

4^e Ecole d'Automne

Détection de rayonnements à très basse température

Balaruc les Bains du 14 au 20 novembre 1999

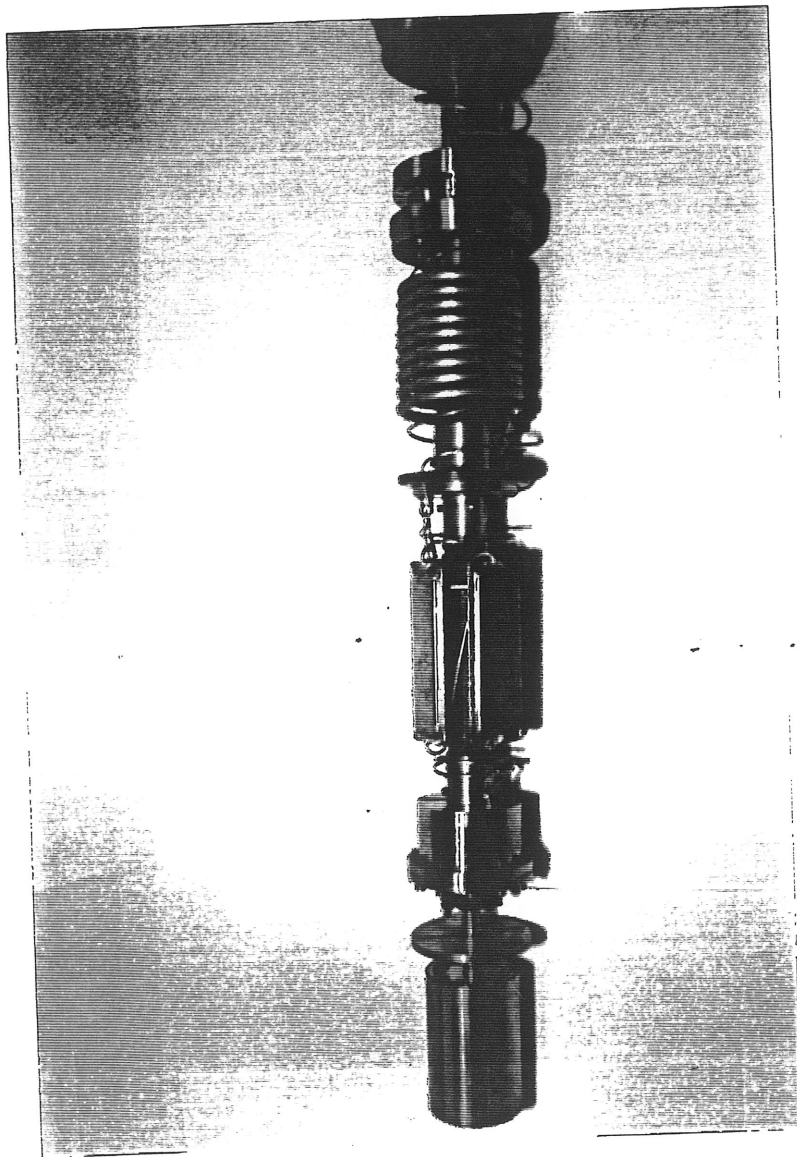
Physique et techniques des basses températures
détecteurs cryogéniques, acquisition et traitement des signaux.

« RÉFRIGÉRATION À DILUTION »

P. PARI

**COURS TECHNIQUE
SUR LA RÉFRIGÉRATION He-3 He4**

P.PARI (CEA-Saclay)



