % de la déformation totale mesurée, sa caractérisation n'est pas assez fine pour que la valeur de la déformation lue à la mise sous contrainte soit fiable. On peut néanmoins calculer une estimation du module de cisaillement apparent à partir de l'angle parcouru pendant la mise sous contrainte : on obtient des valeurs comprises entre 1,3 mégapascal et 2,3 mégapascals. Il s'agit du bon ordre de grandeur d'après C. Souers [31] (qui l'estime à 1,9 mégapascal à 10 kelvins).

— Il est important de rappeler que ces mesures ont été réalisées pour un temps de solidification de 30 minutes (Krupskii parle de temps de « recuit » [29] ; cette dénomination sera conservée dans la suite de cet ouvrage). Les mêmes mesures réalisées pour un temps de recuit différent donnent des résultats différents : plus le temps de recuit est important, plus le fluage est lent. Les mesures représentées sur le diagramme 4.6 sont donc très dépendantes

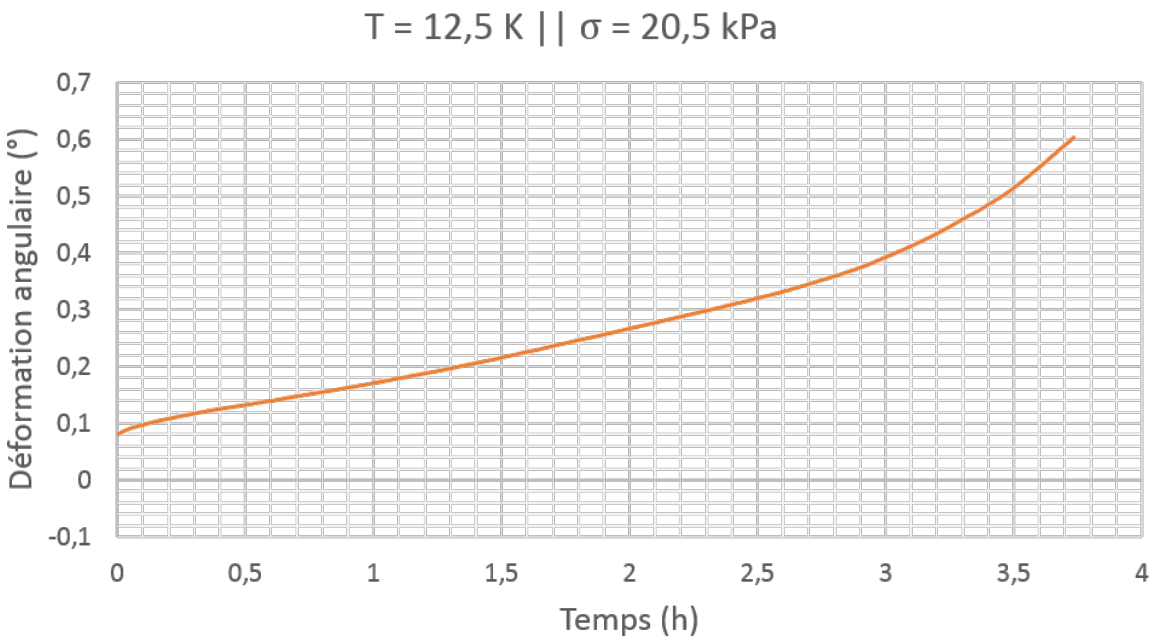


FIGURE 4.5: Mesure typique de fluage de l'hydrogène solide.

des paramètres du protocole expérimental en place.

— L'influence de la température sur le fluage est assez explicite : une température plus élevée ralentira le fluage. Ceci peut être expliqué intuitivement par le fait qu'un matériau plus chaud aura une résilience plus élevée, et qu'atteindre son point d'endommagement (c'est-à-dire le début du fluage tertiaire, voire le chapitre 3) nécessitera plus de temps.

Déterminer une expression de la déformation due au fluage est délicat. Le chapitre précédent mentionne avec l'équation 3.11 et les observations de Krupskii que le fluage primaire peut être modélisé par un logarithme et le fluage tertiaire par une puissance de degré 3. On peut proposer un modèle combinant ces observations ainsi que les constatations évoquées ci-dessus. Il s'agit d'un modèle purement empirique, mais qui a l'avantage de décrire à lui seul toutes les courbes exposées sur le diagramme 4.6. Ce modèle est le suivant :

$$\begin{aligned} \gamma = \quad & \gamma_0 + k \cdot \ln(1 + b \cdot t) & \\ & + B \cdot (t - \tau_B) & \text{pour } t > \tau_B \\ & + C \cdot (t - \tau_C)^3 & \text{pour } t > \tau_C \end{aligned} \tag{4.1}$$

avec les paramètres suivants :

— γ_0 décrit la déformation visco-élastique instantanée due à la mise en charge. Comme mentionné plus haut, déterminer sa valeur exacte nécessite une caractérisation très précise de l'axe de transmission, il convient donc d'être prudent avec les valeurs numériques associées.

— k et b sont deux paramètres décrivant le fluage primaire.

— B et τ_B sont deux paramètres décrivant le fluage secondaire. τ_B correspond au temps au bout duquel le mécanisme de fluage à vitesse minimale devient concurrent au mécanisme du fluage primaire.

— C et τ_C sont deux paramètres décrivant le fluage tertiaire. De la même manière que pour le terme du fluage secondaire, τ_C correspond au temps au bout duquel le fluage tertiaire commence.

Les tableaux regroupant les valeurs des différents paramètres du modèle de fluage se trouvent en annexe B.

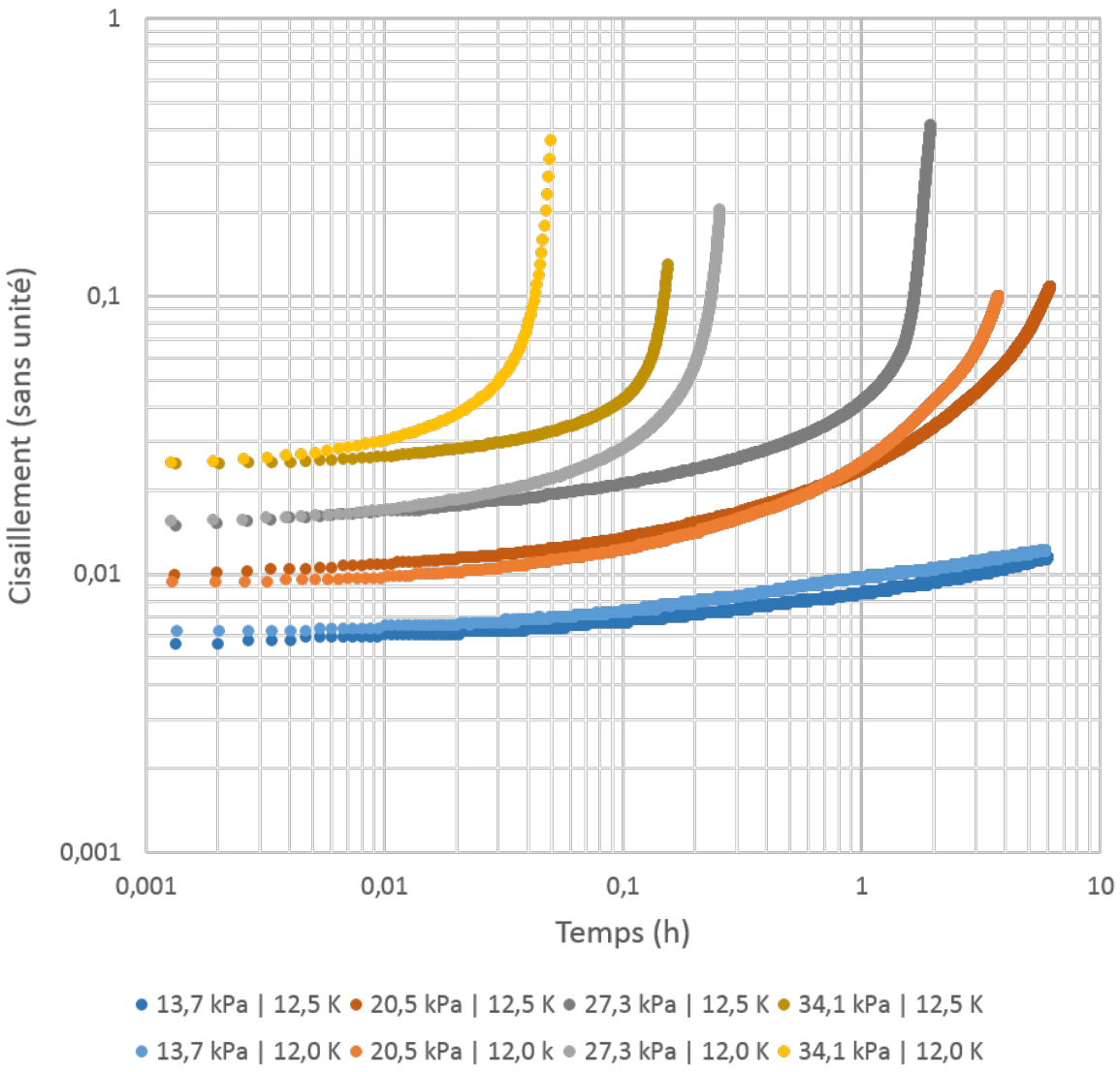


FIGURE 4.6: Courbes de fluages obtenues pour différentes contraintes et pour deux températures différentes, pour un temps de recuit de 30 minutes. Chaque couleur indique la contrainte appliquée ; claire pour 12,0 K, foncée pour 12,5 K.

Modélisation visco-plastique du solide

Au-delà de l'expression empirique de la déformation, l'expérience de fluage apporte une lumière sur la déformation de l'hydrogène solide avant son écoulement. La figure 4.7 montre la courbe de déformation durant un essai de fluage (parmi ceux représentés sur le diagramme 4.6) sans que le pic de rupture soit franchi.

L'hydrogène subit donc une déformation à contrainte variable pendant la mise en charge, puis une déformation à contrainte constante (le fluage), puis un retour lorsque la contrainte est levée. Ce retour indique une composante élastique dans la structure de l'hydrogène solide. Deux informations sont à relever sur ce diagramme :

— la mise en charge n'est pas linéaire, donc l'hydrogène possède une composante visqueuse ;

— l'amplitude du retour est plus faible que celle de la mise en charge. Il y a donc eu une déformation plastique irréversible en sus du fluage.

On peut donc attribuer à l'hydrogène solide un modèle visco-plastique. Au regard des descriptions des modèles de Maxwell et Kelvin-Voigt du chapitre précédent, celui de Maxwell est

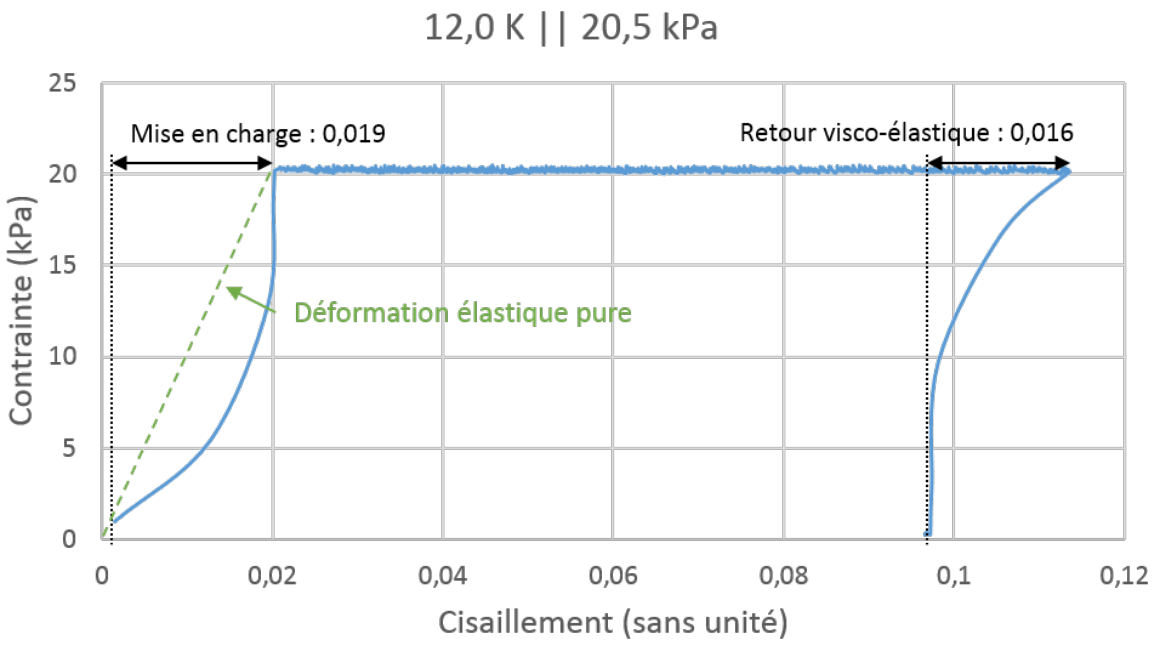


FIGURE 4.7: Courbes de déformation pendant le fluage de l'hydrogène solide.

plus pertinent. La modélisation de l'hydrogène solide consiste donc en un ensemble ressort-amortisseur série que l'on notera ϵ. La valeur de ce retour est très inférieure à la déformation subie par l'axe de transmission (selon le diagramme 3.24), on peut donc légitimement se demander si ce retour mesuré n'est pas simplement dû aux imprécisions de la caractérisation de l'axe. Cependant, si c'était le cas, le retour serait purement élastique car l'axe de transmission est en acier ; or, on voit sur le diagramme 4.7 que cette déformation n'est pas linéaire avec la contrainte. L'hydrogène solide est donc responsable de ce retour visqueux. La valeur exacte des composantes de l'ensemble ϵ n'est pas fiable car le retour visco-plastique dépend du temps de recuit, qui n'est pas déterminable avec précision à cause du temps de descente en température (comme évoqué dans la section consacrée à la vérification thermique d'APRYL).

On peut néanmoins proposer une estimation assez grossière. L'amplitude du retour en arrière est due à l'effet élastique k_ϵ ; selon l'équation associée 3.3, les contraintes en jeu et l'amplitude du retour visco-plastique, on peut calculer que cette raideur k_ϵ est de l'ordre de 1 MPa.

Comparaison avec la littérature scientifique

Seuls Krupskii et Alekseeva ont fait des mesures sur le fluage de l'hydrogène solide, sans pour autant parvenir à une équation théorique ou empirique reliant la déformation, la contrainte et la température. La formule 4.1 obtenue dans cet ouvrage répond bien aux observations faites par leurs travaux [29, 30], que ce soit aux faibles vitesses avec la composante en logarithme ou aux grandes vitesses avec le monôme de degré 3. Le fait que l'augmentation de la température retarde le point d'endommagement est cohérent avec l'idée d'une augmentation de la ductilité avec la température, qu'on retrouve avec les aciers [32]. À défaut d'être aisément utilisable, la loi déterminée ici a l'avantage d'être une première base sur laquelle s'appuyer pour une future étude du fluage de l'hydrogène solide.

4.2.2 Expérience à angle oscillant

Comme mentionné dans la partie consacrée au modèle théorique des essais oscillants, cette expérience n'est réalisable que dans le cas où l'hydrogène solide a un comportement linéaire.

C'est la raison pour laquelle cette expérience ne peut être réalisée que dans la zone a) de la déformation indiquée sur le diagramme 4.2 du chapitre précédent.

Paramétrage de l'expérience

Les différents essais à angle oscillant doivent avoir en commun l'amplitude de la déformation ainsi que la température, afin d'observer l'évolution de la contrainte liée aux changements de fréquence. La température est fixée à 13,0 kelvins par simplicité de mise en œuvre. Les deux autres paramètres (amplitude et fréquence admissibles) sont limités par différents facteurs.

— **L'amplitude** angulaire est limitée par la déformation admissible par l'hydrogène avant qu'il ne rompe et ne s'écoule. Bien qu'aucune valeur précise n'ait été déterminée, les ruptures observées pendant les essais d'écoulement se produisent généralement entre 1,0 et 1,6 degré, selon la température, le temps de recuit et la vitesse de déformation. Afin de garder une marge de sécurité et de s'assurer que l'hydrogène ne rompe pas pendant les oscillations, on choisit de réaliser toutes les mesures avec une amplitude de 0,4 degré.

— **La fréquence** des oscillations est limitée par le système d'acquisition et de commande qui travaille à une fréquence de 4 hertz. Afin de garantir que d'une part l'acquisition des angles et couples, et d'autre part la commande de rotation du moteur soient correctement échantillonnées, la fréquence maximale envisageable est 40 millihertz.

À ces contraintes, s'ajoutent les limitations imposées par le moteur électrique du fait de ses vitesses de rotation maximale et minimale.

— **La vitesse de rotation minimale du moteur** (dépendante du couple résistant, entre autre) a pour conséquence de couper la crête de la sinusoïde d'angle, où la vitesse de rotation est minimale. Le diagramme 4.8 montre un exemple de ce phénomène, où l'on voit que la sinusoïde d'angle (en bleu) ne va pas jusqu'à la consigne de 0,4 degrés. Ce problème n'est pas dû à la commande du moteur, et ne peut pas être résolu en ajoutant une composante d'intégration dans la régulation de la vitesse ; il s'agit bien d'une limitation du moteur. Nous avons cependant pu réduire ce défaut en ajoutant un étage de réduction au moteur : pour obtenir la même sinusoïde de vitesse en sortie, le moteur aura à tourner plus rapidement. On peut ainsi réduire la largeur de l'écrêtement et affiner la densité spectrale de la position.

— **La vitesse de rotation maximale du moteur** pose également une limite. Le moment où la vitesse de rotation est maximale survient lorsque l'angle passe par zéro : la vitesse de rotation est alors égale au produit de l'amplitude angulaire et de la pulsation de l'oscillation. Si la vitesse commandée est trop importante, le moteur sature en vitesse et la sinusoïde d'angle se transforme en rampe à chaque passage à zéro. Pour régler ce problème, plusieurs solutions sont envisageables : on peut réduire l'amplitude ou la fréquence commandée, ou bien enlever des étages de réduction à la motorisation. Or, l'amplitude doit rester constante d'un essai à l'autre, et la diminution des étages de réduction amplifie le problème de l'écrêtement des sinusoïdes décrit ci-dessus.

Les fréquences accessibles sont donc issues d'un compromis entre écrêtement acceptable et vitesse maximale nécessaire. En pratique, la fréquence maximale employée lors des essais est 25 millihertz, et la fréquence minimale est 0,25 millihertz.

L'expérience a donc été réalisée pour les paramètres suivants :

— temps de recuit : 30 minutes ;

— température : 13,0 kelvins ;

— amplitude : 0,4 degrés ;

— fréquence : de 0,25 à 25 millihertz.

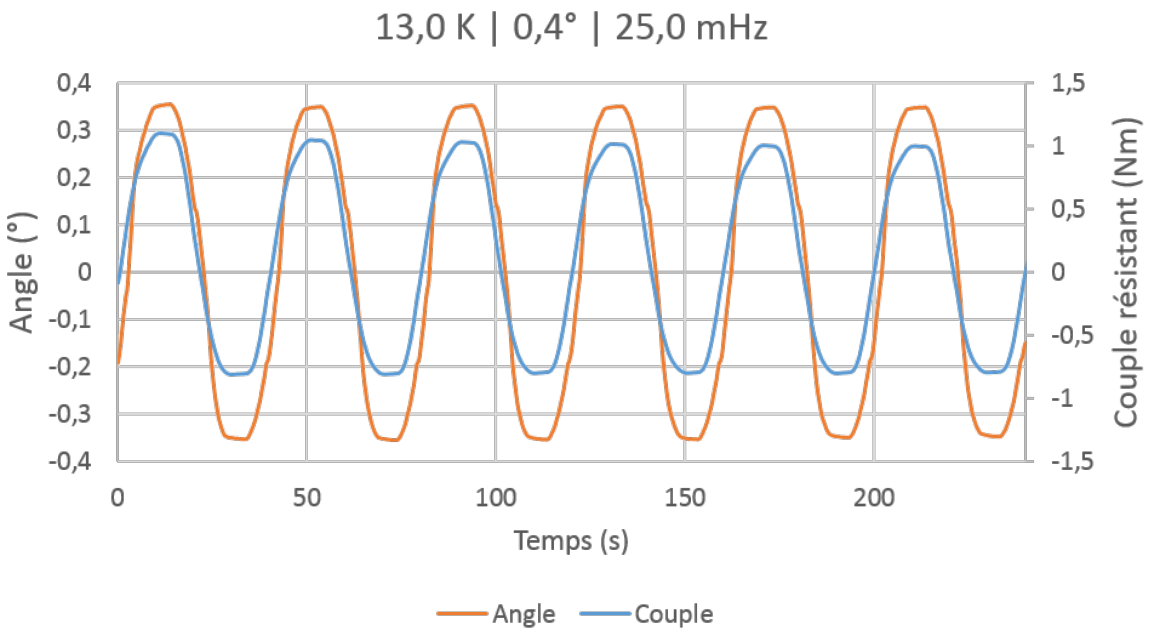


FIGURE 4.8: Position angulaire et couple résistant lors d'un essai oscillant. On peut observer d'une part un léger écrêtement des pics, et d'autre part que la moyenne du couple est non nulle.

Vérification du dispositif expérimental

La vérification du dispositif expérimental pour les essais oscillants consiste à vérifier que l'angle commandé est un signal sinusoïdal bien piqué (en terme de puissance spectrale) et que le couple mesuré l'est tout autant. En effet, l'élasticité de l'accouplement magnétique et l'inertie de la transmission pourraient altérer le signal.

Cette caractérisation de la commande est réalisée directement pendant les véritables essais. Le diagramme 4.8 montre un résultat typique d'un essai oscillant avec les paramètres expérimentaux indiqués dans le titre. Les diagrammes 4.9 montrent les densités spectrales de puissances associées ; on peut constater que les sinusoïdes sont assez marquées, avec un pic important et aucun harmonique significatif. Dans les deux cas, la fréquence du pic vaut 25,1 millihertz et la bande passante à -3 dB vaut 3,6 millihertz.