Version 2 11/97

DRTBT 1999 - 03

SOMMAIRE

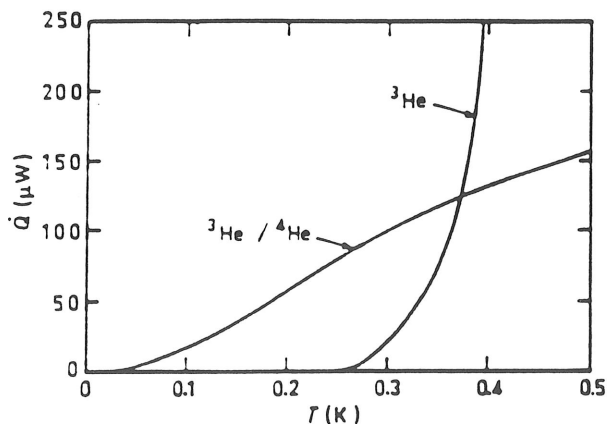
-1 Introduction	2
-2 Diagramme de phase	3
-3 Principe de la dilution classique	4
-4 Description du cycle dans son ensemble	5
-5 Pression osmotique, pression fontaine Limite d'extraction de l' ³ He dans le distillateur	6
-6 Perte de charge dans la colonne de dilué	8
- perte de charge par viscosité	9
- perte de charge par friction mutuelle	9
-7 Puissance frigorifique d'un réfrigérateur à dilution	13
-8 Bilan thermique dans le cas d'un échange de chaleur parfait	15
-9 Échangeurs de chaleur non parfaits	16
-échangeurs de chaleur continus	16
-échangeurs de chaleur discrets	18
-10 A propos de la résistance de Kapitza	19
-11 Les entrées de chaleur	25
1/ entrées de chaleur résiduelles	26
-conduction	26
-rayonnement	27
-vibrations	28
-gaz d'échange	31
2/ entrées de chaleur par le fluide	32
-conduction	32
-viscosité	32
-12 Bouilleur	36
-13 Boîte à mélange	
-14 Calcul d'une ligne de pompage	
-15 Calcul pratique des volumes	45
-16 Analyse de fonctionnement	
-17 Canes à dilution	49
-18 Procédure de démarrage, ajustement du mélange	50

-1 INTRODUCTION

L' ^4He liquide bout à 4.2 K sous 1 atmosphère, l' ^3He à 3.2 K sous la même pression. La seule manière d'obtenir des températures plus basses avec ces deux fluides cryogéniques utilisés isolément, est d'abaisser la tension de vapeur au dessus du liquide. Avec de l' ^4He une température limite de 0.9 K peut être obtenue, la tension de vapeur correspondante étant de l'ordre de $5.5 \cdot 10^{-2}$ mb. Avec de l' ^3He on peut estimer que 0.3 K est une limite, la tension de vapeur correspondante étant voisine de $3 \cdot 10^{-3}$ mb. Pour une telle pression, si on veut engendrer un débit de gaz suffisant pour absorber une puissance frigorifique non négligeable (quelques centaines de micro-watt par exemple) il faut disposer d'un système de pompage très puissant, mais les pertes de charge dans les canalisations deviennent alors prépondérantes, les écoulements s'effectuent en général en régime moléculaire au dessus de la température de l'azote liquide. Les installations deviennent encombrantes à cause de la taille des pompes et du diamètre des tubes de pompage. Pour donner un ordre de grandeur, dans un réfrigérateur à ^3He pur, une pompe Roots de $350 \text{ m}^3/\text{h}$ couplée à une pompe primaire de $60 \text{ m}^3/\text{h}$ circule un débit de $10 \mu\text{moles/s}$ à 0.3 K sous une pression de pompage de $2.5 \cdot 10^{-3}$ mb, délivrant une puissance de l'ordre de 250 micro-watt. La même puissance à la même température pourra être fournie par un réfrigérateur à dilution circulant un débit de $100 \mu\text{moles/s}$ théorique. Une simple pompe primaire de $20 \text{ m}^3/\text{h}$ est alors suffisante pour engendrer ce débit sous une pression de 0.44 mb.

En dessous de 0.3 K la réfrigération par dilution $^3\text{He} - ^4\text{He}$ est à ce jour la seule méthode permettant d'obtenir en régime continu des températures allant jusqu'à 3 - 4 mK

FIG 1



Puissance frigorifique d'un cryostat ^3He et d'un réfrigérateur à dilution en fonction de la température, utilisant une pompe de $18 \text{ m}^3/\text{h}$. Ceci correspond dans le réfrigérateur à dilution à un débit de $30 \mu\text{moles/s}$ à toutes températures. Dans le cryostat ^3He la même circulation est obtenue à 0.5 K.

-2 DIAGRAMME DE PHASE

Pour $T > 0.86$ K tout mélange $^3\text{He} - ^4\text{He}$ forme une seule phase liquide à toutes concentrations. En dessous de cette température le liquide se sépare en deux phases: l'une que l'on appelle la phase concentrée ou phase riche en ^3He et l'autre la phase diluée ou phase riche en ^4He .

La phase concentrée plus légère flotte au dessus de la phase diluée. D'autre part en désignant par X la concentration en ^3He , on remarque sur le diagramme de la figure 2 qu'à $T = 1$ K le mélange est superfluide pour une concentration inférieure à 62% et normal pour toute concentration supérieure. A plus basse température, par exemple pour $T = 0.5$ K, il se sépare en deux phases : une phase concentrée à 90% d' ^3He et une phase diluée à 23% d' ^3He . A très basses températures l' ^3He est extrêmement pur, tout l' ^4He étant exclu de la phase concentrée. A 10 mK il reste 1 atome d' ^4He pour $2 \cdot 10^{27}$ atomes d' ^3He .

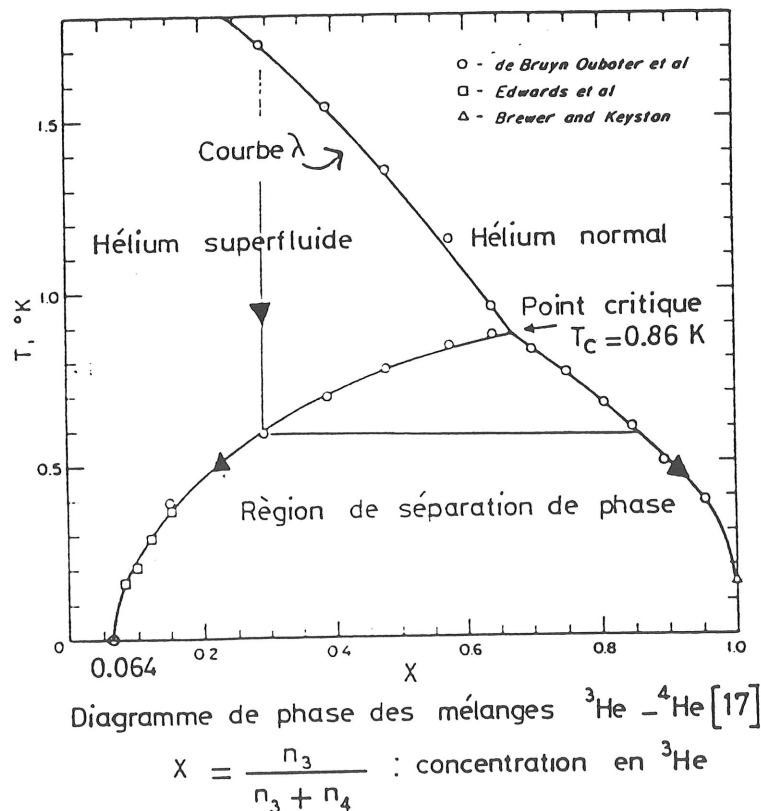
La concentration de l' ^4He est donnée par la relation:

$$X_4 = 0.85 T^{3/2} e^{-0.56/T} \quad (1)$$

Celle de l' ^3He dans la phase diluée au dessous de 100mK :