Résultats des mesures et interprétation

La mesure du module de rigidité décrit dans l'équation 3.13 nécessite trois mesures : l'amplitude de l'angle qui donne l'amplitude de la déformation Γ, l'amplitude du couple résistant qui donne l'amplitude de la contrainte Σ, et le retard entre les deux signaux périodiques Φ. On observe cependant que la sinusoïde de couple n'est pas centrée sur zéro et que les valeurs des pics ont tendance à décroître avec le temps. On prendra donc pour amplitude de couple la moyenne des valeurs de crête (en valeur absolue) sur les quatre premières périodes. On peut ainsi calculer la norme et l'argument de G.

La reproductibilité des mesures est discutable : le déphasage Φ menant aux ratios $G'/|\underline{G}|$ et $G''/|\underline{G}|$ est bien reproductible, mais la valeur absolue $|\underline{G}|$ est quant à elle plus variable. Cette incertitude est attribuée au couplemètre Burster qui présente un léger plateau lorsque le couple mesuré passe par zéro, ce qui diminue la fiabilité de la valeur du couple lue pour les essais oscillants. De plus, la torsion de l'axe de transmission pour ces valeurs de couples est de l'ordre de grandeur de la déformation. Par conséquent, la valeur de $|\underline{G}|$ n'est pas absolument fiable.

La mesure de l'argument en revanche permet de déterminer que l'hydrogène solide est dominé par sa composante visqueuse aux basses fréquences (où $\tan(\Phi) > 1$), et par sa composante

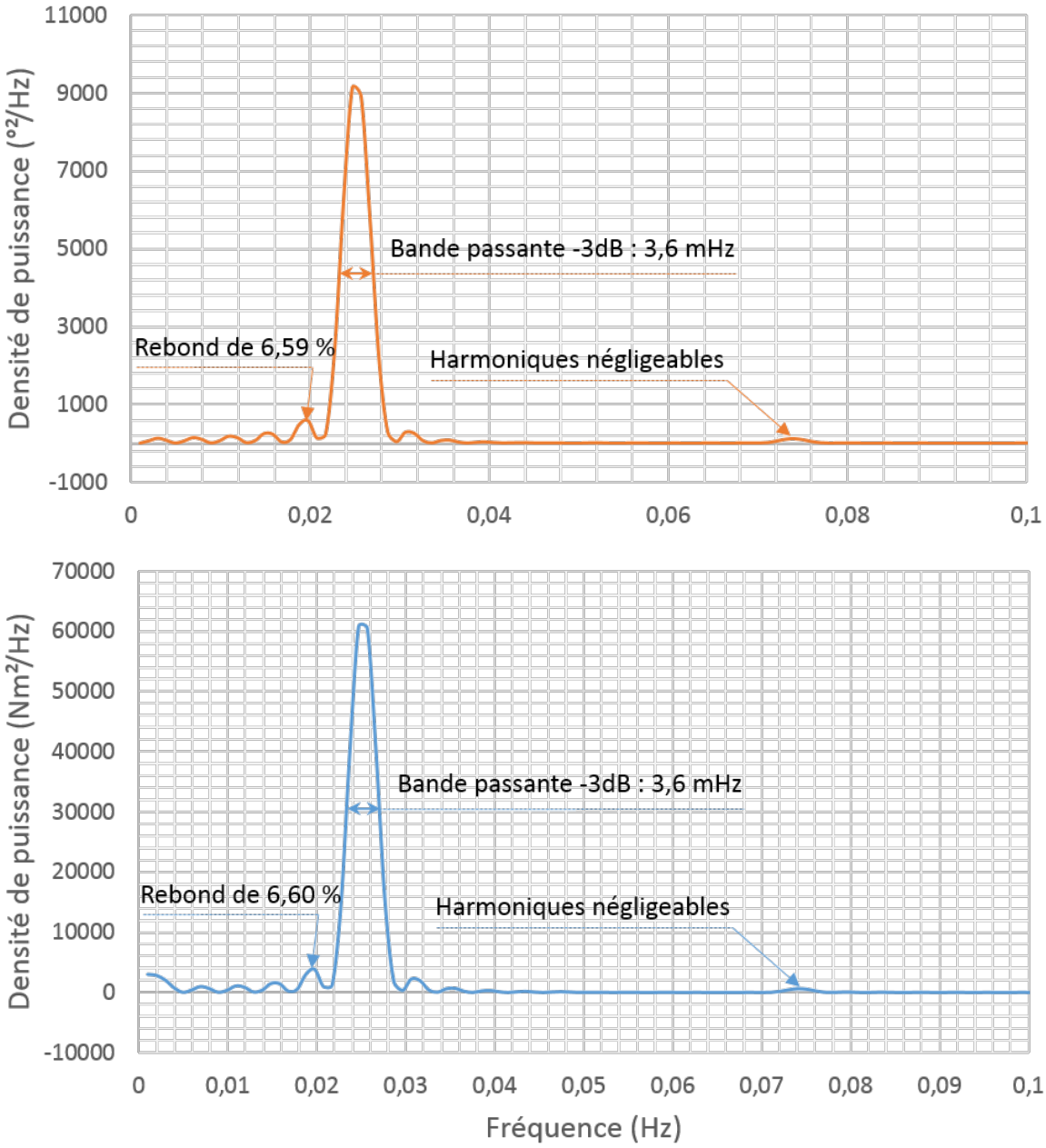


FIGURE 4.9: Densité spectrale de puissance de la position angulaire et du couple (respectivement en haut et en bas) pour une commande de 0,4 degré à 25 millihertz.

élastique aux hautes fréquences (où $\tan(\Phi) < 1$). La fréquence d'inversion, où les modules élastiques et visqueux sont égaux, se situe à 2,5 millihertz, ce qui permet de déterminer le temps caractéristique de l'hydrogène solide (l'inverse de cette fréquence), soit 400 secondes. Autrement dit, pour des interactions mécaniques dont la durée est très inférieure à 400 secondes, l'hydrogène solide se comportera comme un solide élastique ; pour celles très supérieures à 400 secondes, il se comportera comme un fluide visqueux.

L'interprétation microscopique de ce temps caractéristique de 400 secondes dépasse le cadre d'étude de cette thèse et n'est donc pas abordée dans la suite.

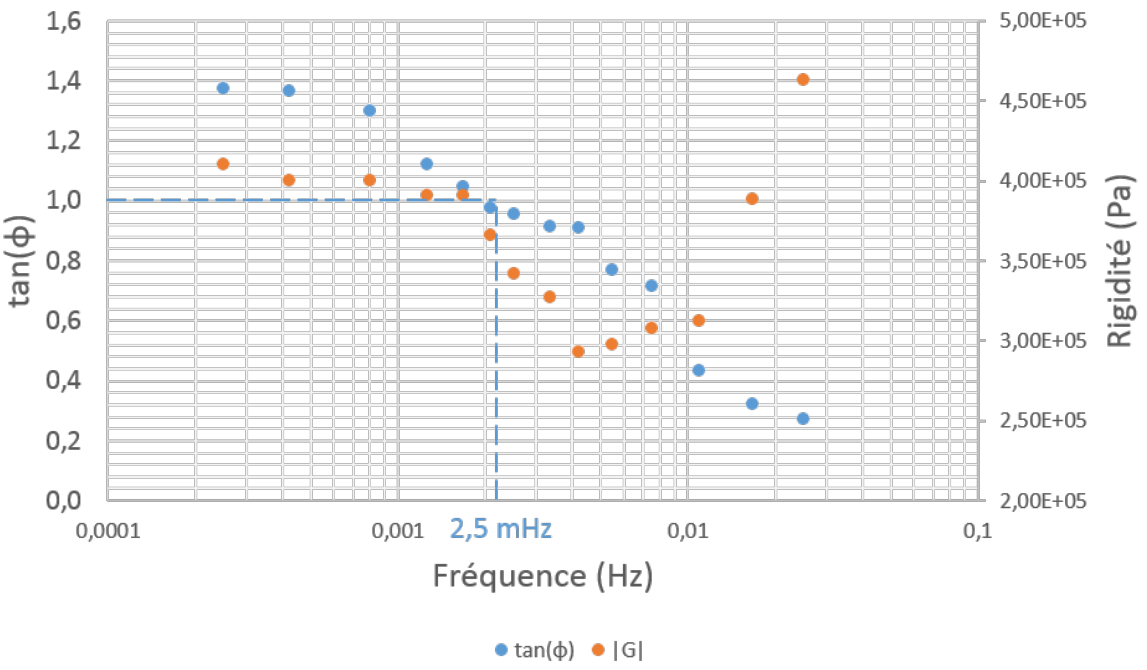


FIGURE 4.10: Évolution de l'argument et de la norme du module de rigidité en fonction de la fréquence, pour une température de 12,0 kelvins et un temps de recuit de 30 minutes. La fréquence d'inversion (où $tan(\Phi) = 1$) vaut 2,5 millihertz.

Complément à la modélisation de l'hydrogène solide

La prépondérance de l'effet élastique aux hautes fréquences et celle de l'effet visqueux aux basses fréquences sont avérées. Du point de vue des modèles élémentaires théoriques, cela indique que les éléments ressort et amortisseur sont en série, plutôt qu'en parallèle ; autrement dit, l'hydrogène solide correspond davantage à un solide de Maxwell qu'à un solide de Kelvin-Voigt. Cette observation est cohérente avec le modèle proposé suite aux essais de fluages ; la fréquence critique de cet ensemble ressort-amortisseur se situe à 2,5 millihertz.

4.3 Étude de l'écoulement

4.3.1 Expérience à vitesse constante

Après avoir observé le comportement de l'hydrogène solide aux petites déformations, on peut étudier le second type de déformation, c'est-à-dire l'écoulement. Cette expérience consiste à faire tourner le moteur à vitesse constante et à mesurer l'évolution du couple résistant. En d'autres termes, l'expérience consiste à forcer l'hydrogène à s'écouler à vitesse constante. Un résultat d'un essai typique a déjà été présenté au début de ce chapitre, sur le diagramme 4.2. Le diagramme 4.11, plus complet, montre l'impact de la vitesse de rotation et de la température sur le couple résistant mesuré.

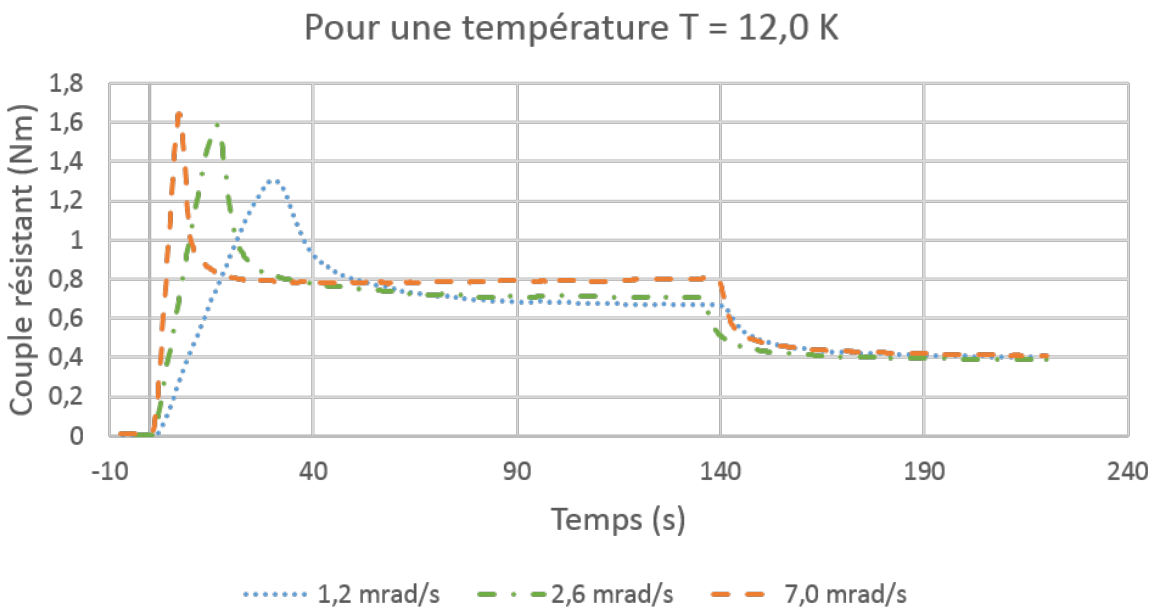
Le pic de contrainte avant l'écoulement

La contrainte maximale atteinte à la mise en écoulement correspond à la contrainte seuil d'écoulement σ_E. Cette contrainte dépend de la température et de la vitesse de déformation, mais aussi du temps de recuit. On peut affiner ce concept de rupture en remarquant que les déformations plastiques des aciers présentent elles aussi un pic de contrainte [33]. Dans les aciers, cela est dû à un phénomène de restauration-recristallisation dynamique : il est dépendant de la température et de la vitesse de déformation. Cette dénomination requiert néanmoins l'existence de dislocations et de grains dans le matériau, qui est une hypothèse difficile à justifier pour l'hydrogène solide sans réaliser une étude cristallographique poussée.

Déterminer précisément cette contrainte se révèle très délicat car elle dépend de nombreux paramètres : température, vitesse de rotation, temps de recuit et déformations précédentes.

La résistance pendant l'écoulement

Contrairement aux propriétés d'avant la rupture, les propriétés d'écoulement ne dépendent pas du tout du temps de recuit. Les mesures effectuées sont très reproductibles, peu importe l'histoire du solide ou la rampe de vitesse imposée. Aucune hystérésis n'a été mesurée suite à des variations de température et de vitesse et aucune dérive n'apparaît, même en maintenant l'écoulement pendant plusieurs heures. Les propriétés de l'écoulement ne dépendent que de la température et de la vitesse instantanée de rotation. La résistance lors de l'écoulement à vitesse constante correspond bien au paramètre de viscosité décrit dans le modèle des fluides (voir l'équation 3.4), à ceci près que cette viscosité dépend de la vitesse de rotation. Les contraintes résistantes mesurées pour plusieurs vitesses et plusieurs températures sont présentées sur le diagramme 4.12 et le tableau des mesures complet se trouve en annexe C. Avec la précision du couplemètre mesurée dans le chapitre 3, la précision des contraintes mesurées est de 150 Pa.



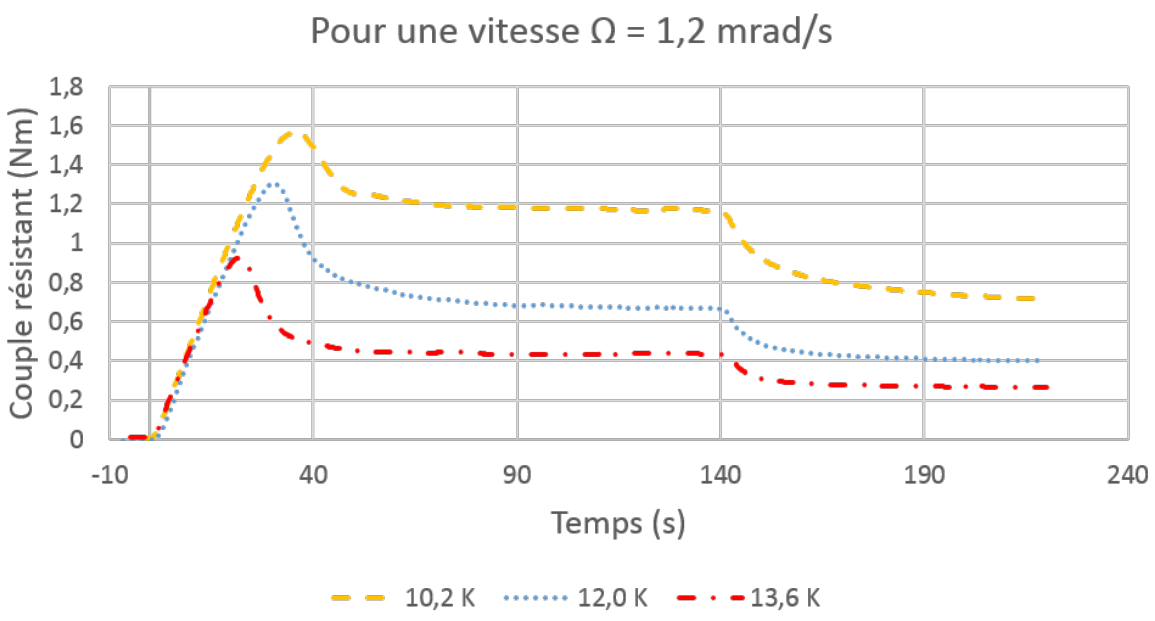


FIGURE 4.11: Effet de la vitesse de rotation et de la température sur les mesures à vitesse constante.

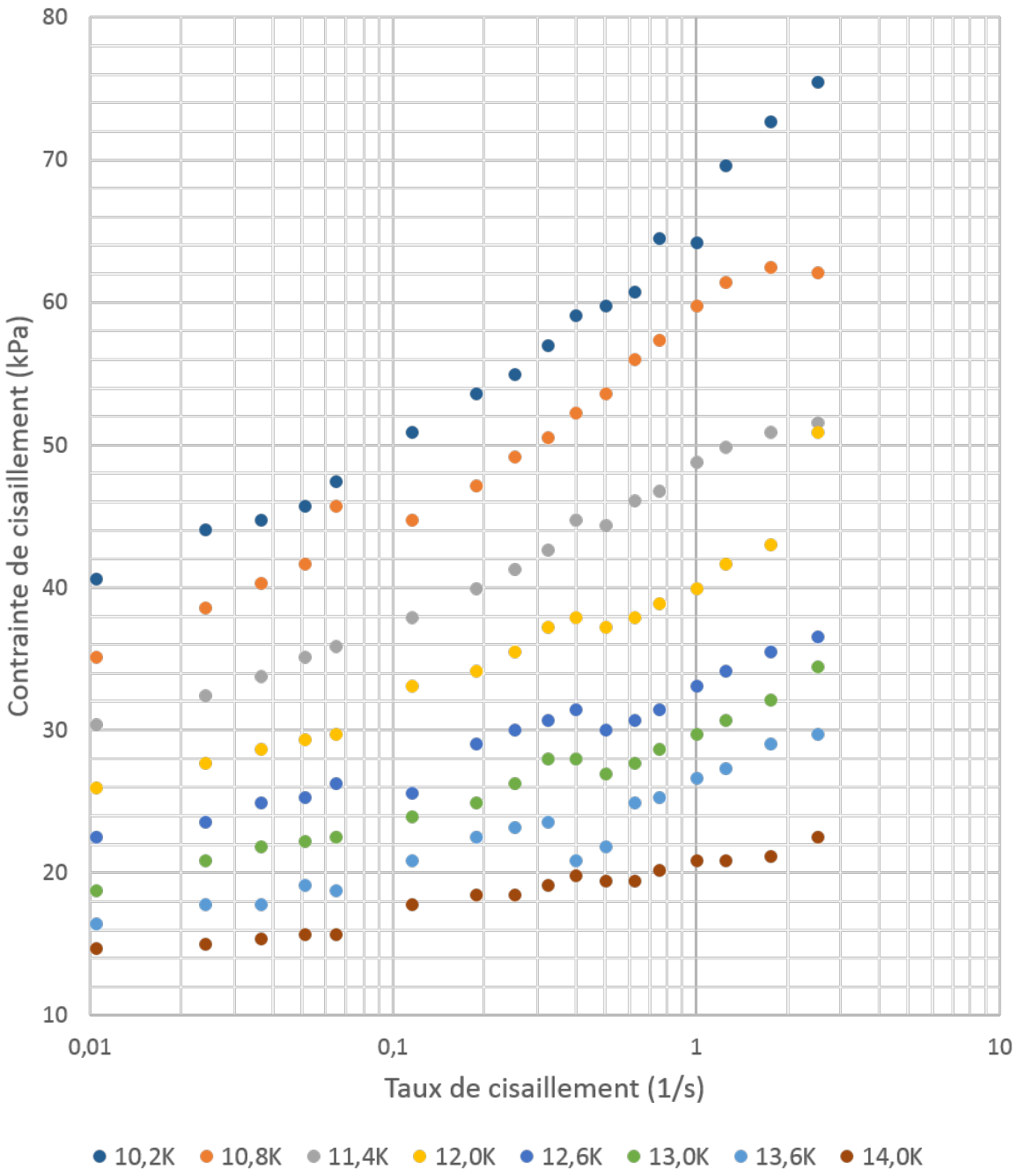


FIGURE 4.12: Courbes de déformation de l'hydrogène solide pour différentes températures. On peut également déterminer la viscosité apparente associée $\eta(T, \dot{\gamma})$ selon le rapport $\frac{\sigma}{\dot{\gamma}}$.

La contrainte résiduelle

À l'arrêt du moteur, le couple résistant diminue jusqu'à une valeur plateau non nulle. Il correspond à une contrainte seuil propre au matériau en-dessous de laquelle le matériau ne se déforme pas : après l'arrêt du moteur, l'accouplement magnétique et l'axe de rotation agissent comme un ressort chargé et sans seuil dans le matériau, l'hydrogène continuerait son écoulement à une vitesse décroissante jusqu'à ce que le couple de ce ressort soit égale à zéro, ce qui n'est pas le cas.

On peut néanmoins discuter de l'impact de la résistance de la motorisation dans la mesure

de cette valeur : si, une fois arrêté, le moteur subit un mouvement de recul, alors le couple mesuré n'est pas représentatif des propriétés de l'hydrogène solide seules. Cette objection peut être rejetée en comparant l'angle mesuré par le codeur optique Renishaw et par le couplemètre Burster. En effet, le couplemètre intègre un capteur de position angulaire qui indique que l'axe moteur au-dessus de l'accouplement magnétique est parfaitement fixe ; le moteur ne subit donc aucun mouvement après son arrêt. De plus, l'écart entre l'angle mesuré par le codeur Renishaw et celui mesuré par le couplemètre Burster correspond au décalage angulaire de l'accouplement magnétique. L'hydrogène solide est donc bel et bien l'unique acteur de ce couple résistant résiduel.