$$X_3 = 0.064 (1 + 8.4 T^2 + 9.4 T^3) \quad (2)$$

FIG 2

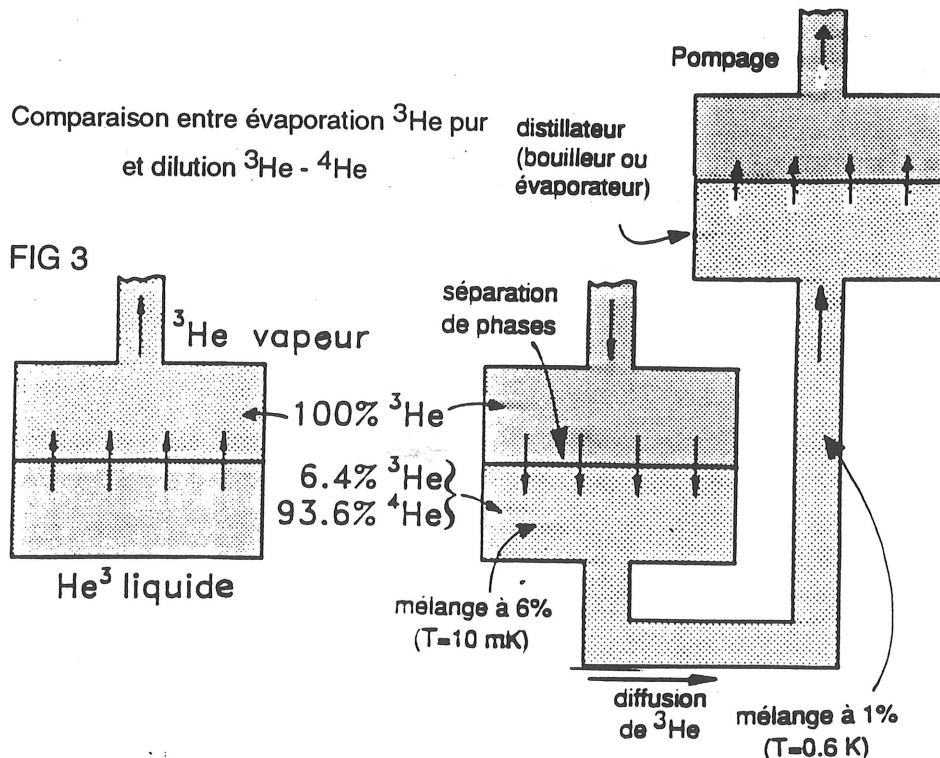


La concentration de l' ^3He dans la phase diluée tend vers une limite finie quand T tend vers 0 K . on se trouve alors en présence d'un mélange dont la phase diluée est à 6.4% d' ^3He et la phase concentrée à 100% d' ^4He .

En dessous de 0.5 K l' ^4He superfluide de la phase diluée est dans son état fondamental et son entropie est négligeable. Il se comporte alors comme un vide vis à vis de l' ^3He ce qui confère à ce dernier un comportement de quasi gaz parfait en équilibre avec l' ^3He de la phase concentrée.

-3 PRINCIPE DE LA DILUTION CLASSIQUE

La boîte à mélange contient donc dans sa partie inférieure une solution saturée d' ^3He dans l' ^4He au contact de la solution riche en ^3He dans sa partie supérieure. Pour refroidir la boîte il suffit de dissoudre une partie de l' ^3He pur dans la phase diluée. Cette dilution se fera pour maintenir la solution saturée, si l'on cherche à diminuer la concentration en ^3He de la phase diluée.



Le passage d'un atome d' ^3He de la phase concentrée à la phase diluée s'accompagne d'un effet frigorifique comparable à celui produit par l'évaporation d'un liquide sous pression réduite. Si la transformation est effectuée de manière adiabatique (sans échange de chaleur) il y aura abaissement de la température de l'ensemble des deux phases. La limite de solubilité (6.4%) joue un rôle capital dans le fonctionnement des réfrigérateurs à dilution. Elle montre que l'on pourra toujours extraire des atomes d' ^3He par un moyen approprié aussi basse que puisse être la température de dilution.

-4 DESCRIPTION DU CYCLE DANS SON ENSEMBLE

Pour l'utilisateur le fonctionnement d'un réfrigérateur à dilution diffère principalement du fonctionnement d'un réfrigérateur à ^3He seul (ou ^4He seul) par le fait que dans la dilution il n'y a pas de relation directe entre la température limite du système et la pression d'évaporation à l'interface liquide-vapeur. Le moyen pour extraire les atomes d' ^3He de la phase diluée est la distillation sous basse pression dans un évaporateur dont la température est suffisamment faible ($0.6 < T < 0.9 \text{ K}$) pour que le gaz pompé soit principalement de l' ^3He . Les deux grandeurs thermodynamiques à comparer étant les tensions de vapeur partielles des deux fluides.

par exemple: pour $T = 0.7 \text{ K}$, $P_3 = 8.5 \cdot 10^{-2} \text{ mb}$ et $P_4 = 3 \cdot 10^{-3} \text{ mb}$, ce qui donne un taux de circulation d' ^3He X_V de l'ordre de 96% (valeur maximum obtenue avec un brûleur de film 100% efficace)

La chambre de mélange et le distillateur sont reliés par un ou plusieurs échangeurs de chaleur à contre-courant dans lesquels circulent les atomes d' ^3He . Si la distillation est parfaite les atomes d' ^4He ne participent pas à la circulation. L'équilibre mécanique et thermodynamique de la colonne d' ^4He située entre la boîte à mélange et le distillateur, satisfait aux conditions:

- (- Conservation de la pression totale : $P = \text{Cte}$
- Conservation du potentiel chimique de l' ^4He : $\mu_4 = \text{Cte}$