Comme mentionné au début du chapitre, cette contrainte résiduelle apparaît à l'arrêt de l'écoulement ; elle ne caractérise pas la contrainte seuil à taux de cisaillement nul (c'est-à-dire σ_D) à cause de la relaxation du matériau. Elle est indépendante du taux de cisaillement de l'écoulement, mais elle décroit lorsque la température augmente. On note cette contrainte résiduelle σ_R. Ses valeurs sont présentées sur le tableau 4.1, dans la section consacrée à la loi de déformation de l'hydrogène solide.

Le retour visco-plastique

Enfin, on peut observer un léger retour visqueux à la fin de l'écoulement : lorsque le moteur s'est arrêté de tourner et que la contrainte a atteint la contrainte σ_R, on fait tourner le moteur en sens inverse pour remettre la contrainte dans le matériau à zéro. Cet effet est invisible pendant l'écoulement et n'intervient donc pas dans la loi de déformation. On obtient de cette façon une déformation très légère, visible sur la figure 4.13. Cette déformation apparente est du même ordre de grandeur que celle observée à la fin des essais de fluage. La modélisation en solide de Maxwell avancée dans la partie consacrée au fluage est donc une composante de la modélisation pendant l'écoulement.

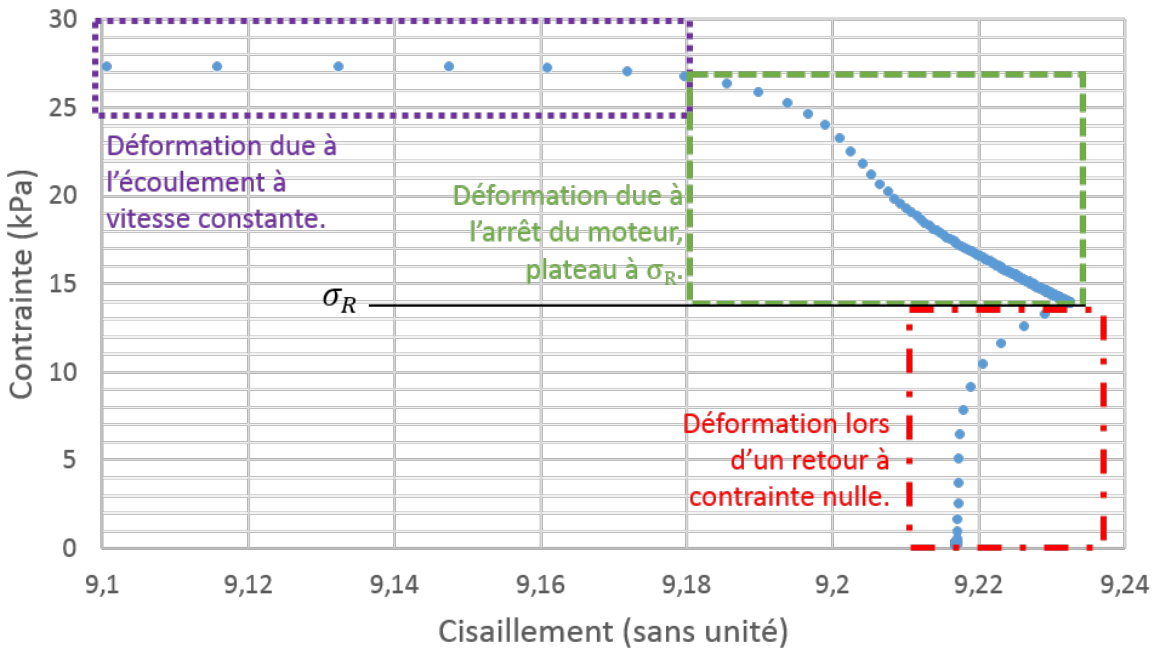


FIGURE 4.13: Suite à un écoulement à 12,0 kelvins et 5,0 milliradians par seconde, on peut quitter le plateau de contrainte seuil en faisant tourner le moteur en arrière. Cette réponse dénote un comportement visco-plastique.

4.3.2 La loi d'écoulement de l'hydrogène solide

Les résultats de S. Garcia [14] et J. Leachman [25], ainsi que l'allure des courbes obtenues sur le diagramme 4.12 suggèrent de modéliser l'écoulement de l'hydrogène solide avec un modèle de Herschel-Bulkley. Ce modèle correspond, dans le domaine de l'écoulement, à l'équation suivante :

$$\sigma = \sigma_0 + K \cdot \dot{\gamma}^n$$

Afin de vérifier si ce modèle décrit bien l'écoulement de l'hydrogène solide, il faut déterminer les paramètres σ_0, K et n qui ajustent au mieux le modèle et les mesures. Le premier des coefficients à déterminer est σ_0. Comme expliqué à la fin du chapitre précédent, la grandeur la plus représentative de ce paramètre est la contrainte seuil dynamique σ_D.

On sait que, pour une température donnée, σ_D est supérieure à la contrainte résiduelle σ_R. Cependant, ajuster au mieux le modèle d'Herschel-Bulkley avec les mesures en jouant sur les trois paramètres sus-cités mène à des valeurs aberrantes pour σ_D pour plusieurs jeux de données : généralement inférieures à σ_R et parfois même négatives. Les interprétations les plus plausibles pour ces erreurs sont que la régression numérique est trop sensible aux erreurs de mesure des jeux de données, et surtout que les taux de cisaillement réalisés pendant les essais sont trop grands devant le taux de cisaillement critique $\dot{\gamma}_c$ décrit sur le diagramme 3.8, dans le chapitre précédent. Par conséquent, la contrainte σ_D est inaccessible par les mesures réalisées.

On peut néanmoins encadrer la contrainte σ_D par deux valeurs : la contrainte résiduelle σ_R et la contrainte obtenue par le taux de cisaillement le plus faible mesuré. Dans les mesures représentées sur le diagramme 4.12, il s'agit des contraintes mesurées pour un taux de cisaillement de 0,01 1/s. On note σ_M cette contrainte à taux de cisaillement minimum et l'on peut encadrer la valeur de σ_D comme suit :

$$\sigma_R < \sigma_D < \sigma_M$$

On peut alors construire deux modèles, l'un prenant comme seuil σ_R, l'autre σ_M. On appellera ces modèles respectivement σ_1 et σ_2 dans la suite de ce chapitre ; ils sont définis ainsi :

$$\begin{aligned} \sigma_1 &= \sigma_R + K_1 \cdot \dot{\gamma}^{n_1} \\ \sigma_2 &= \sigma_M + K_2 \cdot \dot{\gamma}^{n_2} \end{aligned} \tag{4.2}$$

En effectuant une régression numérique de ces deux modèles sur les mesures, on obtient des coefficients de détermination supérieurs à 0,95 ; on considère donc que les deux modèles fonctionnent sur la plage de mesure d'APRYL. Les paramètres associés sont sur la table 4.1.

Afin de compléter ces deux modèles, on exprime les paramètres de ces tableaux en fonction de la température T :

$$\begin{aligned} \sigma_R(T) &= 5,60 \times 10^4 - 3,75 \times 10^3 \cdot T \\ K_1(T) &= 1,25 \times 10^5 - 8,08 \times 10^3 \cdot T \\ n_1 &= 0,18 \\ \\ \sigma_M &= 1,22 \times 10^5 - 7,57 \times 10^3 \cdot T \\ K_2 &= 7,60 \times 10^4 - 4,97 \times 10^3 \cdot T \\ n_2 &= 0,58 \end{aligned} \tag{4.3}$$

On obtient alors deux fonctions de déformation. Le diagramme 4.14 représente les mesures ainsi que les deux modèles extrapolés à des taux de cisaillement plus grands, pour les deux températures extrêmes 10,2 et 14,0 kelvins. On constate que, s'ils sont presque équivalents dans la plage de mesure d'APRYL, les valeurs de σ_1 et σ_2 commencent à se différencier lorsque que le taux de cisaillement croît. En conclusion, les deux modèles proposés dans cette section constituent une bonne approximation de la loi de déformation réelle dans la gamme de taux de cisaillement étudiée et on peut faire l'hypothèse qu'ils encadrent cette loi lorsqu'ils sont extrapolés à des taux de cisaillement plus élevés.

Modèle $\sigma_1 = \sigma_R + K_1 \cdot \dot{\gamma}^{n_1}$			
Température (K)	σ_R (kPa)	K_1 (kPa.s^{n_1})	n_1
10,2	21,16	44,74	0,190
10,8	20,14	38,25	0,193
11,4	17,41	30,72	0,187
12,0	14,68	40,79	0,111
12,6	13,31	19,86	0,169
13,0	10,92	19,23	0,183
13,6	8,87	17,22	0,185
14,0	7,51	13,16	0,144

Modèle $\sigma_2 = \sigma_M + K_2 \cdot \dot{\gamma}^{n_2}$			
Température (K)	σ_M (kPa)	K_2 (kPa.s^{n_2})	n_2
10,2	40,61	25,97	0,468
10,8	35,15	23,62	0,395
11,4	30,38	18,37	0,440
12,0	25,94	15,85	0,468
12,6	22,53	11,04	0,449
13,0	18,77	11,45	0,371
13,6	16,38	10,53	0,462
14,0	14,68	6,54	0,571

TABLE 4.1: Tableaux regroupant les paramètres des lois de déformation.

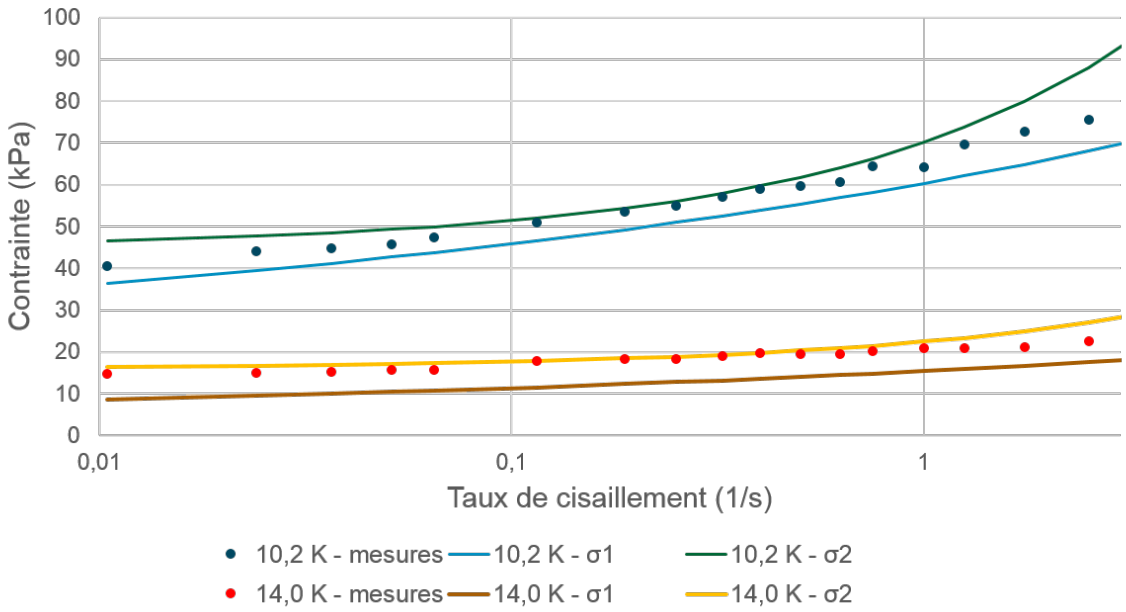


FIGURE 4.14: Comparaison des modèles σ_1 et σ_2 avec les mesures pour les deux températures extrêmes.

4.3.3 Modélisation élémentaire de l'écoulement

L'expérience à vitesse constante permet de bien comprendre le comportement de l'hydrogène en écoulement : la contrainte dépend uniquement du taux de déformation $\dot{\gamma}$ et elle présente une valeur plateau lorsque la déformation cesse. Une modélisation avec les modèles élémentaires décrits au chapitre précédent comprend donc un amortisseur (de type rhéo-fluidifiant) de viscosité $\eta = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}}$ et un patin de valeur seuil σ_E avant la rupture, et σ_R après.

Le retour visco-plastique observé sur le diagramme 4.13 étant du même ordre de grandeur que celui observé lors du fluage, sur le diagramme 4.7, on peut représenter ce retour par l'ensemble ressort-amortisseur ϵ évoqué dans la section précédente, situé en série avec le patin. Cet ensemble ϵ est caractérisé par une raideur k_ϵ (estimée à 1 mégapascal) et une viscosité η_ϵ inconnue et très élevée, car son impact est faible devant celui de l'amortisseur η. La valeur maximum de η mesurée étant de 4 mégapascals-secondes (à température et vitesse minimum), il s'agit d'une valeur minorante pour η_ϵ. Le schéma suivant représente cette modélisation élémentaire :

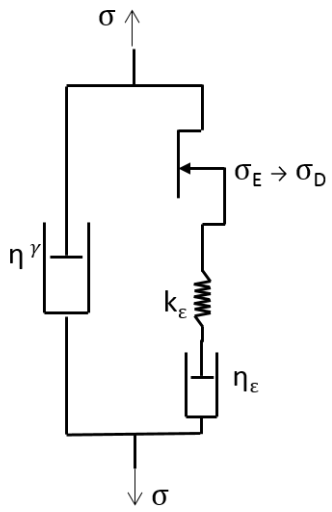


FIGURE 4.15: Modélisation finale de l'hydrogène solide. L'amortisseur principal est annoté d'un γ pour rappeler que sa viscosité dépend du taux de déformation. Ce modèle ne prend pas en compte les effets de recuit, de fatigue et restauration éventuels.

4.3.4 Intervalles d'applicabilité des résultats

Intervalle de température

Les mesures ont été réalisées sur un intervalle de température allant de 10,2 kelvins à 14,0 kelvins. APRYL n'est pas dimensionnée pour mener des expériences à des températures inférieures à 10,2 kelvins. Il est envisageable d'extrapoler les mesures obtenues avec APRYL jusqu'à 8 kelvins, mais pas en-deça ; en effet, Alekseeva a montré que la contrainte dans l'hydrogène dépendait fortement de la température jusqu'à 8 kelvins, mais devenait presque indépendante en deçà de cette valeur [24].

Au-dessus de 14,0 kelvins, il est nécessaire d'augmenter fortement la pression pour empêcher la fusion de l'hydrogène ; à titre d'exemple, une pression de 33 bars est nécessaire pour maintenir l'hydrogène solide à 15,0 kelvins. Les contraintes de sécurité associées à de telles pressions ont limité APRYL à quelques bars ; 14,0 kelvins est donc une limite cohérente avec les capacités d'APRYL et le mode d'opération d'ELISE.

Limitations sur le taux de déformation

Les mesures d'APRYL ont été menées pour des taux de déformation allant de 0,01 à 2,5 1/s. Réaliser des mesures à plus hauts taux de déformation a posé quelques problèmes. Un fort taux de déformation associé à une forte contrainte dissipe une puissance mécanique importante dans l'hydrogène solide, que l'échangeur thermique ne parvient pas à absorber correctement ; en conséquence, la température peut difficilement être maintenue constante. À basse température (< 11 K), la puissance froide disponible est insuffisante et à haute température (> 12 K), l'hydrogène se liquéfie localement avant que la chaleur puisse être évacuée (en conséquence, la viscosité s'effondre, la vitesse augmente et l'hydrogène ne peut plus se solidifier). Des mesures de déformation à hautes vitesses ont cependant pu être réalisées sur un petit intervalle de températures, présentées sur le diagramme 4.16. Les expériences à ces vitesses de rotation ayant une forte tendance à diverger en quelques minutes, la fiabilité des valeurs de contrainte que l'on mesure est limitée ; elles n'ont donc pas été représentées sur le diagramme 4.12.

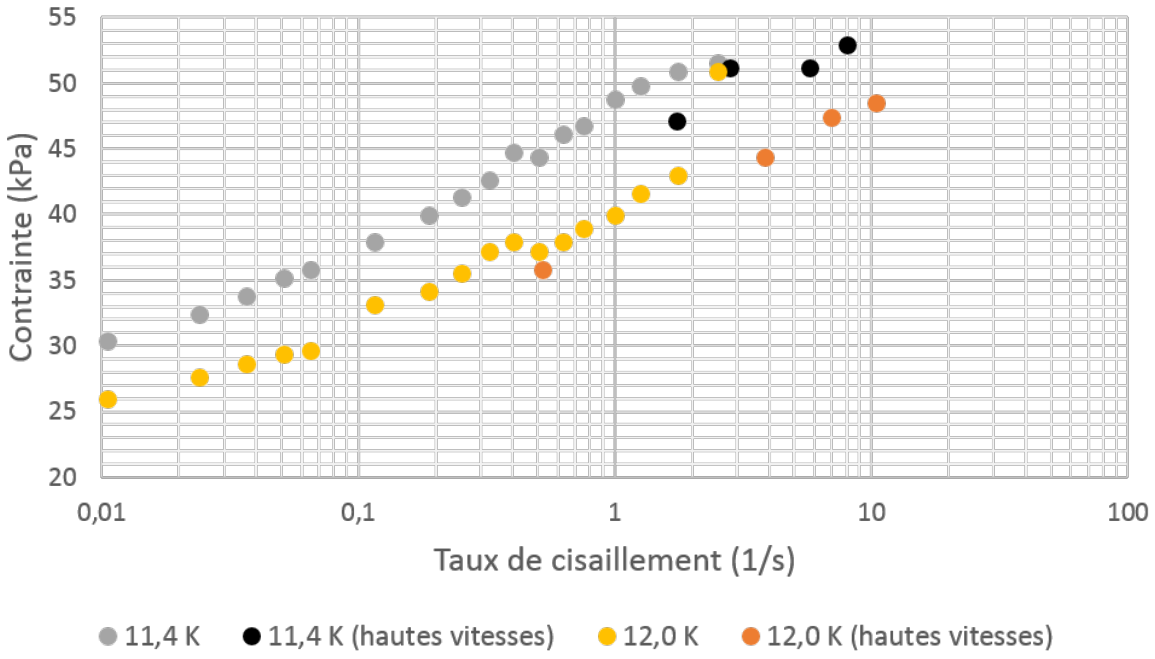


FIGURE 4.16: Courbes de déformation de l'hydrogène solide à taux de cisaillement élevés.

4.3.5 Comparaison avec la littérature scientifique

Jacob Leachman a mené lui aussi des expériences à vitesse constante durant sa thèse en 2010 [25] sur un intervalle de température allant de 12 à 14 kelvins. Ses mesures de la viscosité et son modèle associé sur cet intervalle sont cohérents avec les résultats d'APRYL à ± 10 %.

De façon générale, on peut constater que les mesures d'APRYL et les lois qui en ont été tirées étayent et précisent sensiblement les données de la littérature scientifique sur le sujet.

4.4 Étude numérique de l'écoulement

On peut à présent tenter de modéliser l'écoulement de l'hydrogène lors de l'extrusion des cibles par ELISE à partir des lois déterminées avec APRYL. Établir un modèle comportemental permettrait à terme de prédire les résultats obtenus avec des géométries de buse différentes et d'optimiser le paramétrage de l'extrusion en fonction de la vitesse et l'épaisseur souhaitées.

Stéphane Garcia avait tenté de déterminer un modèle numérique dans sa thèse [14]. Il avait pris pour hypothèse que la déformation de l'hydrogène solide pouvait être représentée par les équations de la mécanique des fluides (c'est-à-dire les équations de Navier-Stokes) ; cependant, il ne connaissait pas de loi de déformation pour l'hydrogène solide et avait dû utiliser jusqu'à quatre paramètres de correction pour lier la pression de poussée à la vitesse de sortie, sans parvenir à obtenir un modèle numérique qui corresponde aux mesures réelles. Grâce aux propriétés matériaux déterminées dans ce chapitre, nous avons à présent une base physique pour décrire la déformation de l'hydrogène solide. Nous allons donc simuler une extrusion basée sur les équations de Navier-Stokes et la loi de déformation de l'hydrogène, et observer sa correspondance avec une extrusion réelle. Cependant, le modèle de Herschel-Bulkley est un modèle non-linéaire ; modéliser l'extrusion de l'hydrogène solide dans une buse de section rectangulaire en 3D nécessite beaucoup de temps de calcul et entraîne plus de difficultés pour la convergence des résultats que l'extrusion par une buse de section circulaire. Nous étudierons donc l'extrusion de fils cylindriques avec un modèle 2D-axisymétrique. Ces simulations sont réalisées avec le logiciel Comsol Multiphysics® et son module CFD (« Computational Fluid Dynamics »).

Avec une viscosité apparente supérieure à 1 mégapascal-seconde, on peut estimer que le nombre de Reynolds dans une buse d'extrusion est inférieur à 10^{-10}. Tous les calculs sont donc menés en régime laminaire.

4.4.1 Implémentation de la viscosité

Afin de mener ces calculs, on définit dans le simulateur un matériau « hydrogène solide » possédant une viscosité η_{H_2}. Cette viscosité est définie à partir du modèle de Herschel-Bulkley présenté au chapitre précédent avec l'équation 3.10. On l'exprime selon l'équation 4.4 suivante :

$$\begin{cases} \eta_{H_2} = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}} = \frac{\sigma_0}{\dot{\gamma}} + K \cdot \dot{\gamma}^{n-1} & \text{si } \dot{\gamma} > 0 \\ \eta_{H_2} \to \infty & \text{si } \sigma < \sigma_0 \end{cases} \tag{4.4}$$

Cette formulation « par parties » n'est pas adaptée au calcul numérique à cause du point singulier créé à la jonction des domaines de définitions. Cette difficulté est typique des calculs incluant des fluides à seuil et est abordée de façon détaillée dans l'article [34]. Une solution proposée par cet article consiste à redéfinir la viscosité η_{H_2} par une fonction aux valeurs similaires et qui tend rapidement vers l'infini lorsque σ devient inférieure à σ_0. Cette redéfinition fait intervenir un « paramètre de régularisation » qui peut prendre plusieurs formes ; dans cet ouvrage, c'est la régularisation dite de « Papanastasiou » qui sera utilisée [35]. La viscosité η_{H_2} est donc redéfinie dans le logiciel par la viscosité de Herschel-Bulkley-Papanastasiou η_{HBP}, exprimée ainsi :

$$\eta_{HBP} = \frac{\sigma_0}{\dot{\gamma}}(1 - e^{-m_p \cdot \dot{\gamma}}) + K \cdot \dot{\gamma}^{n-1} \tag{4.5}$$

où m_p est le paramètre de Papanastasiou.

La difficulté de cette régularisation consiste à déterminer une valeur de ce paramètre m_p qui n'altère pas significativement le calcul. Afin d'illustrer l'impact de m_p, le diagramme 4.17 montre l'écart entre la viscosité calculée η_{HBP} et la viscosité mesurée η_{H_2} pour différentes valeurs du paramètre de régularisation. On constate bien que la valeur de m_p qui permet de faire correspondre η_{HBP} et η_{H_2} dépend des taux de cisaillement $\dot{\gamma}$; il faut donc, pour chaque calcul, déterminer quelle valeur donner à m_p pour que l'écart entre les deux formulations de la

viscosité soit négligeable. Une solution consiste à effectuer, pour chaque simulation numérique, une série de calculs en augmentant à chaque fois la valeur de ce paramètre d'un ordre de grandeur. Lorsque deux résultats successifs sont identiques à 0,1 % près, on considère que la valeur de m_p est suffisamment élevée pour que la viscosité η_{HBP} soit représentative de η_{H_2}, pour le calcul en jeu. Si on change les autres paramètres de la simulation, une nouvelle étude de la sensibilité de m_p doit être menée.

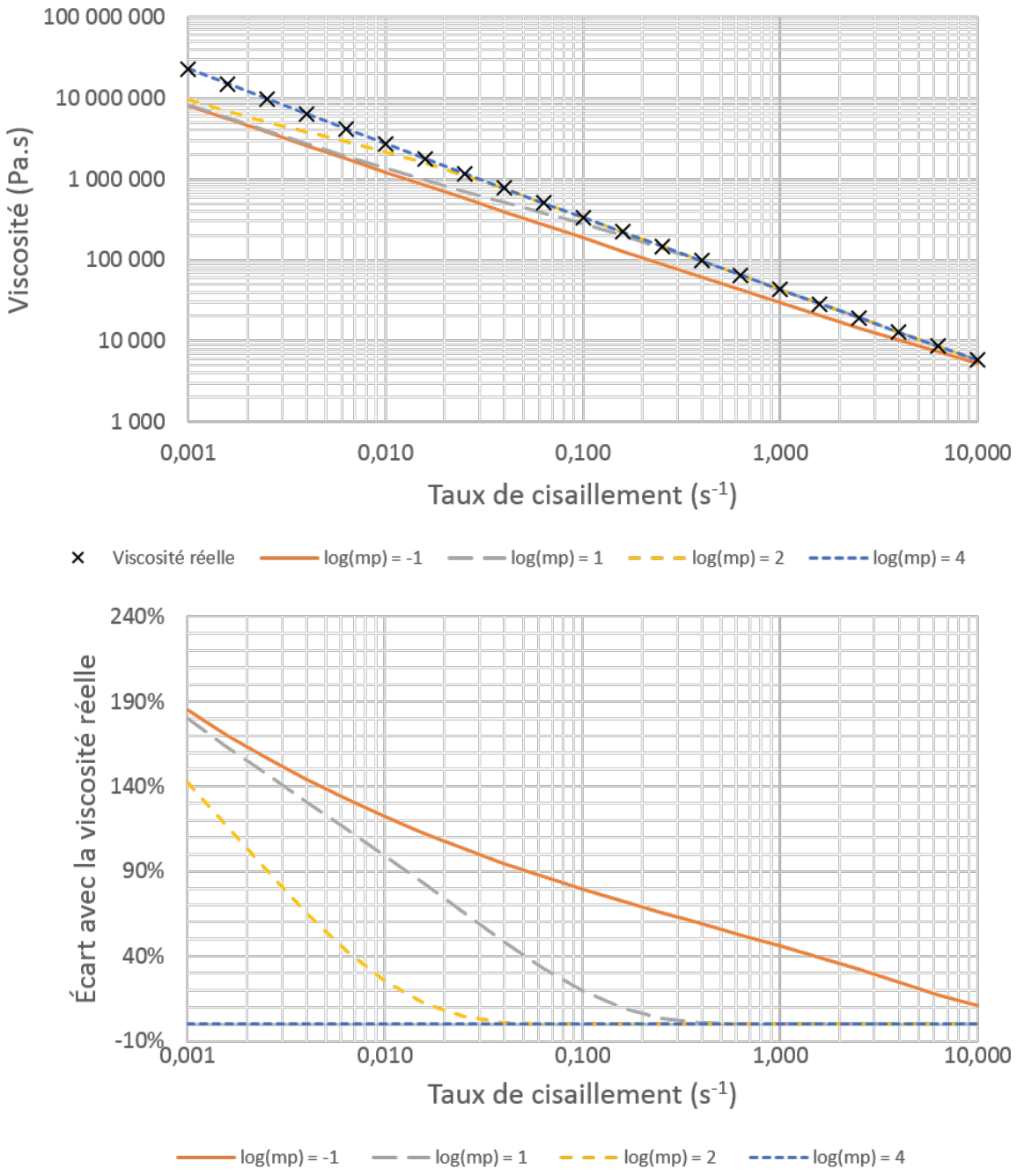


FIGURE 4.17: Différentes viscosités η_{HBP} et écarts avec la viscosité mesurée η_{H_2} pour plusieurs valeurs de m_p. On constate bien que la sélection d'une valeur pour le paramètre m_p doit prendre en compte les taux de cisaillement en jeu.

Cette méthode pour déterminer la valeur de m_p nécessite une vérification à chaque itération pour vérifier la convergence de la solution. En revanche, elle permet d'avoir une simulation représentative du modèle physique, quels que soient les paramètres du calcul.

Avec le matériau « hydrogène solide » ainsi défini, on peut commencer à reproduire les expériences par simulations numériques et comparer les calculs avec les mesures.

4.4.2 Validation du modèle CFD pour l'hydrogène solide

Avant d'entamer les simulations de l'extrusion réelle, il faut vérifier que la modélisation de déformation établie (équations de Navier-Stokes, modèle de Herschel-Bulkley-Papanastasiou et paramètres décrits dans les équations 4.3) est cohérente avec les mesures lorsqu'elle est simulée numériquement. Nous avons donc procédé à la simulation de l'expérience de cisaillement menée dans APRYL. Vérifier cette cohérence entre les mesures et la simulation numérique permet notamment de vérifier l'intégrité des calculs intermédiaires réalisés tout au long des expériences. C'est l'expérience d'écoulement à vitesse constante qui est simulée ; on entre donc la vitesse de rotation comme paramètre entrant, et le paramètre sortant est le couple résistant.

Ce calcul s'effectue dans un repère à deux dimensions plan avec la géométrie illustrée sur la figure 4.18. Seul le volume d'hydrogène solide est construit ; l'échangeur et le cisso n'interviennent qu'au travers des conditions limites imposées à l'hydrogène. La forme de ce volume d'hydrogène est censée évoluer au fil du calcul, à mesure que le cisso tourne. Ce changement de géométrie implique de remailler une partie du volume à chaque itération de la simulation, ce qui est extrêmement coûteux en temps de calcul. Afin de contourner ce problème, on utilise la méthode dite du « frozen rotor » qui sépare le volume d'hydrogène en deux parties, l'une fixe à l'extérieur (en bleu sur la figure 4.18) et l'autre mobile à l'intérieur (en orange). De fait, ces deux parties restent statiques durant le calcul et c'est le référentiel de la partie intérieure qui est tournant. Le logiciel prend en compte les effets centrifuges dans la partie mobile et assure la continuité des équations de part et d'autre de l'interface fixe/mobile.

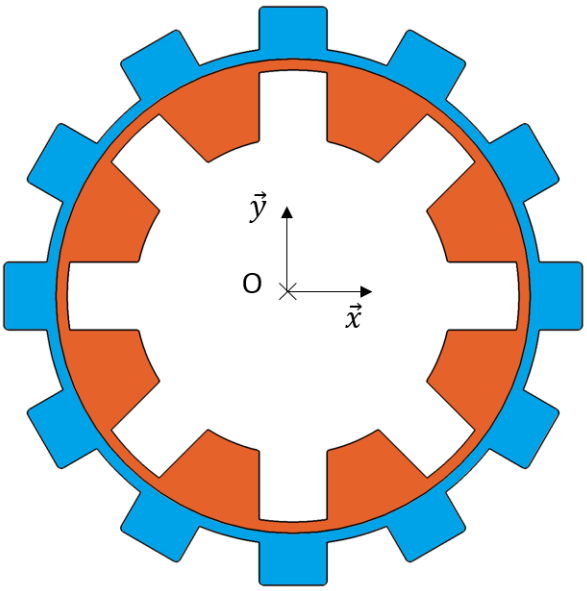


FIGURE 4.18: Géométrie utilisée pour simuler numériquement l'écoulement de l'hydrogène solide dans APRYL. La zone bleue est la partie au référentiel fixe et la zone orange la partie au référentiel mobile, selon la méthode dite du « frozen rotor ».

Il reste à déterminer la valeur du paramètre m_p ; on effectue le calcul pour les deux températures extrêmes (10,2 et 14 kelvins), avec les deux vitesses de rotation extrêmes (0,01 et 2,04 tours par minute), pour plusieurs valeurs de m_p ; le diagramme 4.19 en représente les résultats. Avec le critère de stabilité à 0,1 % choisi dans la partie précédente, on obtient une valeur minimum pour m_p de 10^{12}, valable pour les deux modèles σ_1 et σ_2.

Le modèle de l'hydrogène et la géométrie sont désormais prêts pour les calculs. On réalise

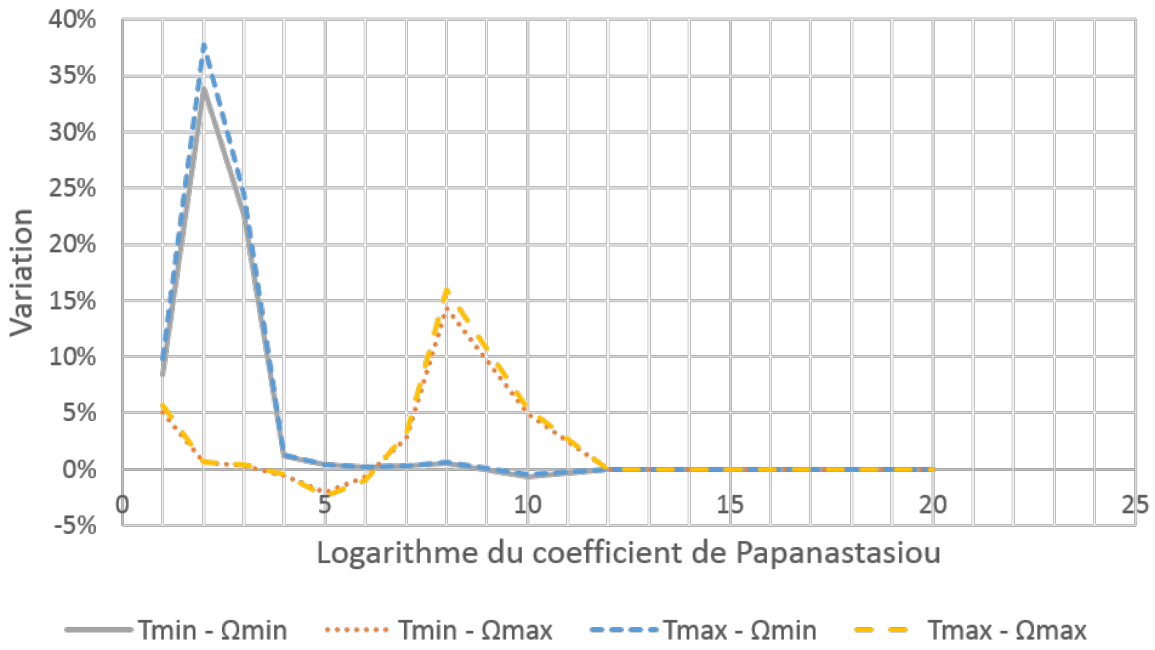


FIGURE 4.19: Variation entre deux résultats calculés successifs, indiquant la convergence de la simulation numérique d'APRYL pour les températures et les vitesses extrêmes. Un écart indétectable est atteint par tous les calculs dès que m_p est supérieur à 10^{12}.

les simulations numériques avec plusieurs vitesses de rotation et différentes températures ; le diagramme 4.20 permet de comparer les couples résistants calculés et ceux mesurés, pour les deux modèles σ_1 et σ_2.

Avec les paramètres du modèle σ_1, les couples simulés correspondent à ceux mesurés avec une erreur de 15 %. Le modèle σ_2 quant à lui représente bien les mesures pour les taux de déformation faibles, avec une précision de 10 à 15 %. Pour les taux de déformations plus élevés en revanche, la simulation surestime le couple résistant de 10 à 25 %. C'est un résultat cohérent avec le diagramme 4.14 comparant les deux modèles : sur ce diagramme également, σ_1 suit assez fidèlement les mesures sur toute la plage de mesure d'APRYL, mais σ_2 a tendance à surévaluer le couple aux taux de déformation élevés.

En conclusion de cette simulation numérique, on constate que malgré cet écart allant jusqu'à 25 % dans les cas extrêmes, la modélisation de Herschel-Bulkley-Papanastasiou représente plutôt correctement les déformations mesurées sur APRYL avec les deux modèles. Cela valide l'hypothèse faite que l'on peut représenter la déformation de l'hydrogène solide par un écoulement fluide.

4.4.3 Modélisation d'une extrusion cylindrique

Mesures d'une extrusion cylindrique

Comme évoqué au début de cette section, nous nous appliquons dans cet ouvrage à simuler numériquement le cas de l'extrusion de fils de section circulaire. Dans cet objectif, une série de mesures de vitesses d'extrusion en fonction de la température et de la pression de poussée a été réalisée avec une buse de section circulaire. Le cas pratique référent étant l'extrusion d'un ruban rectangulaire de 100 micromètres d'épaisseur, nous avons utilisé une buse cylindrique de 100 micromètres de diamètre afin de reproduire ces valeurs et rester dans des conditions similaires à la production de cibles réelles.

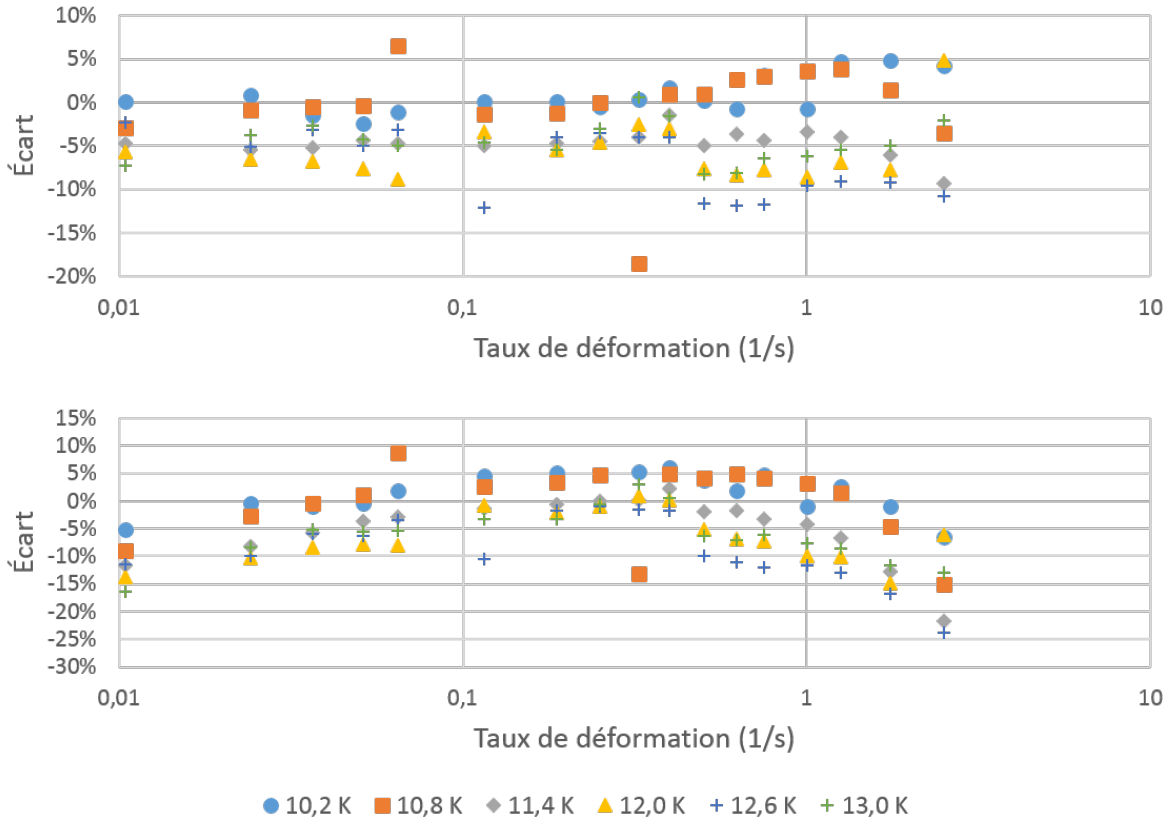


FIGURE 4.20: Écart entre les couples mesurés sur APRYL et les couples calculés issus des lois de déformation σ_1 (en haut) et σ_2 (en bas) de l'hydrogène solide.

Calcul de la géométrie

Les conditions du calcul sont presque identiques à celles de la simulation du rhéomètre. La seule différence notable est bien évidemment la géométrie ; on utilise ici un modèle à deux dimensions axisymétrique comme représenté sur la figure 4.21. Comme mentionné dans le chapitre 2 décrivant ELISE, la cellule contient de l'hydrogène sous ses trois phases ; afin de modéliser au mieux le phénomène de l'extrusion, il est nécessaire de connaître précisément la hauteur de solide qui se trouve en amont de la buse. Pour ce faire, il faut calculer le champ de températures établi dans la cellule entre son point chaud (en haut, à la température $T_{pression}$) et son point froid (la buse, en bas, à la température T_{buse}). La cellule d'hydrogène consiste en un cylindre de 21 millimètres de diamètre et de 105 millimètres de hauteur. En bas de cette cellule, plusieurs réductions de diamètre successives guident l'hydrogène solide jusqu'à la buse d'extrusion ; cette zone étant enchâssée dans l'échangeur thermique, on la suppose isotherme à la température T_{buse}. On effectue un bilan thermique en s'appuyant sur les considérations suivantes :

— la température de la cellule est stratifiée, ce qui nous permet de faire l'hypothèse que le système est réduit à un problème à une dimension verticale ;

— la conductivité de l'hydrogène est négligeable devant celle de l'acier constituant la cellule ;

— les températures $T_{pression}$ permettant l'obtention des pressions de poussées ont été relevées durant les mesures des extrusions cylindriques ;

— l'hydrogène est considéré solide lorsque la température calculée dans la paroi d'acier est inférieure ou égale à sa température de fusion, pour la pression en jeu.

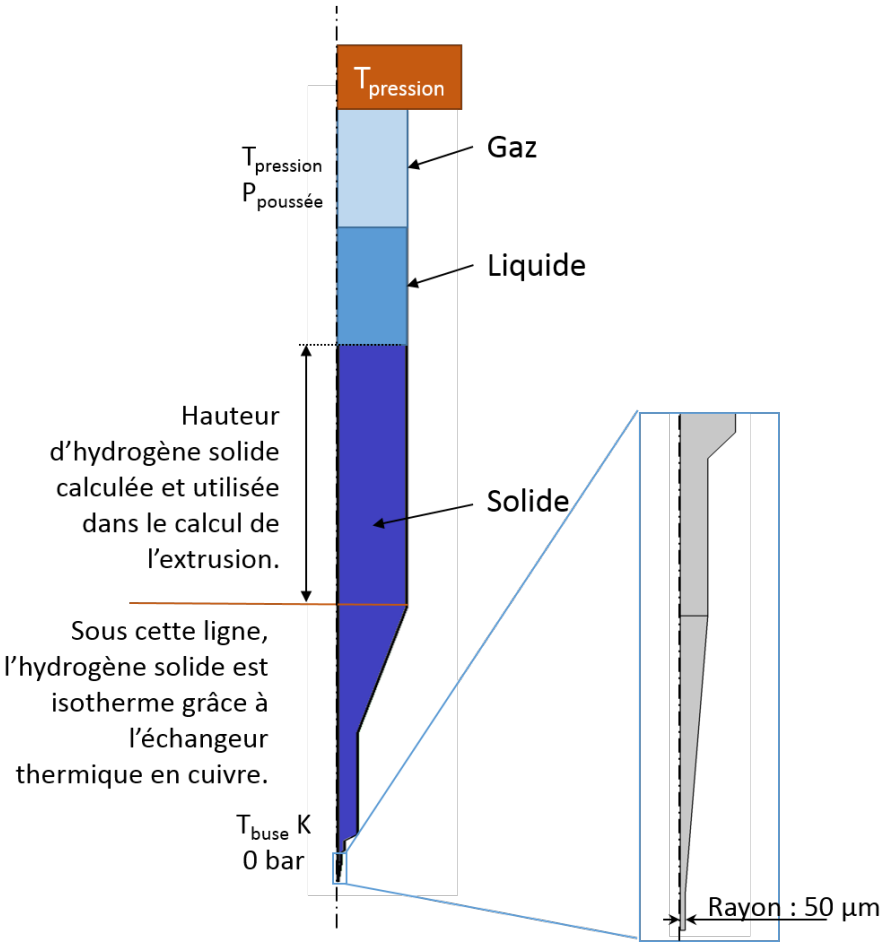


FIGURE 4.21: Modèles géométrique et thermique utilisés pour la simulation numérique de l'extrusion.