En régime dynamique la colonne est soumise à une perte de charge osmotique en pratique très faible comparée à la pression osmotique à saturation. La figure.4. représente la variation de Π en fonction de T pour différentes valeurs de X_3 . On remarque par exemple que la chambre de mélange à $T = 10 \text{ mK}$ et $X_3 = 6.4\%$ est en équilibre osmotique avec le distillateur à $T = 0.7 \text{ K}$ et $X_3 = 0.8\%$. La circulation de l' ^3He s'opère par rupture de l'équilibre des pressions osmotiques entre la chambre de mélange et le distillateur. Le mélange ainsi pompé est réinjecté dans le cryostat, prérefroidit à 4.2 K puis condensé vers 1.5K sous une pression égale à la pression de vapeur saturante de l' ^3He à cette température. Cette condition de pression est obtenue par une impédance de condensation. Le mélange est ensuite refroidit dans les échangeurs avant d'être introduit dans la boîte à mélange, la phase concentrée occupant toute la branche réinjection jusqu'au condenseur à 1.5 K . Coté dilué, l'interface liquide vapeur s'établit à un certain niveau dans le distillateur. (Voir figure.5.)

-5 PRESSION OSMOTIQUE PRESSION FONTAINE
LIMITE D'EXTRACTION DE L'HE3 DANS LE DISTILLATEUR

Nous nous plaçons dans la colonne de dilué entre la chambre de mélange et le distillateur. Celle-ci est soumise à un gradient de température de l'ordre de 1K. L'He⁴ étant superfluide, le potentiel chimique μ_4 reste constant dans toute la colonne.

$$\mu_4 (T, P_0 + \Pi + P_F, X) = \mu_4 (0, P_0) \quad (3)$$

$\mu_4 (T, P_0 + \Pi + P_F, X)$: Potentiel chimique de l'⁴He à la température T, la pression $P_0 + \Pi + P_F$ et la concentration en ³He : X

$\mu_4 (0, P_0)$: Potentiel chimique de l'⁴He pur à température nulle

La pression osmotique est la différence entre $P_0 + \Pi + P_F$ et P_0 . C'est une tension interne sur les molécules du solvant dans la solution exercé par les atomes d'³He à la concentration X appelé Π ainsi que par la composante normale de l'hélium 4 superfluide appelé P_F (pression fontaine).

Il en découle de la relation (3) (on l'admettra) que la pression osmotique totale de la solution reste elle aussi constante tout le long de la colonne c'est à dire:

$$\Pi + P_F = C^{TE} \quad (4)$$

Π : pression osmotique due à l'He³

P_F : pression fontaine due à la composante normal de l'He⁴ superfluide

Dans la boîte à mélange ($T_{MC} < 0.1K$) la pression fontaine est négligeable devant la pression osmotique des atomes d'He³:

$$P_F \approx 0 \rightarrow \Pi = \Pi_M$$

La pression osmotique de l'He³ à saturation vaut:

$$\Pi_M (T) = 2209 + 1.044 \cdot 10^5 T^2 \quad \text{Pa} \quad (5)$$

soit pour $T=0K$ et $X=6.4\%$:

$$\Pi_M (0) = 2209 \quad \text{Pa} \quad (6)$$

En s'éloignant des conditions d'équilibre à saturation de la boîte à mélange, c'est à dire en se plaçant pour $T > 0.15\text{K}$ et $X < 0.03$, la concentration suit une loi du type gaz parfait:

$$\Pi = \frac{X}{V_4^0} RT \quad (\text{Loi de Van'T Hoff}) \quad (7)$$

V_4^0 : volume molaire de l'He4 pur: $27.5\text{cm}^3/\text{mole}$

R: constante des gaz parfait: 8.314J/K mole

Dans le distillateur la pression fontaine n'est plus négligeable, l'expression (7) prends la forme :

$$(\Pi_M - P_F) = \frac{X}{V_4^0} RT_s \quad (8)$$

$$\left. \begin{array}{l} \text{en connaissant } T_{MC} \rightarrow \Pi_M \\ \text{en connaissant } T_S \rightarrow P_F \end{array} \right\} \rightarrow X$$

$$\text{exemple: } \left\{ \begin{array}{l} T_{MC}=20\text{mK} \rightarrow \Pi_M \approx 2250 \text{ Pa} \\ T_S= 1.3\text{K} \rightarrow T_s \approx 2240 \text{ Pa} \end{array} \right\} X \rightarrow 0$$

Cet exemple illustre qu'à des températures suffisamment basses de la boîte à mélange et suffisamment élevés du distillateur, c'est à dire lorsque la pression fontaine compense au moins la pression osmotique, la concentration X s'annule dans le distillateur et il n'est plus possible de pomper de l'He3. Ce risque est faible dans les appareils classiques à pots séparés car on obtient des températures classiques de distillateurs de l'ordre de $0.7 < T_S < 0.8\text{K}$. Il faut penser à ce problème si la charge thermique devient importante, notamment pour les systèmes sans pots dont la température du distillateur peut parfois prendre des valeurs supérieures à 1 K

La figure de la page suivante représente la variation de Π en fonction de la température.

On remarque par exemple que la boîte à mélange à 10 mK ($x_3 = 6.4\%$) est en équilibre osmotique avec le distillateur à 0.7 K ($X_3 = 0.8\%$)

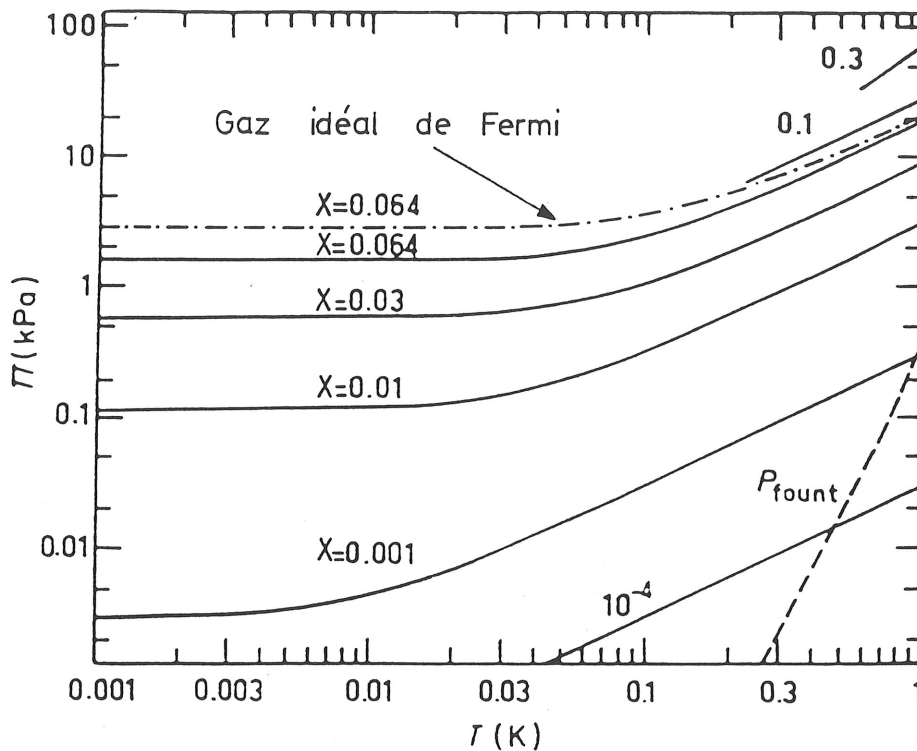


FIG 4

-6 PERTE DE CHARGE DANS LA COLONNE DE DILUÉ

Le débit d' ^3He sera donc créé par un gradient de pression osmotique dans la colonne de dilué reliant la boîte à mélange au distillateur. La pression osmotique à saturation étant de l'ordre de 20 mb, il faudra éviter une trop grande perte de charge dans le tube. Cette perte de charge est due à deux effets, d'une part la perte de charge par viscosité, d'autre part par friction mutuelle de l' ^3He par rapport à l' ^4He immobile dans le tube.

1/ Perte de charge par viscosité.