La hauteur de solide calculée varie de 11 à 24 millimètres selon la pression de poussée et la température d'extrusion ; les résultats complets de ce calcul se trouvent en annexe D. La hauteur totale de la cellule étant de 105 millimètres, on constate que seule une petite portion de la cellule contient de l'hydrogène solide, et ce volume de solide est situé très proche de l'échangeur thermique.

Simulation de l'extrusion

Comme pour la simulation précédente, la convergence des calculs due au paramètre de Papanastasiou m_p a été étudiée : 10^{15} est une valeur suffisante pour que les calculs convergent correctement. Comme évoqué précédemment, le volume d'hydrogène solide est entièrement situé très proche de l'échangeur thermique, ce qui nous permet de faire l'hypothèse que ce volume est isotherme. On peut ensuite réaliser les simulations numériques et calculer la vitesse de sortie du cylindre selon les deux modèles $\sigma 1$ et σ_2. Les vitesses mesurées et celles calculées sont présentées sur les diagrammes 4.22 et 4.23.

On peut constater que σ_1 prédit relativement bien l'évolution du logarithme des vitesses en fonction de la température, mais qu'il surestime la vitesse d'extrusion d'un facteur 30 en moyenne. À l'inverse, σ_2 donne des valeurs plus proches des mesures, avec un facteur 0,5 d'écart en moyenne, mais qu'il sous-estime l'influence de la température sur la vitesse de l'écoulement.

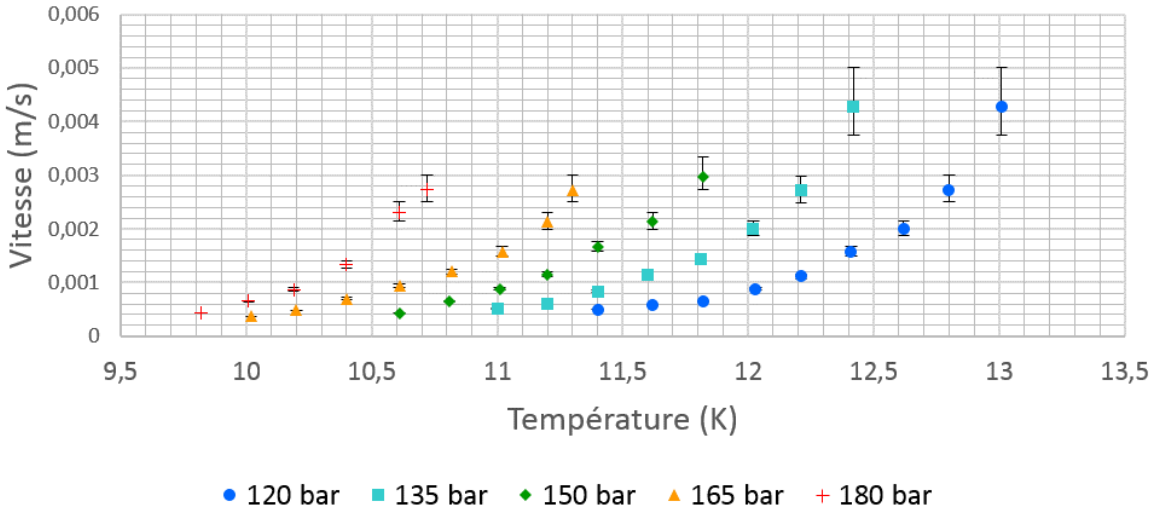


FIGURE 4.22: Vitesses de sortie mesurées pour une extrusion cylindrique.

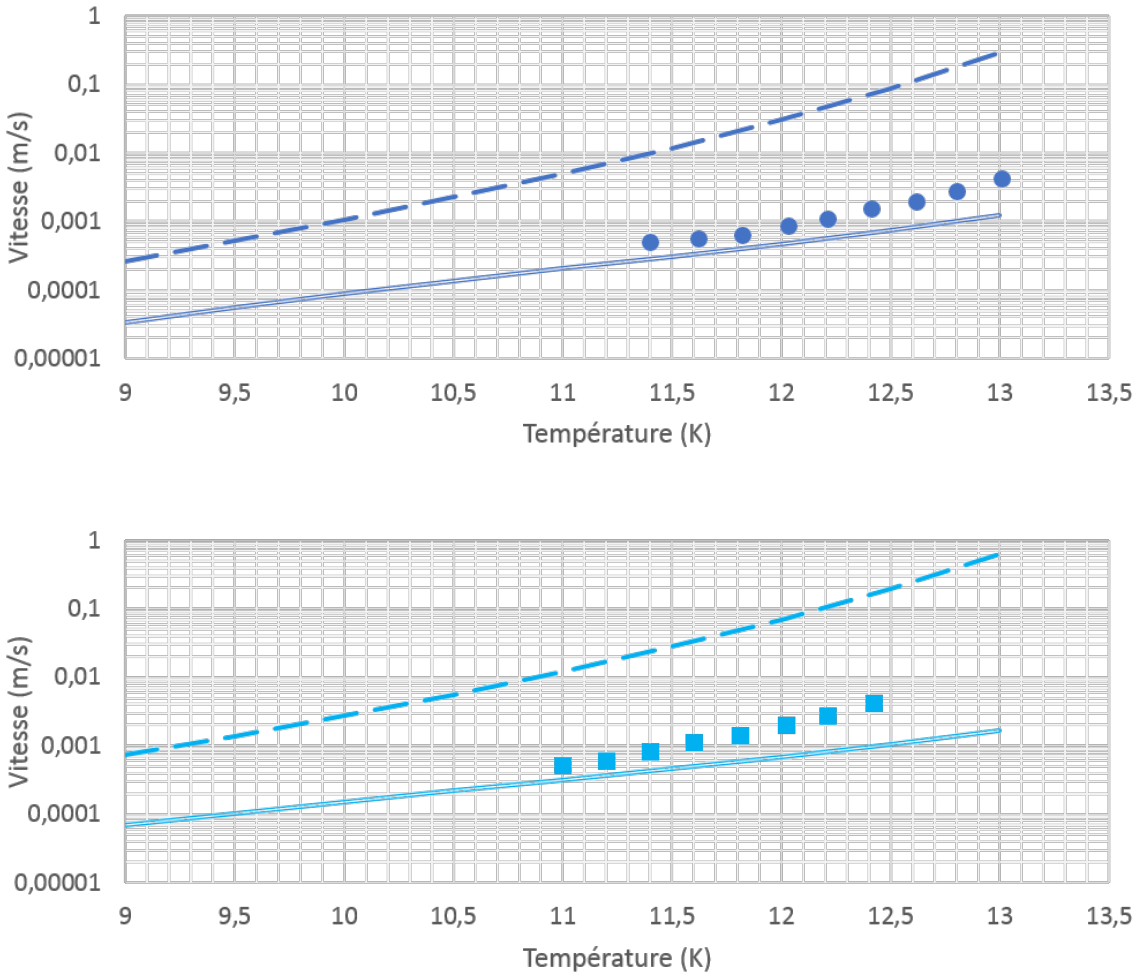
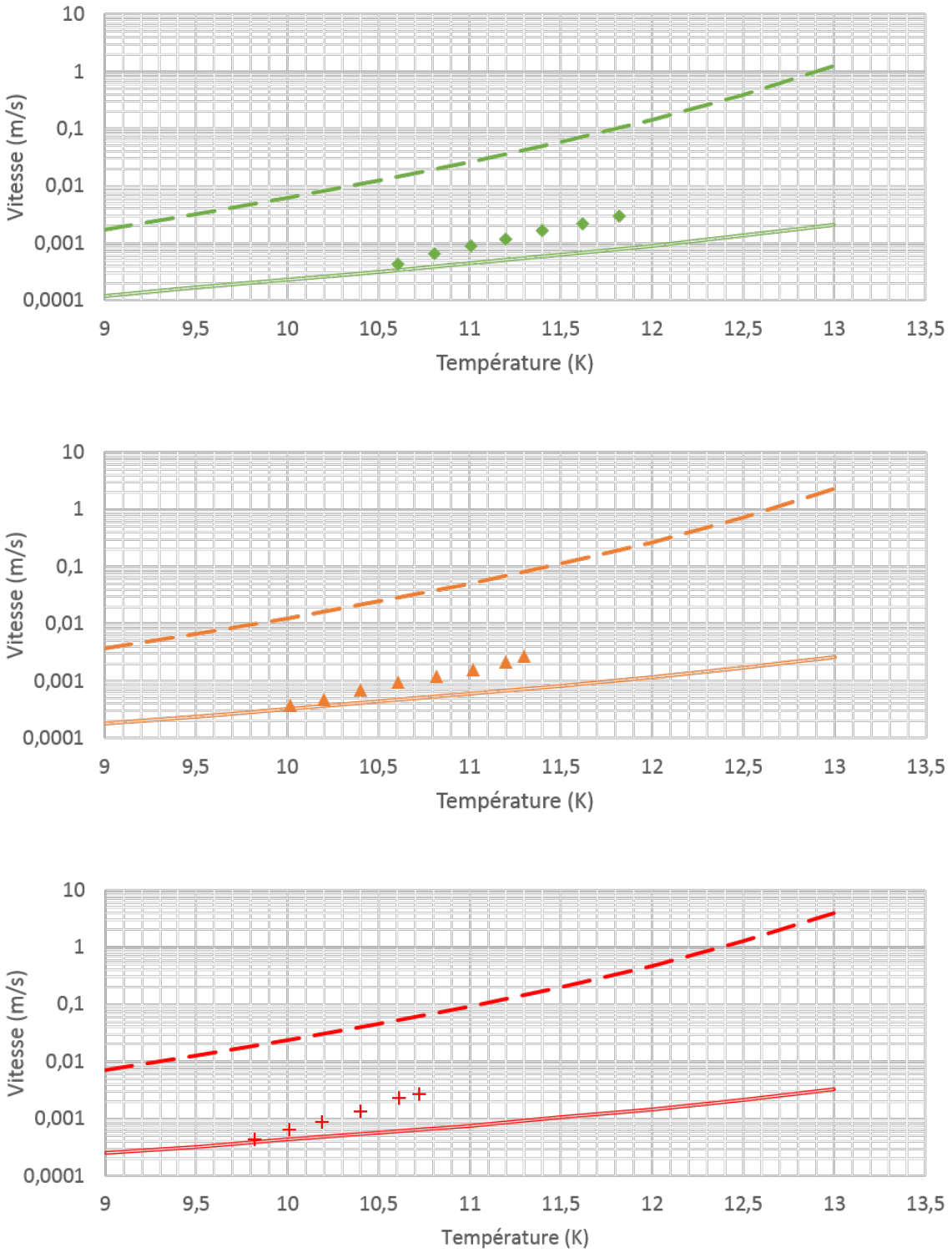


FIGURE 4.23: Vitesses d'extrusion mesurées (marqueurs), calculées avec σ_1 (pointillés) et avec σ_2 (traits pleins) pour des pressions de poussée de 120 bars (en haut, en bleu) et 135 bars (en bas, en cyan).



Vitesses d'extrusion mesurées (marqueurs), calculées avec σ_1 (pointillés) et avec σ_2 (traits pleins) pour des pressions de poussée de 150 bars (en haut, en vert), 165 bars (au milieu, en orange) et 185 bars (en bas, en rouge).

4.4.4 Observation sur les résultats numériques

Grâce aux simulations numériques, il est possible d'observer le comportement de l'hydrogène solide à l'intérieur de la cellule d'extrusion. Deux points sont particulièrement intéressants : le champ de vitesses dans la buse et la répartition des déformations dans la cellule.

Le champ de vitesses dans la buse

Le modèle d'Herschel-Bulkley décrit la contrainte d'un matériau en écoulement comme étant la somme d'un terme constant σ_0 et d'un terme dépendant du taux de déformation $K \cdot \dot{\gamma}^n$. Le premier terme correspond aux effets plastiques et le second aux effets visqueux ; le rapport du terme plastique sur le terme visqueux est appelé le « nombre d'Oldroyd » et est noté $Od = \frac{\sigma_0}{K \cdot \dot{\gamma}^n}$ [36]. Si ce nombre est très supérieur à 1, alors les effets plastiques sont prépondérants sur les effets visqueux : le cisaillement est très localisé et la plus grande partie du matériau se déforme très lentement. À l'inverse, un nombre d'Oldroyd très faible indique que les effets visqueux sont prépondérants et que le matériau se rapproche davantage d'un fluide sans seuil que d'un solide : on observe un champ de vitesses établi dans la majorité du matériau.

On peut calculer ce nombre d'Oldroyd pour les deux modèles σ_1 et σ_2 pour les taux de cisaillement en jeu dans l'extrusion de 100 micromètres. On obtient le diagramme 4.24, qui dépend très peu de la température. Les extrusions réalisées avec ELISE étant généralement de l'ordre d'un millimètre par seconde, les deux modèles suggèrent que les effets visqueux sont prépondérants dans la buse. On peut s'attendre à retrouver dans les calculs numériques l'établissement d'un champ de vitesses dans la buse, plutôt qu'un cisaillement localisé à la paroi et un cœur se déplaçant à vitesse uniforme.

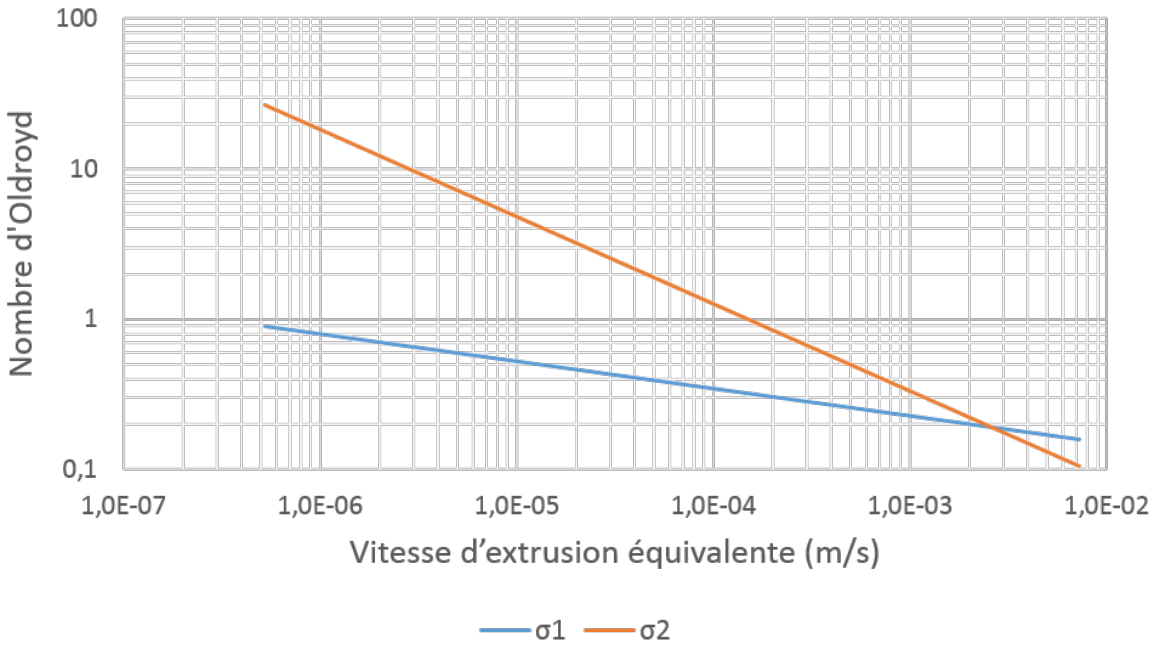


FIGURE 4.24: Évolution du nombre d'Oldroyd avec la vitesse d'extrusion pour les deux modèles ; la vitesse est calculée comme le produit du taux de cisaillement par le rayon de la buse.

Les diagrammes 4.25 représentent les résultats du calcul pour les deux températures et les deux pressions d'extrusions limites, avec les deux modèles ; on peut constater que les champs de vitesses sont bien distribués sur tout le rayon de la buse, comme prévu par le nombre d'Oldroyd. L'extrusion est donc bien un écoulement.

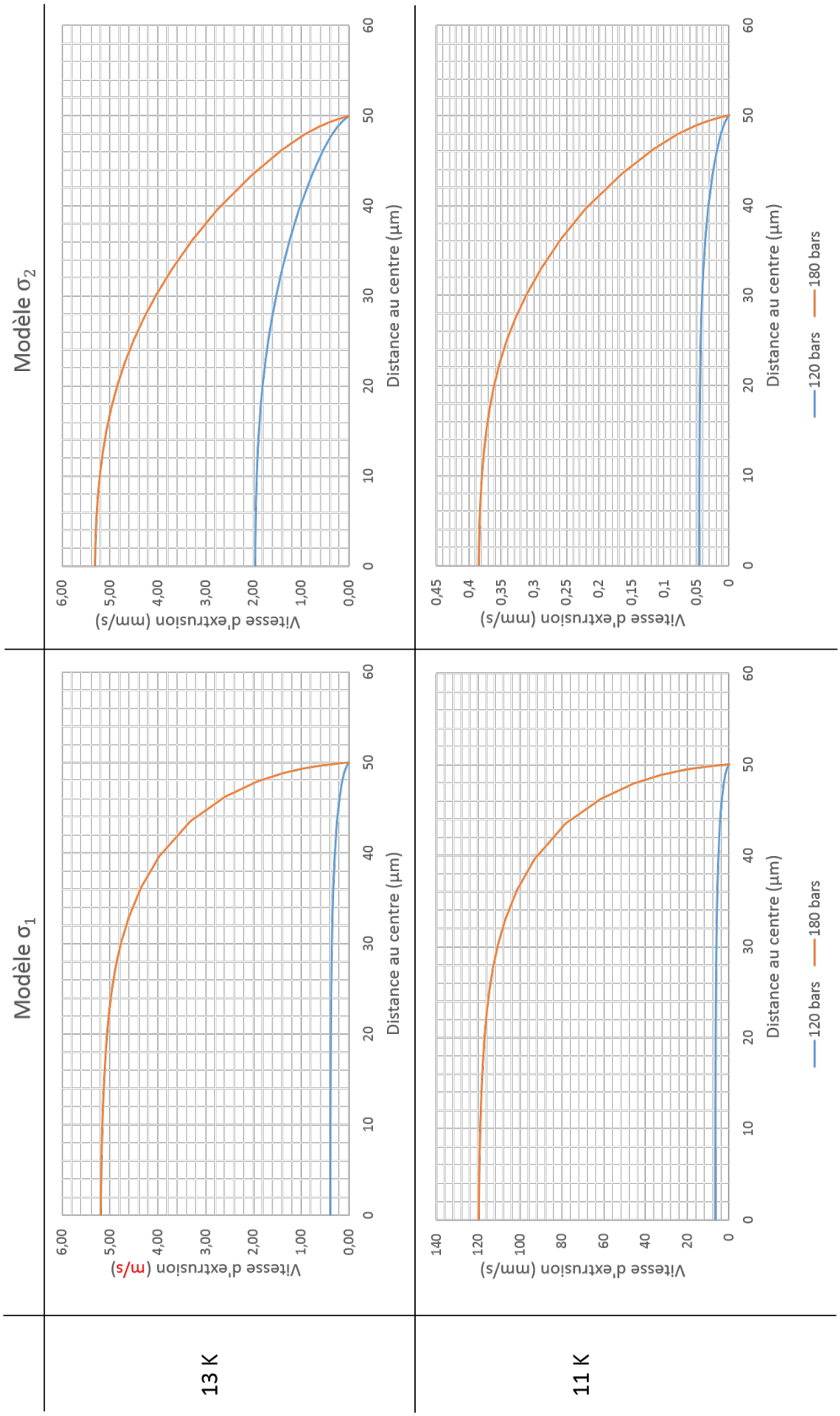


FIGURE 4.25: Champs de vitesses à la sortie de la buse pour différentes températures et pressions avec les deux modèles.

La répartition du cisaillement dans la cellule

La simulation numérique nous permet d'observer la distribution de la contrainte à l'intérieur de la cellule, et notamment d'observer les zones où la contrainte est inférieure au seuil et où il n'y a pas de déformation. La figure 4.26 représente cette distribution : sur chaque figure, les moitiés de gauche représentent le modèle σ_1 et les moitiés de droite le modèle σ_2. Les zones rouges sont les zones où il y a cisaillement et les zones bleues sont les zones qui ne cisaillent pas. On peut constater que le modèle σ_2 comprend de larges zones où l'hydrogène reste monobloc (plus proche d'un solide avec des déformations plastiques très localisées), là où le modèle σ_1 correspond davantage à une situation où tout l'hydrogène se déforme pendant l'extrusion (plus proche d'un fluide à seuil en écoulement).