L' ^3He en circulation est analogue au débit d'un gaz parfait dans un écoulement de Poiseuille. La perte de charge est donnée par l'expression:

$$dP = Z \eta(T) \dot{V} \quad (9)$$

Z représente le facteur d'impédance du tube: $Z = 128 l / \pi d^4$

Soit la relation (9) exprimée en débit molaire:

$$dP = Z \eta(T) \dot{n} V_m \quad V_m : \text{volume molaire de l}'^3\text{He dilué} \quad (10)$$

$$V_m = V_4 X^{-1} = 27.5 X^{-1} \text{ cm}^3 / \text{mole} \quad (11)$$

Le volume molaire de l' ^3He dilué augmente comme l'inverse de la concentration, donc dans les parties hautes du tube pour un débit molaire donné, la vitesse d'écoulement des atomes d' ^3He augmente considérablement. Dans le calcul de la perte de charge ceci est en partie compensé par le fait qu'à haute température la viscosité $\eta(T)$ de l' ^3He dilué est beaucoup plus faible qu'à très basses températures (facteur 100). Les valeurs ci-dessous ont été calculées pour un débit de 100 $\mu\text{moles/s}$ et un diamètre de 2 mm.

pour $T < 100\text{mK}$ $\eta(T) = 5 \cdot 10^{-8} T^{-2}$ Poiseuille

Température	$\eta(\text{Poiseuille})$	$V_m(\text{cm}^3/\text{mole})$	$dP/dL(\text{mb/cm})$
10 mK	$5 \cdot 10^{-4}$	430	$6 \cdot 10^{-3}$
100 mK	$5 \cdot 10^{-6}$	690	$8 \cdot 10^{-5}$
700 mK	$3 \cdot 10^{-6}$	3000	$2.3 \cdot 10^{-4}$

Ces pertes de charges sont faibles comparées à la pression osmotique à saturation (20 mb), il est toutefois dangereux de descendre en dessous d'un diamètre de 2mm sur le tube de dilué de l'échangeur continu.

Autre exemple pour $100 < T(\text{mK}) < 350$

350 mK = température d'entrée du dilué dans le bouilleur.

Calcul pour un diamètre de 1 mm longueur 1m, viscosité moyenne $5 \cdot 10^{-6}$ Poiseuille, volume molaire moyen $1000 \text{ cm}^3/\text{mole}$. $\Delta P = 0.2 \text{ mb}$, soit 1%.

2/ Perte de charge par friction mutuelle

La friction mutuelle freine le débit d' ^3He lorsque sa vitesse dépasse la vitesse critique dans le superfluide, qui est de l'ordre d'une dizaine de centimètres par seconde. Ceci se produit dans la partie chaude du tube de dilué. La vitesse d'écoulement augmente à cause de l'augmentation du volume molaire ($3000 \text{ cm}^3/\text{mole}$ au niveau du bouilleur). Par exemple pour un tube de 1mm de diamètre et un débit de $100 \mu\text{moles/s}$, la vitesse atteint 35cm/s . En augmentant le diamètre, par exemple 4mm, la vitesse passe à 2cm/s . Il est donc très important de ne pas trop réduire le diamètre du dilué au niveau du distillateur.