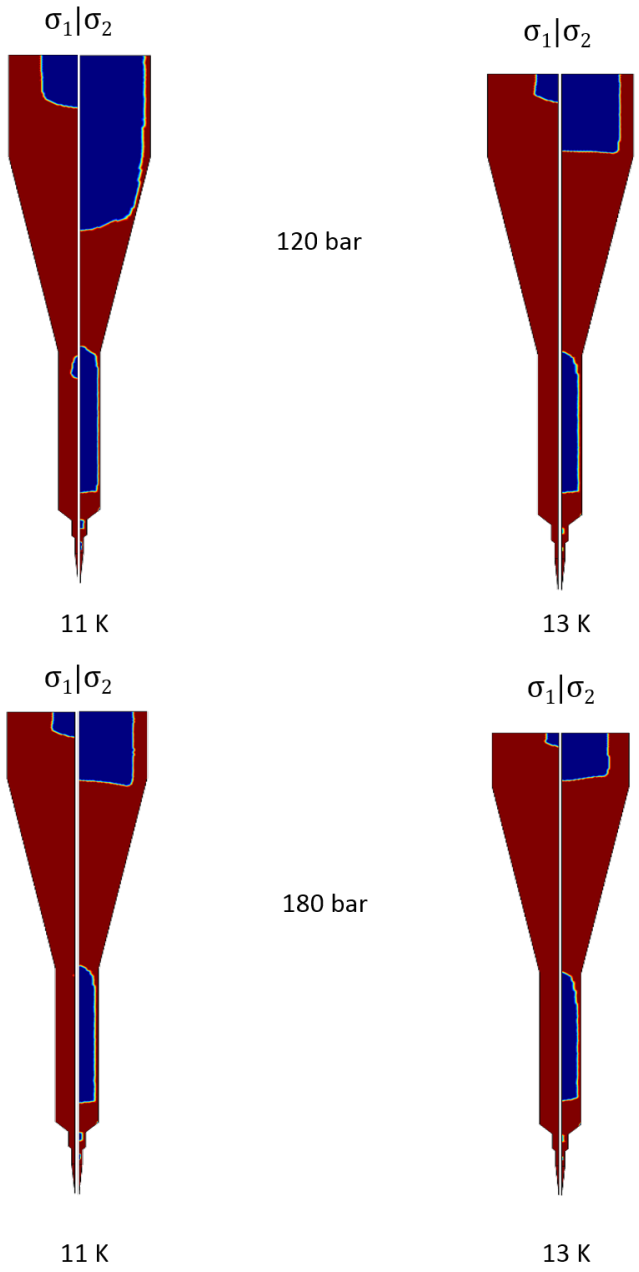


FIGURE 4.26: Répartition des zones en déformation d'après les deux modèles, pour deux pressions et deux températures différentes. Les zones rouges représentent les zones en déformation, tandis que les zones bleu représentent les zones statiques.

4.5 Bilan de l'étude rhéologique

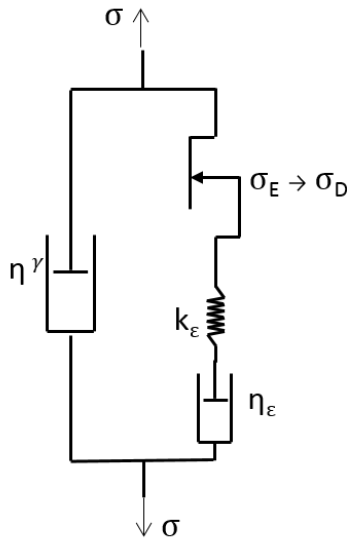
Cette étude sur la rhéologie de l'hydrogène solide proche de son point de fusion a permis d'une part de proposer un encadrement de sa loi de déformation et d'en proposer une modélisation par des composants mécaniques élémentaires, et d'autre part de tester l'applicabilité d'une approche de calcul de dynamique des fluides pour simuler numériquement l'extrusion des rubans d'hydrogène solide.

4.5.1 Modélisation finale de l'hydrogène solide

Le rhéomètre APRYL a permis de déterminer une loi de déformation de l'hydrogène solide durant son écoulement : il s'agit d'un fluide rhéo-fluidifiant à seuil, dont la loi de déformation est encadrée par les modèles σ_1 et σ_2 décrits par les équations 4.2 et 4.3. Sa modélisation consiste en un patin de contrainte seuil σ_E avant l'écoulement, qui devient σ_D après la rupture, et d'un amortisseur de viscosité $K \cdot \dot{\gamma}^{n-1}$ montés en parallèle.

Lorsqu'il ne s'écoule pas, l'hydrogène solide se comporte comme un fluide visco-plastique. Les expériences de fluage et d'angle oscillant s'appliquent toutes les deux au régime « sans écoulement » et indiquent toutes les deux un modèle de Maxwell : il s'agit de l'ensemble ϵ évoqué dans ces expériences. La raideur du ressort a été estimée à 1 mégapascal et la viscosité de l'amortisseur η_ϵ a été estimée très supérieure à 4 mégapascals-secondes.

En conclusion, on peut proposer la modélisation de la figure 4.15 (rappelée ici) pour représenter le comportement de l'hydrogène solide. Il faut bien noter que cette modélisation ne prend pas en compte les effets de recuit, de fatigue ou de restauration qui peuvent avoir lieu dans le cristal.



4.5.2 Approche CFD pour la modélisation de l'extrusion des rubans

L'hypothèse fondamentale de la modélisation de l'hydrogène solide menée dans ce chapitre est qu'on peut considérer ce matériau comme un fluide rhéo-fluidifiant à seuil, répondant donc aux équations de Navier-Stokes et aux règles de calculs de CFD de façon plus générale. Les simulations numériques réalisées dans ce chapitre confirment pleinement cette hypothèse dans le cadre du cisaillement pur. Dans le cadre de l'extrusion, le bilan est plus mitigé car la véritable loi de déformation de l'hydrogène n'a pas pu être formulée directement. L'encadrement proposé permet néanmoins de prédire efficacement la vitesse d'extrusion cylindrique.

Dans une approche qualitative, on peut considérer que le modèle σ_1 considère plutôt l'hydrogène solide comme un fluide très rhéo-fluidifiant : le coefficient n_1 est très faible, tout le volume d'hydrogène est en déformation et les effets visqueux sont prépondérants sur les effets de seuil plastique. Le modèle σ_2, en revanche, aborde l'hydrogène solide davantage comme un solide en déformation plastique : ce sont surtout les zones de réduction de section qui sont en déformation. À ce titre, ce modèle rapproche l'extrusion d'un laminage. Les deux modèles développés sont finalement complémentaires : σ_2 donne des valeurs proches des mesures réelles, et σ_1 décrit bien l'évolution de la vitesse avec la température. On peut faire l'hypothèse qu'en déterminant une valeur plus précise de σ_D, située entre σ_R et σ_M, on pourrait déterminer une loi de déformation permettant d'expliquer précisément l'extrusion des rubans. Une autre hypothèse consiste à considérer qu'une loi d'Herschel-Bulkley seule ne permet pas de décrire correctement l'extrusion ; il pourrait y avoir un ou plusieurs autres mécanismes qui interviennent dans l'extrusion, que la loi d'écoulement de Herschel-Bulkley ne prend pas en compte. Notamment, on peut supposer que la taille des grains du cristal de l'hydrogène solide dans ELISE ne soit pas négligeable devant l'épaisseur de la buse : si la taille des grains est de l'ordre du micromètre, alors l'extrusion de l'hydrogène solide pourrait se rapprocher d'un écoulement granulaire, comme évoqué dans les articles [37] et [38]. Ces grains, lors de l'écoulement, pourraient créer des arches en prenant appuis sur les paroi de la buse, créant ainsi une perte de charge importante ; si ce mécanisme est avéré dans l'extrusion d'ELISE, cela expliquerait pourquoi le modèle σ_1 surestime la vitesse d'extrusion, là où le modèle σ_2 le prend déjà en compte dans sa valeur de seuil.

En conclusion, ces résultats présentent une avancée significative dans la modélisation de l'extrusion des rubans d'ELISE : les deux modèles établis permettent d'encadrer correctement le comportement réel de l'hydrogène solide. Il reste à déterminer plus précisément le seuil dynamique σ_D et les paramètres K et n, et à explorer les différents mécanismes qui pourraient intervenir dans la déformation de l'hydrogène solide.

4.5.3 Extrapolation à l'extrusion de ruban de 10 micromètres

La modélisation de l'écoulement de l'hydrogène solide réalisée dans ce chapitre semblant pertinente pour représenter l'extrusion de fil de 100 micromètres de diamètre, on peut l'extrapoler afin de simuler une extrusion plus fine. La question initiale de la thèse portant sur des cibles de 10 micromètres d'épaisseur, on simule sur Comsol l'extrusion de fils de 10 micromètres de diamètre. Le résultat est le suivant : pour extruder un fil de 10 micromètres de diamètre à une température de 12 K pour une vitesse de 1 mm/s, la pression de poussée doit être de 400 bars selon σ_1 et de 2000 bars selon σ_2. Bien que ces valeurs ne soient que des extrapolations, leur ordre de grandeur contient des informations importantes. Tout d'abord, le modèle σ_1 prévoit une pression optimiste de 400 bars ; or, ELISE est précisément limitée à 400 bars, pour des raisons de sécurité. En l'état, il est donc impossible pour ELISE de produire de tels rubans. De plus, on sait que le modèle le plus précis semble être σ_2 ; la précision qu'il faudra réellement développer est donc plus de l'ordre de 2000 bars. Or, pour que le gaz (en haut de la cellule) soit à 2000 bars, il faudrait le chauffer à environ 220 K. On aurait donc, dans la cellule cylindrique de 10 cm de haut, un écart de température de plus de 200 degrés ; les pertes thermiques qui en découlent sont très importantes. De plus, en se référant au calcul de la hauteur de solide dans la cellule (voir le schéma 4.21), il n'est même pas certain qu'il soit possible de créer un bouchon de solide avec de tels paramètres. Toute la structure d'ELISE est donc à revoir, si l'on veut espérer produire des cibles de 10 micromètres d'épaisseur. Il faudrait par exemple produire la pression dans un volume déporté, plus chaud, connecté à la cellule d'hydrogène solide par un tube fin et long.

En conclusion, l'extrapolation des modèles permet d'affirmer que ELISE ne peut pas extruder de rubans de 10 micromètres sans des changements drastiques dans sa structure.

Conclusion, perspectives et recommandations

Conclusion

Cette thèse a permis de porter plus loin le projet d'extrusion de cibles d'hydrogène solide initié par le laboratoire. Un gros travail a été fourni sur l'étude et la caractérisation approfondie des rubans d'hydrogène. Une classification des défauts des rubans a été réalisée et les paramètres responsables de ces défauts ont été identifiés. Le prototype d'extrusion a été utilisé en conditions normales d'expériences d'accélération laser-plasma avec succès sur plusieurs catégories de laser et les conditions expérimentales impactant l'extrusion ont été étudiées. Dans un autre registre, une étude sur les déformations mécaniques de l'hydrogène solide soumis au cisaillement a été menée grâce à la conception et l'exploitation d'un rhéomètre cryogénique innovant. Deux lois de déformation encadrant les mesures réelles ont été formulées et vérifiées par simulations numériques, permettant de faire progresser considérablement la modélisation de l'extrusion des cibles et d'apporter une réponse claire quant à la capacité de produire des cibles de 10 micromètres d'épaisseur avec ELISE.

Perspectives de développements

Extrusion des cibles

ELISE 2

Après que les campagnes expérimentales ont prouvé la viabilité de la technique d'extrusion d'ELISE, une seconde version du cryostat a été développée, répondant au nom d'ELISE 2. La principale différence avec la version originale se trouve dans la source froide : là où ELISE 1 utilise une circulation d'hélium froid, ELISE 2 utilise un cryoréfrigérateur (machine à gaz pulsé). En conséquence, il n'y a plus besoin d'installer une ligne de transfert et de posséder en permanence une réserve d'hélium liquide, il suffit d'une alimentation électrique. Le fonctionnement de la machine est parfaitement similaire à la première version et a pu produire ses premiers rubans en novembre 2017. Sa première utilisation en campagne expérimentale est prévue pour le début de l'année 2019.

La seconde différence avec la première version d'ELISE est la présence d'un volant thermique en cuivre relié au bas de la cellule. Ce volant thermique contient un volume fermé d'hélium pressurisé à 20 bars, afin d'augmenter sa capacité thermique. L'objectif de cette pièce est d'augmenter l'inertie thermique du bas de la cellule et de la buse, afin de limiter l'élévation de température lors des tirs lasers.

L'objectif de ce nouveau prototype est de faciliter l'usage du cryostat et, à terme, d'en faire une extrudeuse commercialisable. Il faut donc poursuivre son développement et vérifier sa compatibilité avec les expériences d'interaction laser-matière.

Développer la technique empêchant la vidange totale

La seconde campagne expérimentale au RAL a permis de tester une méthode qui permettait de réduire la vidange totale de la cellule à une vidange partielle. Ce problème de vidange est extrêmement contraignant tant au niveau du gaspillage de matière première et de temps nécessaire à un second remplissage, qu'au niveau du manque de viabilité d'ELISE pour les tirs à hautes fréquences. Un investissement particulier devrait être mis en place pour exploiter cette nouvelle technique et l'améliorer, afin de pouvoir empêcher totalement la vidange et anticiper toutes les perturbations thermiques que le tir laser engendre sur le ruban.

Réduire l'épaisseur des cibles

Malgré tous les progrès réalisés à travers cette thèse, le problème initial de la réduction de l'épaisseur des cibles n'a pas été résolu. Les tentatives nombreuses et les simulations numériques suggèrent que les pressions nécessaires pour extruder des rubans plus fins que 25 micromètres sont trop élevées pour ELISE. De plus, des buses aussi fines sont très vulnérables au problème de bouchage par des impuretés.

Un projet visant à sublimer la surface du ruban avec un laser a été mis en place, mais les difficultés techniques rencontrées l'ont empêché d'aboutir avant la fin de cette thèse. En première ligne, la grande transparence de l'hydrogène le rend invisible pour la plupart des longueurs d'onde : seul un laser de 2,2 micromètres très précisément peut chauffer l'hydrogène efficacement. Des calculs permettent d'estimer qu'il faudrait déposer 2 watts sur le ruban pour le sublimer, et apporter autant de puissance avec un pic d'absorption aussi fin que celui de l'hydrogène s'est révélé bien plus délicat qu'il ne l'était anticipé.

Cependant, si elle parvient à être maîtrisée, cette méthode pourrait permettre d'obtenir des rubans d'épaisseur très fine sans avoir recours à des pressions d'extrusion trop élevées.

Étude approfondie des déformations des solides cryogéniques

Perfectionner les modèles développés

Les deux modèles σ_1 et σ_2 développés dans le chapitre 4 permettent d'encadrer le comportement réel de l'hydrogène solide, mais sa véritable loi de déformation est encore inconnue. Il faut mesurer plus précisément le seuil dynamique σ_D ; dans ce sens, on peut proposer quelques perspectives de travaux :

— la loi de viscosité déterminée dans ce chapitre doit être étendue à des taux de cisaillement plus élevés de deux à trois ordres de grandeur, afin qu'il ne soit plus nécessaire d'extrapoler les modèles pour les appliquer au cas d'ELISE. À l'inverse, une caractérisation des écoulements à des taux de déformation plus faibles permettraient de mesurer une valeur de la contrainte minimum σ_M plus proche de la contrainte seuil dynamique σ_D ;

— la sensibilité des paramètres du modèle doit être étudiée plus en détails, et ces paramètres doivent être mesurés avec plus de précision, éventuellement en redimensionnant certaines parties du rhéomètre APRYL ;

— les différents mécanismes qui pourraient augmenter la perte de charge dans la cellule doivent être mieux connus, notamment l'impact de la rugosité de la buse d'extrusion et l'arc-boutement des grains cristallins lors d'une extrusion. Le modèle σ_1 serait affecté par cette perte de charge et pourrait donner des résultats plus proches des mesures ;

— les effets thermiques d'échauffement visqueux et de frottements ont été négligés dans les calculs, alors que leur importance est notoire pour les hautes vitesses d'extrusion. Un travail sur le comportement thermique de l'hydrogène dans la cellule et à la paroi de la buse pourrait permettre d'avoir une meilleur simulation de l'extrusion réelle ; le modèle σ_2 pourrait ainsi mieux représenter l'impact de la température.

Étudier la déformation à l'échelle cristalline

La structure cristalline de l'hydrogène solide est encore mal connue ; il est globalement accepté que l'hydrogène cristallise suivant une structure hexagonale compacte aux températures proches de son point de fusion, mais rien ne certifie que ce soit toujours le cas à hautes pressions. De plus, l'étude menée dans cette thèse montre que l'hydrogène se déforme avec des mécanismes semblables à ceux observés avec les alliages métalliques :

— la contrainte de mise en écoulement est supérieure à la résistance visqueuse de l'écoulement, et cette contrainte dépend du temps de recuit ; cela indique une sorte de restauration cristalline ou de recristallisation dynamique du matériau ;

— l'apparence morcelée des rubans lents peut être interprétée comme une ductilité élevée du cristal, qui dépend de la température.

Cependant, ces mécanismes dans les alliages métalliques (aciers, aluminium, ...) sont expliqués par la propagation de dislocations et d'impuretés dans le réseau cristallin. Une étude cristalline de l'hydrogène soumis au cisaillement pourrait permettre de confirmer ces hypothèses et d'explorer l'analogie entre les comportements des alliages métalliques et de l'hydrogène solide pur polycristallin.

Cette étude présente évidemment une complexité nettement supérieure à l'expérience réalisée avec APRYL et nécessite probablement le développement d'un rhéomètre cryogénique dédié.

Élargir l'étude à d'autres matériaux

Cette étude rhéologique a été menée sur le diprotium solide H_2 et pourrait être menée sur d'autres solides cyrogéniques similaires, comme le dideutérium D_2 ou le mélange protium-deutérium H-D. Outre l'intérêt que peut posséder les résultats fondamentaux en eux-mêmes, les différences et les similitudes entre ces matériaux pourraient être interprétées du point de vue cristallin et étayer les travaux évoqués au point précédent. APRYL, en son état actuel, est tout-à-fait capable de réaliser ces expériences ; elle nécessitera néanmoins des modifications si l'expérience doit être réalisée sur un matériau dont la contrainte de cisaillement devient trop importante et que le couple engendré dépasse le seuil de sécurité de 10 newtons-mètres.

Tester les cibles avec des tirs lasers de faibles intensités à hautes fréquences

Toutes les campagnes expérimentales réalisées avec ELISE à ce jour l'ont été avec des lasers de très forte puissance. Cela a permit de découvrir certains phénomènes (comme la vidange) et de vérifier comment réagissait le système à cet environnement de tirs lasers (transportabilité, réactions aux impulsions électro-magnétiques, sensibilité à la qualité du vide des chambres d'interaction, ...), mais pas d'étudier le fonctionnement continu du ruban. L'unique cas où ELISE pouvait produire un ruban continu sans vidange (à la fin de la campagne expérimentale au LULI) n'a pas été correctement étudié, il a simplement été noté que le ruban « avait tendance » à se décaler en arrière au fur et à mesure des tirs.

Afin d'élargir nos connaissance sur ce domaine, il faut tester ELISE sur des lasers de plus faibles intensités, avec des tirs répétitifs. Une telle expérience est prévue pour le début de l'année 2019 à l'ILM (Institut Lumière Matière) à Lyon ; les impulsions lasers auront une puissance de 1 térawatt et une durée de 10 femtosecondes, soit une énergie d'une dizaine de millijoules, tirées à une fréquence d'une dizaine de hertz. Cette expérience permettra d'observer la viabilité des cibles en ruban pour les tirs à hautes fréquences : les cibles du SLAC (voir le chapitre 1) présentent des instabilités problématiques à chaque tir, mais les cibles plus massives du SBT pourraient ne pas être impactées de la même façon par ce problème. De façon générale, il faut tester ELISE 1 et ELISE 2 avec toutes sortes de lasers pour observer leurs réactions aux différentes intensités, énergies, diamètres de tâche de focalisation, etc. Plusieurs laboratoires

sont envisageables : Apollon à Saclay, ELI à Prague, VEGA à Salamanque, ou encore LP3 à Marseille.

Annexe A

Algorithme de mesure de l'épaisseur des rubans

Les programmes de traitement d'images développés sous Octave pour mesurer l'épaisseur et la stabilité du ruban d'une part, sa vitesse d'autre part, sont très similaires. La seule différence tient dans le calcul effectué avec les niveaux de gris déterminés au point 3.

Mesure de l'épaisseur et de la stabilité

1. **Lecture de l'image**
   L'image est enregistrée par la caméra au format bitmap pour éviter tout algorithme de lissage qui dégraderait la qualité. L'image consiste donc en un tableau de 2,3 millions de pixels définis par leurs coordonnées et leur valeur de gris. La première chose à faire est de convertir les distances perçues en pixels en millimètres ; il est nécessaire pour cela d'utiliser une mire, généralement un fil de cuivre au diamètre calibré à 80 micromètres (mesuré à chaque installation) fixé à côté de la buse d'extrusion. Ce coefficient de conversion est enregistré comme paramètre constant dans toutes les mesures et mis à jour à chaque fois qu'on modifie l'installation optique. La résolution obtenue est de l'ordre de 1,6 micromètre par pixel, ce qui donne une précision de 5 % pour un ruban de 75 micromètres d'épaisseur.
2. **Définition de la région de travail**
   Il est inutile de traiter l'intégralité de l'image pour déterminer l'épaisseur du ruban seulement ; la majorité des pixels reçoivent l'image du fond du cryostat et leur traitement forcerait l'usage de ressources et ralentirait le processus de calcul. Cette étape consiste à sélectionner la zone dans laquelle le ruban oscille. Cette zone est déterminée manuellement en estimant l'amplitude de l'oscillation.
3. **Analyse des niveaux de gris**
   L'éclairage étant très homogène, on peut considérer que le fond de l'image est d'un niveau de gris uniforme et donc l'utiliser comme étalon pour mesurer le niveau de gris des pixels à analyser. À chaque pixel est donc associé sa valeur de gris.
4. **Calcul de l'épaisseur et de la position**
   Il faut à présent déterminer où commence et finit le ruban pour en calculer la largeur (en pixels) et la convertir en millimètres. Il existe deux méthodes courantes pour détecter les bords du ruban :
   — *La méthode des maximums*
   Cette méthode consiste à référencer tous les maximums locaux de niveaux de gris et à repérer le premier et le dernier à apparaître sur la ligne analysée. On a ainsi le nombre de pixels entre les deux bords, ainsi que la position du ruban (le pixel médian des deux maximums).

— *La méthode des gradients*
Cette méthode consiste à calculer la dérivée de la valeur de gris en fonction de la position x, puis d'en repérer les deux valeurs absolues maximum correspondant au passage du fond de l'image au ruban, puis du ruban au fond de l'image. De même qu'avec la méthode des maximums, on obtient le nombre de pixels composant le ruban ainsi que leur milieu.

Le principal défaut de la méthode des maximums est d'être très sensible au bruit et aux défauts d'alignement du ruban et de la caméra ; elle nécessite donc une intervention humaine pour vérifier la validité du calcul, voire le corriger.

5. **Comparaison avec les images précédentes**
Les calculs précédents nous renseignent sur l'épaisseur du ruban à une hauteur donnée, à un instant donné, mais on peut faire bien davantage en étendant ce calcul à l'ensemble des images enregistrées, tout en conservant les mêmes paramètres d'analyse :
   — puisque le ruban s'écoule et que l'analyse est effectuée à une hauteur fixe sous la buse, on peut calculer l'évolution de l'épaisseur du ruban avec le temps : on observe que cette épaisseur est très stable et reproductible ;
   — en observant l'évolution du centre du ruban, on peut mesurer l'amplitude et la fréquence des oscillations du ruban : ces résultats varient énormément avec les paramètres de pression et de température de la cellule, mais sont néanmoins reproductibles.
6. **Enregistrement et affichage des résultats**
Cette dernière étape enfin consiste à enregistrer les résultats des calculs – pour pouvoir les re-consulter, voire les ajuster si un facteur correctif quelconque est découvert plus tard – et les afficher à l'écran pour offrir un outil de contrôle direct à l'opérateur. Le programme de calcul fonctionnant en parallèle de l'acquisition d'images, l'opérateur peut même observer directement l'évolution du ruban en fonction des paramètres contrôlés.

Mesure de la vitesse

L'algorithme est très similaire avec celui de la mesure d'épaisseur et de stabilité ; seuls les points 4 et 5 diffèrent. On ne cherche pas à déterminer les bords du ruban et à comparer leur position avec les images précédentes, mais on calcule l'intercorrélation des images entre elles pour suivre le déplacement des défauts et calculer la vitesse d'écoulement du ruban. Tous les détails nécessaires concernant cette méthode sont développés dans la thèse de Stéphane Garcia, dans la référence [14].

Annexe B

Paramètres du modèle de fluage

Le modèle de fluage 4.1 décrit dans le chapitre 4 utilise les paramètres suivants :

Température : 12,0 K							
Contrainte	γ_0	k	b	B	τ_B	C	τ_C
$1{,}37.10^4$ Pa	$6{,}11.10^{-3}$	$1{,}48.10^{-3}$	$2{,}78.10^{-3}$ s^{-1}	0 s^{-1}	-	0 s^{-3}	-
$2{,}05.10^4$ Pa	$7{,}16.10^{-3}$	$4{,}89.10^{-3}$	$2{,}78.10^{-3}$ s^{-1}	$3{,}39.10^{-6}$ s^{-1}	2160 s	$7{,}48.10^{-14}$ s^{-3}	5760 s
$2{,}73.10^4$ Pa	$1{,}40.10^{-2}$	$1{,}92.10^{-2}$	$2{,}78.10^{-3}$ s^{-1}	$4{,}85.10^{-5}$ s^{-1}	432 s	$2{,}99.10^{-9}$ s^{-3}	612 s
$3{,}41.10^4$ Pa	$1{,}82.10^{-2}$	$6{,}98.10^{-2}$	$2{,}78.10^{-3}$ s^{-1}	$1{,}26.10^{-4}$ s^{-1}	72 s	$3{,}74.10^{-7}$ s^{-3}	126 s

Température : 12,5 K							
Contrainte	γ_0	k	b	B	τ_B	C	τ_C
$1{,}37.10^4$ Pa	$7{,}27.10^{-3}$	$1{,}22.10^{-3}$	$2{,}78.10^{-3}$ s^{-1}	$4{,}36.10^{-8}$ s^{-1}	2880 s	0 s^{-3}	-
$2{,}05.10^4$ Pa	$1{,}44.10^{-2}$	$4{,}19.10^{-3}$	$2{,}78.10^{-3}$ s^{-1}	$2{,}42.10^{-6}$ s^{-1}	1800 s	$1{,}87.10^{-14}$ s^{-3}	9720 s
$2{,}73.10^4$ Pa	$2{,}33.10^{-2}$	$7{,}68.10^{-3}$	$2{,}78.10^{-3}$ s^{-1}	$2{,}91.10^{-6}$ s^{-1}	1440 s	$9{,}35.10^{-12}$ s^{-3}	4320 s
$3{,}41.10^4$ Pa	$3{,}31.10^{-2}$	$2{,}27.10^{-2}$	$2{,}78.10^{-3}$ s^{-1}	$2{,}91.10^{-5}$ s^{-1}	288 s	$3{,}74.10^{-8}$ s^{-3}	378 s

Aucune équation satisfaisante n'a pu être formulée pour décrire ces paramètres. On remarque que tous les paramètres augmentent avec la contrainte, sauf les temps caractéristiques τ_B et τ_C qui, eux, diminuent.

Il est important de se rappeler également que le temps de recuit influe grandement sur les mesures de fluage : de façon générale, plus le temps de recuit est important, plus lentement le fluage se réalisera. Les valeurs inscrites dans ces tableaux ne sont valides que pour un temps de recuit de 30 minutes.

Annexe C

Mesures de l'écoulement de l'hydrogène solide

Les paramètres des modèles σ_1 et σ_2 ont été déterminés par les mesures du couple résistant lié à plusieurs vitesses de rotation données, pour plusieurs températures. Le chapitre 4 présente un graphe unique pour les contraintes mesurées ; cette annexe présente les valeurs de couple mesurées retranchées de la résistance parasite de l'axe de transmission, ainsi que les viscosités associées.

La viscosité apparente est le quotient de la contrainte σ par le taux de déformation $\dot{\gamma}$. Cette valeur dépend de la température et du taux de déformation. On note N la vitesse de rotation du cisso, M le couple résistant et η la viscosité apparente.

Pour rappel, les paramètres géométriques d'APRYL sont les suivants :

— entrefer entre le cisso et l'échangeur : 1 mm ;

— rayon du cisso : 10 mm.

		Température : 10,2 K			**Température : 10,8 K**			**Température : 11,4 K**		
N (tr/min)	$\dot{\gamma}$ (s^{-1})	M (Nm)	σ (kPa)	η (Pa.s)	M (Nm)	σ (kPa)	η (Pa.s)	M (Nm)	σ (kPa)	η (Pa.s)
0,010	0,010	1,19	40,6	$3{,}88 \times 10^6$	1,03	35,2	$3{,}36 \times 10^6$	0,89	30,4	$2{,}90 \times 10^6$
0,023	0,024	1,29	44,0	$1{,}83 \times 10^6$	1,13	38,6	$1{,}60 \times 10^6$	0,95	32,4	$1{,}35 \times 10^6$
0,035	0,037	1,31	44,7	$1{,}22 \times 10^6$	1,18	40,3	$1{,}10 \times 10^6$	0,99	33,8	$9{,}22 \times 10^5$
0,049	0,051	1,34	45,7	$8{,}91 \times 10^5$	1,22	41,6	$8{,}11 \times 10^5$	1,03	35,2	$6{,}85 \times 10^5$
0,062	0,065	1,39	47,4	$7{,}31 \times 10^5$	1,34	45,7	$7{,}04 \times 10^5$	1,05	35,8	$5{,}52 \times 10^5$
0,11	0,115	1,49	50,9	$4{,}41 \times 10^5$	1,31	44,7	$3{,}88 \times 10^5$	1,11	37,9	$3{,}29 \times 10^5$
0,18	0,188	1,57	53,6	$2{,}84 \times 10^5$	1,38	47,1	$2{,}50 \times 10^5$	1,17	39,9	$2{,}11 \times 10^5$
0,24	0,251	1,61	54,9	$2{,}19 \times 10^5$	1,44	49,1	$1{,}96 \times 10^5$	1,21	41,3	$1{,}64 \times 10^5$
0,31	0,325	1,67	57,0	$1{,}76 \times 10^5$	1,25	42,7	$1{,}31 \times 10^5$	1,25	42,7	$1{,}31 \times 10^5$
0,38	0,402	1,73	59,0	$1{,}47 \times 10^5$	1,53	52,2	$1{,}30 \times 10^5$	1,31	44,7	$1{,}11 \times 10^5$
0,48	0,503	1,75	59,7	$1{,}19 \times 10^5$	1,57	53,6	$1{,}07 \times 10^5$	1,30	44,4	$8{,}83 \times 10^4$
0,60	0,628	1,78	60,8	$9{,}67 \times 10^4$	1,64	56,0	$8{,}91 \times 10^4$	1,35	46,1	$7{,}33 \times 10^4$
0,72	0,754	1,89	64,5	$8{,}56 \times 10^4$	1,68	57,3	$7{,}60 \times 10^4$	1,37	46,8	$6{,}20 \times 10^4$
0,96	1,01	1,88	64,2	$6{,}38 \times 10^4$	1,75	59,7	$5{,}94 \times 10^4$	1,43	48,8	$4{,}85 \times 10^4$
1,20	1,26	2,04	69,6	$5{,}54 \times 10^4$	1,80	61,4	$4{,}89 \times 10^4$	1,46	49,8	$3{,}97 \times 10^4$
1,68	1,76	2,13	72,7	$4{,}13 \times 10^4$	1,83	62,5	$3{,}55 \times 10^4$	1,49	50,9	$2{,}89 \times 10^4$
2,40	2,51	2,21	75,4	$3{,}00 \times 10^4$	1,82	62,1	$2{,}47 \times 10^4$	1,51	51,5	$2{,}05 \times 10^4$

		Température : 12,0 K			**Température : 12,6 K**			**Température : 13,0 K**		
N (tr/min)	$\dot{\gamma}$ (s^{-1})	M (Nm)	σ (kPa)	η (Pa.s)	M (Nm)	σ (kPa)	η (Pa.s)	M (Nm)	σ (kPa)	η (Pa.s)
0,010	0,010	0,76	25,9	$2{,}48 \times 10^6$	0,66	25,9	$2{,}48 \times 10^6$	0,55	18,8	$2{,}90 \times 10^6$
0,023	0,024	0,81	27,6	$1{,}15 \times 10^6$	0,69	27,6	$1{,}15 \times 10^6$	0,61	20,8	$1{,}35 \times 10^6$
0,035	0,037	0,84	28,7	$7{,}82 \times 10^5$	0,73	28,7	$7{,}82 \times 10^5$	0,64	21,8	$9{,}22 \times 10^5$
0,049	0,051	0,86	29,4	$5{,}72 \times 10^5$	0,74	29,4	$5{,}72 \times 10^5$	0,65	22,2	$6{,}85 \times 10^5$
0,062	0,065	0,87	29,7	$4{,}57 \times 10^5$	0,77	29,7	$4{,}57 \times 10^5$	0,66	22,5	$5{,}52 \times 10^5$
0,11	0,115	0,97	33,1	$2{,}87 \times 10^5$	0,75	33,1	$2{,}87 \times 10^5$	0,70	23,9	$3{,}29 \times 10^5$
0,18	0,188	1,00	34,1	$1{,}81 \times 10^5$	0,85	34,1	$1{,}81 \times 10^5$	0,73	24,9	$2{,}11 \times 10^5$
0,24	0,251	1,04	35,5	$1{,}41 \times 10^5$	0,88	35,5	$1{,}41 \times 10^5$	0,77	26,3	$1{,}64 \times 10^5$
0,31	0,325	1,09	37,2	$1{,}15 \times 10^5$	0,90	37,2	$1{,}15 \times 10^5$	0,82	28,0	$1{,}31 \times 10^5$
0,38	0,402	1,11	37,9	$9{,}42 \times 10^4$	0,92	37,9	$9{,}42 \times 10^4$	0,82	28,0	$1{,}11 \times 10^5$
0,48	0,503	1,09	37,2	$7{,}40 \times 10^4$	0,88	37,2	$7{,}40 \times 10^4$	0,79	27,0	$8{,}83 \times 10^4$
0,60	0,628	1,11	37,9	$6{,}03 \times 10^4$	0,90	37,9	$6{,}03 \times 10^4$	0,81	27,6	$7{,}33 \times 10^4$
0,72	0,754	1,14	38,9	$5{,}16 \times 10^4$	0,92	38,9	$5{,}16 \times 10^4$	0,84	28,7	$6{,}20 \times 10^4$
0,96	1,01	1,17	39,9	$3{,}97 \times 10^4$	0,97	39,9	$3{,}97 \times 10^4$	0,87	29,7	$4{,}85 \times 10^4$
1,20	1,26	1,22	41,6	$3{,}31 \times 10^4$	1,00	41,6	$3{,}31 \times 10^4$	0,90	30,7	$3{,}97 \times 10^4$
1,68	1,76	1,26	43,0	$2{,}44 \times 10^4$	1,04	43,0	$2{,}44 \times 10^4$	0,94	32,1	$2{,}89 \times 10^4$
2,40	2,51	1,49	50,9	$2{,}02 \times 10^4$	1,07	50,9	$2{,}02 \times 10^4$	1,01	34,5	$2{,}05 \times 10^4$

		Température : 13,6 K			**Température : 14,0 K**		
N (tr/min)	$\dot{\gamma}$ (s^{-1})	M (Nm)	σ (kPa)	η (Pa.s)	M (Nm)	σ (kPa)	η (Pa.s)
0,010	0,010	0,48	16,4	$1{,}56 \times 10^6$	0,43	14,7	$1{,}40 \times 10^6$
0,023	0,024	0,52	17,7	$7{,}37 \times 10^5$	0,44	15,0	$6{,}23 \times 10^5$
0,035	0,037	0,52	17,7	$4{,}84 \times 10^5$	0,45	15,4	$4{,}19 \times 10^5$
0,049	0,051	0,56	19,1	$3{,}72 \times 10^5$	0,46	15,7	$3{,}06 \times 10^5$
0,062	0,065	0,55	18,8	$2{,}89 \times 10^5$	0,46	15,7	$2{,}42 \times 10^5$
0,11	0,115	0,61	20,8	$1{,}81 \times 10^5$	0,52	17,7	$1{,}54 \times 10^5$
0,18	0,188	0,66	22,5	$1{,}20 \times 10^5$	0,54	18,4	$9{,}78 \times 10^4$
0,24	0,251	0,68	23,2	$9{,}23 \times 10^4$	0,54	18,4	$7{,}33 \times 10^4$
0,31	0,325	0,69	23,5	$7{,}25 \times 10^4$	0,56	19,1	$5{,}89 \times 10^4$
0,38	0,402	0,61	20,8	$5{,}18 \times 10^4$	0,58	19,8	$4{,}92 \times 10^4$
0,48	0,503	0,64	21,8	$4{,}35 \times 10^4$	0,57	19,5	$3{,}87 \times 10^4$
0,60	0,628	0,73	24,9	$3{,}97 \times 10^4$	0,57	19,5	$3{,}10 \times 10^4$
0,72	0,754	0,74	25,3	$3{,}35 \times 10^4$	0,59	20,1	$2{,}67 \times 10^4$
0,96	1,01	0,78	26,6	$2{,}65 \times 10^4$	0,61	20,8	$2{,}07 \times 10^4$
1,20	1,26	0,80	27,3	$2{,}17 \times 10^4$	0,61	20,8	$1{,}66 \times 10^4$
1,68	1,76	0,85	29,0	$1{,}65 \times 10^4$	0,62	21,2	$1{,}20 \times 10^4$
2,40	2,51	0,87	29,7	$1{,}18 \times 10^4$	0,66	22,5	$8{,}96 \times 10^3$

Annexe D

Calcul de la hauteur d'hydrogène solide

Lors de la simulation numérique de l'extrusion cylindrique, l'hypothèse retenue a été de calculer la hauteur d'hydrogène solide dans la cellule pour chaque couple de paramètre (pression ; température). Les hypothèses de calcul sont les suivantes :

1. la température de la cellule est stratifiée ; le système est donc réduit à un problème à une dimension ;
2. les températures permettant l'obtention des pressions de poussées ont été relevées durant les mesures des extrusions cylindriques ;
3. l'hydrogène est considéré solide lorsque la température calculée est inférieure ou égale à sa température de fusion, pour la pression en jeu.

La hauteur de solide dépend de la température de l'échangeur haut, de la pression de poussée et de la température de la buse. La hauteur totale de la cellule est 105 millimètres.

120 bar & 33 K	
Température de buse (K)	Hauteur de solide (mm)
9,0	24
9,5	23
10,0	22
10,5	21
11,0	20
11,5	19
12,0	18
12,5	17
13,0	16

135 bar & 36 K	
Température de buse (K)	Hauteur de solide (mm)
9,0	22
9,5	21,125
10,0	20,25
10,5	19,375
11,0	18,5
11,5	17,625
12,0	16,75
12,5	15,875
13,0	15

150 bar & 38 K	
Température de buse (K)	Hauteur de solide (mm)
9,0	20
9,5	19,25
10,0	18,5
10,5	17,75
11,0	17
11,5	16,25
12,0	15,5
12,5	14,75
13,0	14

165 bar & 40 K	
Température de buse (K)	Hauteur de solide (mm)
9,0	17
9,5	16,438
10,0	15,875
10,5	15,313
11,0	14,75
11,5	14,188
12,0	13,625
12,5	13,063
13,0	12,5

180 bar & 43,5 K	
Température de buse (K)	Hauteur de solide (mm)
9,0	16
9,5	15,375
10,0	14,75
10,5	14,125
11,0	13,5
11,5	12,875
12,0	12,25
12,5	11,625
13,0	11

Annexe E

Calculs par éléments finis

Les principaux éléments des simulations sont explicités dans le chapitre 4, dans la section associée. Cet annexe donne quelques détails techniques supplémentaires en complément.

Simulation numérique du rhéomètre

La géométrie employée pour le calcul est celle présentée sur la figure 4.18 et rappelée ci-dessous. Le domaine et les parois sont isothermes, et il n'y a pas de glissement aux parois. La variable d'entrée est la vitesse de rotation de la surface intérieure (indiquée par la ligne bleue sur le schéma ci-dessous) et le paramètre calculé est le couple résistant.

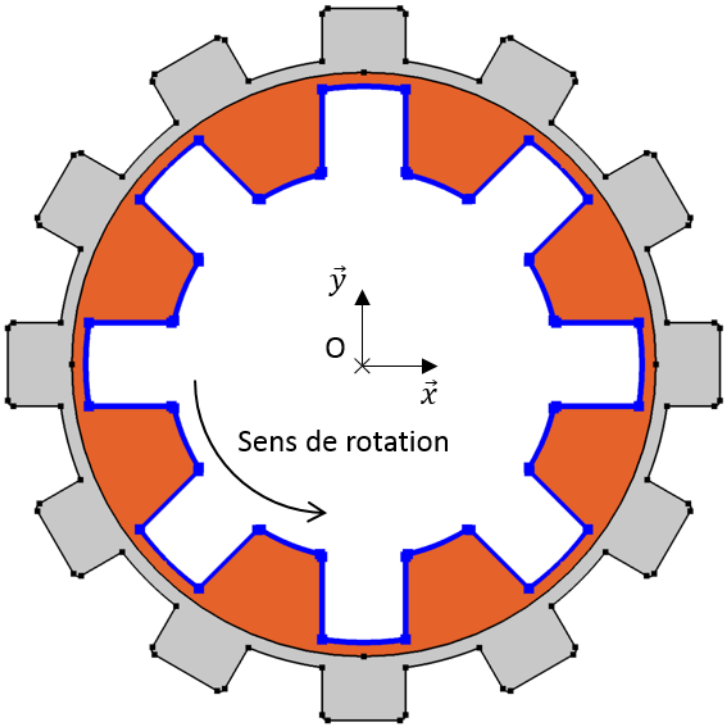


FIGURE E.1: Géométrie de calcul de la simulation d'APRYL. La ligne bleue indique la ligne sur laquelle la contrainte est intégrée.

Ce couple résistant est obtenu en multipliant les contraintes élémentaires par leur bras de levier et la hauteur de la roue à aubes, puis en intégrant ce produit sur toute l'arrête intérieure

du domaine selon l'équation suivante :

$$M = h \cdot \int (\sigma_{yx} \times y - \sigma_{xy} \times x)\, \mathrm{d}A \tag{E.1}$$

où h est la hauteur de la roue à aubes (c'est-à-dire 40 millimètres) et A est le point de coordonnées $(x,\, y)$ décrivant la ligne bleue.

Le maillage utilisé pour la simulation numérique d'APRYL consiste en 52 166 quadrangles avec un coefficient de dissymétrie moyen de 0,9. Un détail du maillage est montré sur la figure ci-dessous.

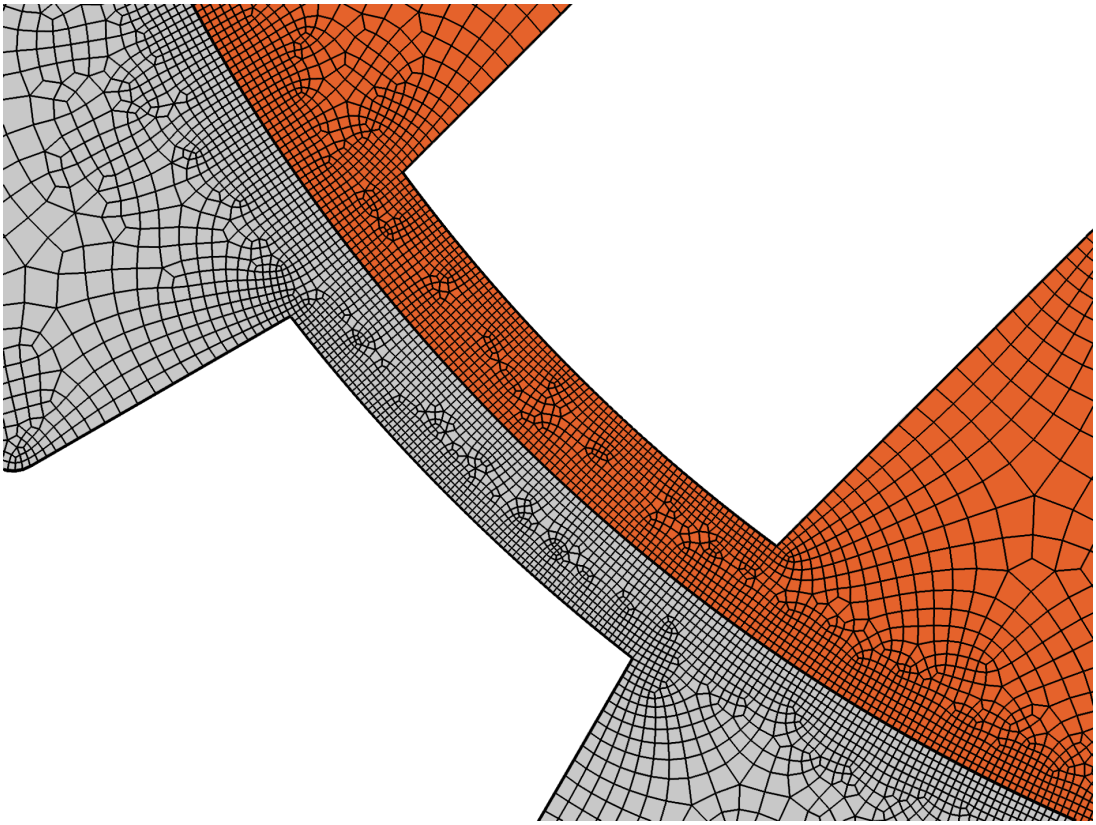


FIGURE E.2: Détail du maillage utilisé dans la simulation numérique d'APRYL.

Simulation numérique de l'extrusion

La géométrie employée est celle présentée sur la figure 4.21, dans le chapitre 4. Le domaine et les parois sont isothermes, car on fait l'hypothèse que tous les effets thermiques sont immédiatement régulés par l'échangeur thermiques. Il y a adhérence à la paroi. La pression à la sortie de la buse vaut 0. Le paramètre d'entrée est la pression de poussée au-dessus du volume de solide et le paramètre de sortie est la vélocité de l'hydrogène solide à la sortie de la buse.

Le maillage utilisé pour la simulation de l'extrusion cylindrique consiste en 14 706 triangles avec un coefficient de dissymétrie moyen de 0,9. Le nombre de Reynolds a été estimé comme étant bien inférieur à 10^{-10}, donc l'écoulement est laminaire. Cependant, le champ de vitesses peut posséder un gradient très important proche de la paroi s'il présente un plateau au cœur ; le maillage est donc raffiné dans cette zone. La figure ci-dessous illustre le maillage utilisé dans le calcul.

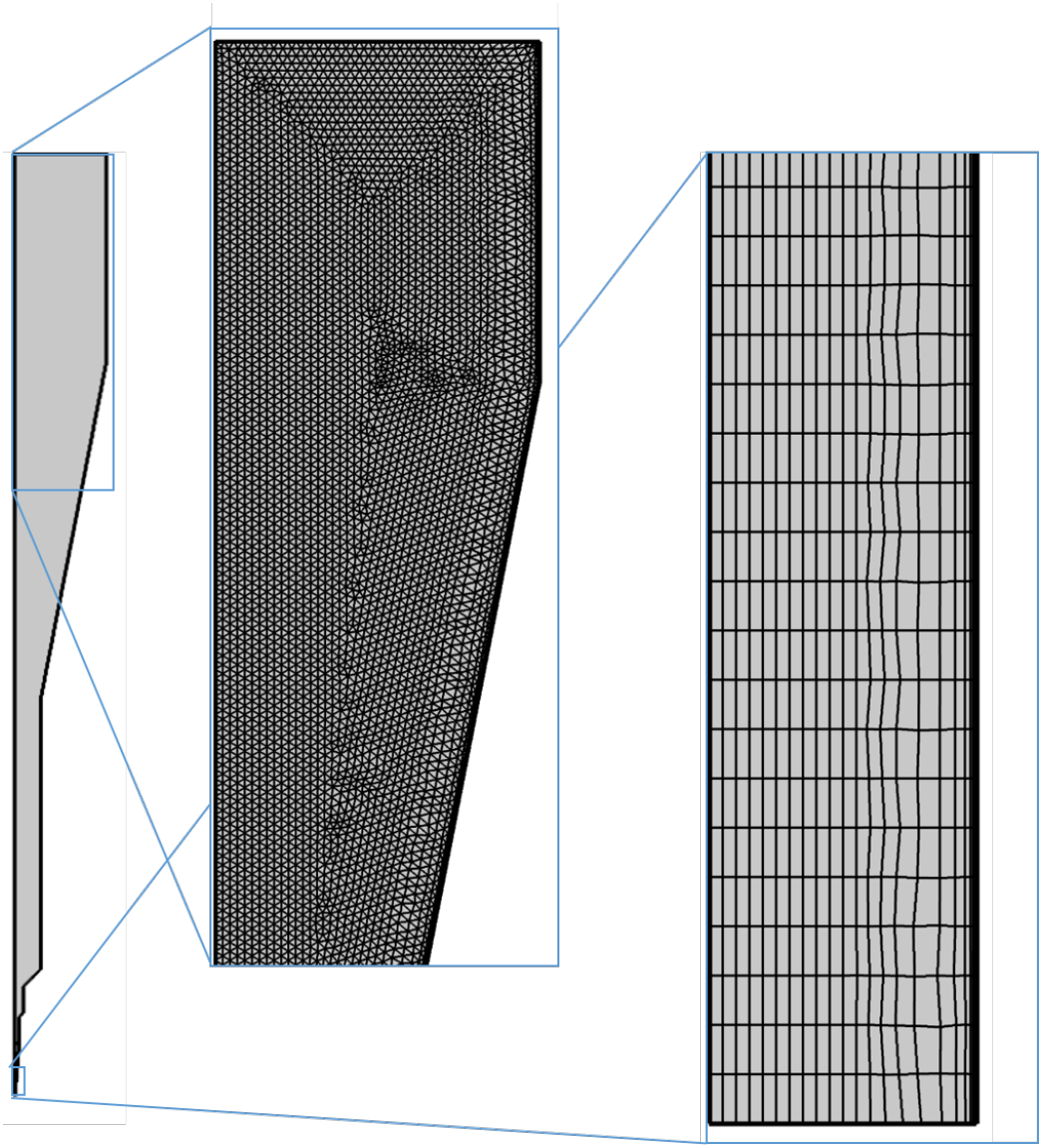


FIGURE E.3: Détails du maillage de la cellule d'hydrogène solide pour la simulation numérique de l'extrusion cylindrique.

Table des figures

1.1 Diagramme de phases de l'hydrogène. 4
1.2 Représentation artistique de l'accélération laser-plasma [4]. 5
1.3 Principe de l'accélération de protons par TNSA. 6
1.4 Expérience principale du Laser Méga-Joule (source : intranet du CEA)©. 7
1.5 Comparaison de la pénétration des photons et des protons dans la peau. 8
1.6 Ombrographie d'une cible cryogénique du LMJ. 9
1.7 Principe de formation des cibles minces d'hydrogène solide du GANIL. 10
1.8 Principe d'extrusion de cibles d'hydrogène solide du projet CHyMENE. 11
1.9 Les cibles micrométriques du Cryogenic Hydrogen Jet. 12
1.10 Photo d'un tir sur un ruban d'hydrogène solide. 13

2.1 Schéma de l'extrusion d'un solide simple. 15
2.2 Principe d'extrusion d'ELISE. 16
2.3 Vue de la cellule. 17
2.4 Diagraamme de densité de l'hydrogène. 18
2.5 Ruban obtenu avec ELISE 18
2.6 Photo d'une vidange 21
2.7 Photo d'un ruban droit de 75 micromètres 26
2.8 Images d'un ruban de bonne qualité. 27
2.9 Photo d'un ruban abimé de 75 micromètres. 28
2.10 Images d'un ruban cassant. 28
2.11 Photo d'un ruban trop lent. 28
2.12 Ruban en spirale. 29
2.13 Photo d'un ruban rapide de 75 micromètres 30
2.14 Images d'un fil trop rapide. 30
2.15 Dispositif de stabilisation du ruban par rouleaux. 31
2.16 Coupure du ruban par les rouleaux de stabilisation selon deux points de vue. . . 32
2.17 Évolution de l'amplitude d'oscillation d'un ruban. 33
2.18 Évolutions de la vitesse d'extrusion avec la température. 34

3.1 Schéma de principe du cisaillement. 36
3.2 Principe de fonctionnement d'APRYL et repère orthonormé utilisé dans l'étude. 37
3.3 Modélisation d'un solide élastique parfait. 38
3.4 Modélisation d'un fluide visqueux newtonien. 39
3.5 Modèles des solides de Kelvin-Voigt et de Maxwell. 40
3.6 Schéma correspondant à un frottement solide ou une contrainte seuil. 41
3.7 Les modèles des lois de déformation les plus courants. 42
3.8 Exemple d'évolution de la contrainte dans un matériau. 43
3.9 Courbes de fluage typiques d'un acier. 44
3.10 Principe de l'essai de Couette. 46
3.11 Schéma simplifié et annoté d'un rhéomètre cylindrique. 47

3.12 Vue du dessous du cisso et de l'échangeur de chaleur. 48
3.13 Derniers résultats en date de la rhéologie de l'hydrogène solide. 48
3.14 Dispositif anti-rotation. 49
3.15 Schéma des principaux apports thermiques d'APRYL. 51
3.16 Plan en coupe de la cellule de APRYL. 53
3.17 Plan en coupe du cryostat APRYL. 54
3.18 Zoom sur le l'accouplement magnétique. 56
3.19 Représentation éclatée d'un passage magnétique. 56
3.20 Diagramme du décalage angulaire du passage magnétique. 57
3.21 Image du codeur optique Renishaw par le fabricant. 57
3.22 Vue du banc d'essais. 58
3.23 Bruit du couplemètre Burster. 59
3.24 Décalage angulaire de l'axe de transmission. 59
3.25 Résistance dynamique moyenne en cours de rotation. 60
3.26 Bilan de puissance d'APRYL. 61

4.1 Déformation manuelle de l'hydrogène solide. 64
4.2 Couple résistant typique d'un essai à vitesse constante. 65
4.3 Définition des différentes contraintes spécifiques. 66
4.4 Variabilité des mesures d'APRYL. 67
4.5 Mesure typique de fluage de l'hydrogène solide. 68
4.6 Courbes de fluages obtenues pour différentes contraintes. 69
4.7 Courbes de déformation pendant le fluage de l'hydrogène solide. 70
4.8 Position angulaire et couple résistant lors d'un essai oscillant. 72
4.9 Densité spectrale de puissance de la position angulaire et du couple. 73
4.10 Évolution du module de rigidité en fonction de la fréquence. 74
4.11 Effet de la vitesse de rotation et de la température sur les mesures. 76
4.12 Courbes de déformation de l'hydrogène solide pour différentes températures. . . . 77
4.13 Retour visco-élastique de l'hydrogène solide. 78
4.14 Comparaison des modèles σ_1 et σ_2 avec les mesures. 80
4.15 Modélisation finale de l'hydrogène solide. 81
4.16 Courbes de déformation de l'hydrogène solide à taux de cisaillement élevés. . . . 82
4.17 Écart entre la viscosité calculée η_{HBP} et la viscosité mesurée η_{H_2}. 84
4.18 Géométrie utilisée pour simuler l'écoulement de l'hydrogène solide dans APRYL. 85
4.19 Convergence de la simulation numérique d'APRYL. 86
4.20 Écart entre les mesures sur APRYL et les calculs issus des lois de déformation. . 87
4.21 Modèles géométrique et thermique utilisés pour la simulation de l'extrusion. . . . 88
4.22 Vitesses de sortie mesurées pour une extrusion cylindrique. 89
4.23 Comparaison entre les vitesses d'extrusion mesurées et calculées. 89
4.24 Évolution du nombre d'Oldroyd avec la vitesse d'extrusion pour les deux modèles. 91
4.25 Champs de vitesses à la sortie de la buse pour différentes températures et pressions avec les deux modèles. 92
4.26 Répartition des zones en déformation d'après les deux modèles. 93

E.1 Géométrie de calcul de la simulation d'APRYL. 111
E.2 Détail du maillage utilisé dans la simulation numérique d'APRYL. 112
E.3 Détails du maillage pour la simulation numérique de l'extrusion cylindrique. . . . 113

Bibliographie

[1] Y. Y. Milenko, R. Sibileva, and M. Strzhemechny, "Natural ortho-para conversion rate in liquid and gaseous hydrogen," *Journal of low temperature Physics*, November 1997.

[2] "Changes in solid hydrogen cristal structure explained," *Chemical and Engineering News Archive*, vol. 45, p. 16, 1967.

[3] G. Mourou and D. Umstadter, "Development and applications of compact high-intensity lasers," *Physics of Fluids B : Plasma Physics*, vol. 4, pp. 2315–2325, March 1992.

[4] A. Macchi, M. Borghesi, and M. Passoni, "Ion acceleration by superintense laser-plasma interaction," *Review of modern physics*, vol. 85, April-June 2013.

[5] V. M. et al., "Electron acceleration by a wake field forced by an intense ultrashort laser pulse," *Science*, 2002.

[6] V. Malka, "Review of laser wakefield accelerator," in *4th internatinal Particle accelerator Conference*, 2013.

[7] M. Borghesi, "Laser-driven ion acceleration : State of the art and emerging mechanisms," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 740, pp. 6 – 9, 2014.

[8] S. Gammino, "Proton and heavy ion acceleration driven by high intensity-short pulse lasers," last consultation : 2019.

[9] A. Ben-Ismail, O. Lundh, C. Rechatin, J. Lim, J. Faure, S. Corde, and V. Malka, "Compact and high-quality gamma-ray source applied to 10 micron-range resolution radiography," *Applied Physics Letters*, May 2011.

[10] V. Malka, J. Faure, Y. Gauduel, E. Lefebvre, A. Rousse, and K. Phuoc, "Principles and application of compact laser-plasma accelerators," *Nature Physics*, 2008.

[11] V. Malka, S. Fritzler, E. Lefebvre, E. d'Hummières, R. Ferrand, G. Grillon, C. Albaret, S. Meyroneinc, J.-P. Chambaret, A. Antonetti, and D. Hulin, "Pratictability of protontherapy using compact laser systems," *Medical Physics*, 2004.

[12] R. Snavely, "Intense high-energy proton beams from petawatt-laser irradiation of solids," *Phys. Rev. Lett.*, October 2000.

[13] L. Silva, M. Marti, J. Davies, R. Fonseca, C. Ren, F. Tsung, and W. Mori, "Proton shock acceleration in laser-plasma interactions," *Phys. Rev. Lett.*, January 2004.

[14] S. Garcia, *Production d'hydrogène solide sous forme de films de taille micronique.* PhD thesis, Université de Grenoble Alpes, 2015.

[15] A. Obertelli and T. Uesaka, "Hydrogen targets for exotic-nuclei studies developped over the past 10 years," *The European Physical Journal A*, 2011.

[16] P. Dlégiéviez, A. Gillibert, W. Mittig, X. Mougeot, A. Obertelli, F. de Oliveira, M. Ozille, P. Robillard, P. Roussel-Chomaz, and H. Savajols, "A cryogenic target for direct reaction studies with exotic beams," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section A : Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 2006.

[17] I. Vinyar and A. Lukin, "Screw extruder for solid hydrogen," *Technical Physics*, 2000.

[18] A. Gillibert, A. Corsi, F. Flavigny, C. Louchart, L. Nalpas, A. Obertelli, E. Pollaco, G. Authelet, J.-M. Gheller, D. Guillaume, V. Méot, O. Roig, I. Vinyar, and A. Lukin, "Windowless thin solid-hydrogen target : Chymene," *The European Physical Journal A*, December 2013.

[19] J. B. Kim, S. Göde, and S. H. Glenzer, "Development of a cryogenic hydrogen microjet for high-intensity, high-repetition rate experiments," *Review of Scientific Instrument*, July 2016.

[20] M. Gauthier, C. Curry, S. Göde, F.-E. Brack, J. B. Kim, M. J. MacDonald, J. Metzkes, L. Obst, M. Rehwald, C. Rödel, H.-P. Schlenvoigt, W. Schumaker, U. Schramm, K. Zeil, and S. H. Glenzer, "High repetition rat, multi-mev proton source from cryogenic hydrogen jets," *Applied Physics Letters*, September 2017.

[21] D. Margarone, A. Velyhan, J. Dostal, J. Ullschmied, J. Perin, D. Chatain, S. Garcia, P. Bonnay, T. Pisarczyk, R. Dudzak, M. Rosinski, J. Krasa, L. Giuffrida, J. Prokupek, V. Scuderi, J. Psikal, M. Kucharik, M. D. Marco, J. Cikhardt, E. Krousky, Z. Kalinowska, T. Chodukowski, G. Cirrone, and G. Korn, "Proton acceleration driven by a nanosecond laser from a cryogenic thin solid-hydrogen ribbon," *Physical Review X*, November 2016.

[22] S. D. Kraft, L. Obst, J. Metzkes-Ng, H.-P. Schlenvoigt, K. Zeil, S. Michaux, D. Chatain, J.-P. Perin, S. N. Chen, J. Fuchs, M. Gauthier, T. E. Cowan, and U. Schramm, "First demonstration of multi-mev proton acceleration from a cryogenic hydrogen ribbon target," *Plasma Physics and Controlled Fusion*, March 2018.

[23] J. Leclerc, "Nature et qualité du vide - contamination," *Techniques de l'Ingénieur*, October 1997.

[24] L. Alekseeva, O. Litvin, and I. Krupskii, "Temperature dependence of the yield stress of solid hydrogen," *Sov. J. Low. Temps. Phys*, March 1982.

[25] J. Leachman, *Thermophysical properties and modelling of a hydrogenic pellet production system.* PhD thesis, University of Wisconsin-Madison, 2010.

[26] H. Banes and Q. Nguyen, "Rotating vane rheometry – a review," *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, March 2001.

[27] G. Murry, "Aciers résistant au fluage," *Techniques de l'Ingénieur*, September 1999.

[28] E. W. Hart, "A phenomenological theory for plastic deformation of polycrystalline metals," *Acta Metallurgica*, June 1970.

[29] I. Krupskii, A. V. Leontieva, L. A. Indan, and O. V. Evdokimova, "Plastic deformation of solid hydrogen," *Sov. J. Low. Temps. Phys*, July 1977.

[30] L. Alekseeva, O. Litvin, and I. Krupskii, "Creep in solid hydrogen at the unsteady stage," *Sov. J. Low. Temps. Phys*, February 1982.

[31] C. Souers, *Hydrogen Properties for Fusion Energy.* University of California Press, 1986.

[32] J. Klepaczko and G. Pluvinage, "Ténacité d'aciers de construction à différrentes températures et vitesses de chargement," *Journal de Physique*, August 1985.

[33] J. Schmitt, P. Fabregue, and B. Thomas, "Recristallisation dynamique dans les aciers," *Journal de Physique IV*, April 1995.

[34] M. M. Denn and D. Bonn, "Issues in the flow of yield-stress liquids," *Rheol Acta*, vol. 50, pp. 307–315, 2011.

[35] T. C. Papanastasiou, "Flow of materials with yield stress," *Journal of Rheology*, 1987.

[36] L. Achab, A. Magnin, J. R. Clermont, and S. Benhadid, "Étude numérique d'écoulements du sang dans des domaines axisymétriques en présence d'une sténose importante avec un modèle de fluide à seuil," *22e congrès français de Mécanique*, August 2015.

[37] G. Midi, "On dense granular flows," *European Physical Journal*, December 2003.

[38] C. M. Carlevaro and L. A. Pugnaloni, "Arches and contact forces in a granular pile," *European Physical Journal*, May 2012.

Résumé

L'interaction d'un laser de haute énergie avec une cible fine d'hydrogène créé un plasma à l'intérieur duquel le champ électrostatique peut accélérer des protons jusqu'à des énergies de quelques dizaines de MeV. Ce domaine de la physique est appelé l'accélération laser/plasma. C'est dans ce contexte que le Service des Basses Températures (CEA, France) a développé en 2014 un prototype permettant de produire par extrusion des rubans d'hydrogène solide de un millimètre de large et de quelques dizaines de micromètres d'épaisseur.

Cette thèse étudie la géométrie, la vitesse et la stabilité de ces rubans, qui sont des critères fondamentaux à l'efficacité de l'accélération laser/plasma. Les résultats des campagnes expérimentales menées avec ce prototype dans différents centres laser sont également décrits. Le deuxième et principal objectif de cette thèse consiste à caractériser et mesurer de façon précise les propriétés rhéologiques de l'hydrogène solide, afin de modéliser son écoulement à travers une buse d'extrusion d'épaisseur submillimétrique. Ce travail a consisté à concevoir un rhéomètre cryogénique innovant capable de générer un cisaillement continu d'hydrogène solide à des températures contrôlées, inférieures à 14 kelvins. La déformation de cisaillement de l'hydrogène solide est observée et décrite en détails, et sa viscosité apparente près de son point de fusion est quantifiée. Une loi régissant son écoulement est proposée, puis vérifiée par simulation numérique.

Mots clés : cryogénie, rhéologie, hydrogène solide, cibles pour l'interaction laser-matière

Abstract

The interaction between a high-energy laser and a thin hydrogen target can generate an electrostatic field accelerating protons up to a few tens of MeV. This scientific field is called "laser/plasma acceleration". In this context, the Low Temperature Laboratory (CEA, France) has designed in 2014 a prototype extruding thin solid-hydrogen ribbon-shaped targets of one millimeter in width and a few tens of micrometers in thickness.

This Ph.D. thesis studies the geometry, the stability and the velocity of these ribbons, which are critical in the laser/matter interaction. Experimental campaigns led with this prototype in different laser facilities are described as well. The second and main objective of this Ph.D. thesis is to charaterize and measure the rheological properties of solid Hydrogen, in order to model its flow through a submillimeter-wide extrusion nozzle. This characterisation has been made possible through the design of an innovative cryogenic rheometer generating a continuous shear deformation in solid hydrogen at controled temperature, below 14 kelvins. Shear deformation of solid Hydrogen is studied and detailled, and its apparent viscosity near its melting point is measured. A deformation law is stated, then tested by numerical simulation.

Keywords : cryogenics, rheology, solid hydrogen, laser-matter interaction targets