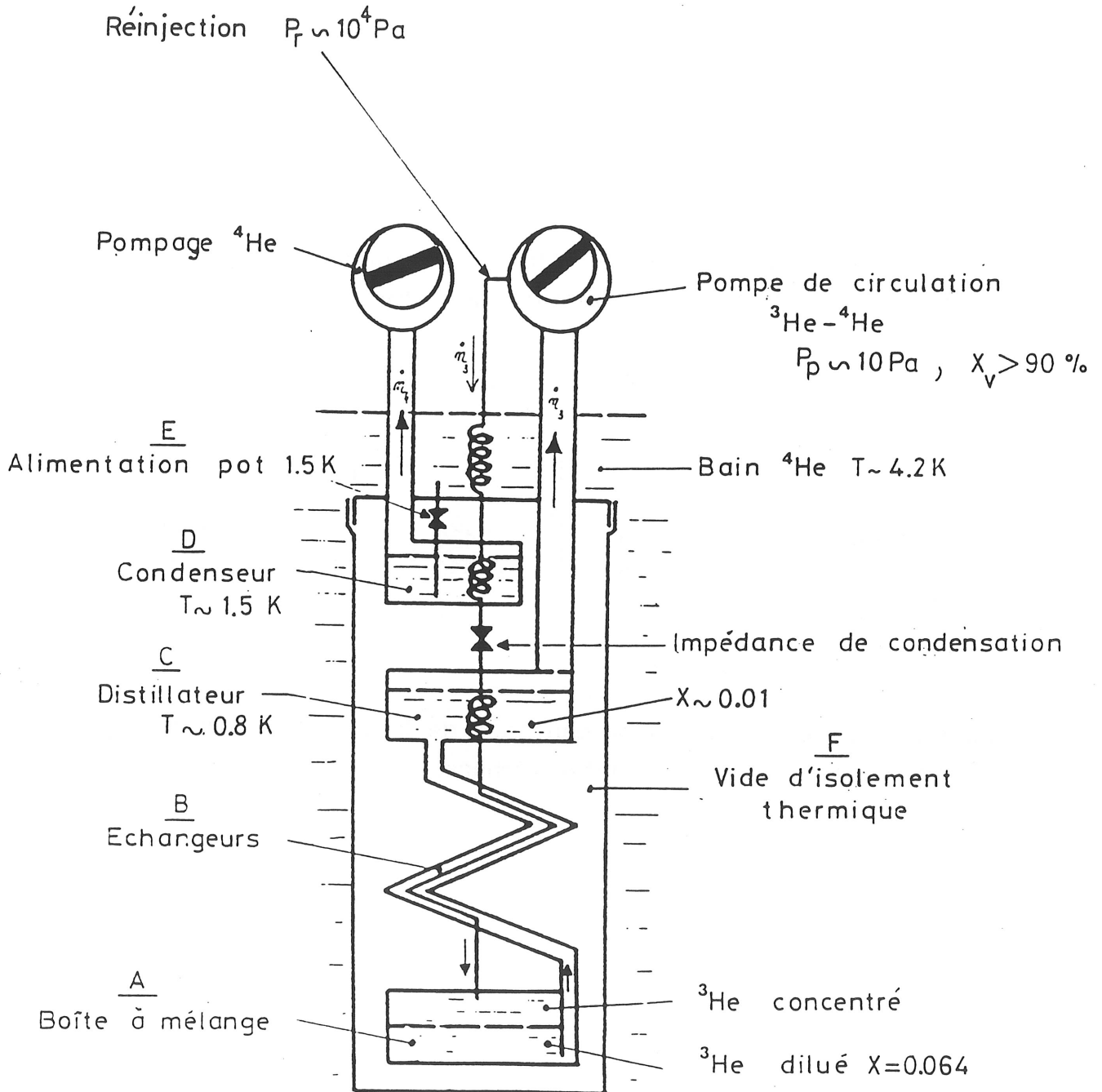
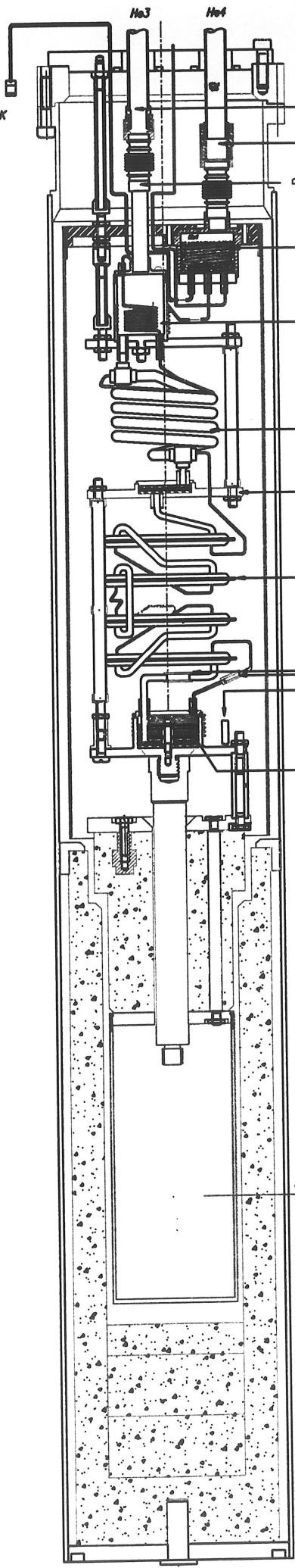


FIG 5 Schéma de principe d'un réfrigérateur à dilution classique

*Pompage en He4
preleve sur le bain
pour alimentation pot 1K*



Pompage bouilleur
Pompage pot 1K
connexion sur injection trips

Pot 1K
Bouilleur

Echangeur continu
Echangeur isotherme
Plaque de thermalisation (T<100mK)

Echangeurs discrets
bagues d'isolement electrique pour boite a melange
Thermometre

Boite a melange

Axe Median du Bolo
Actuel

POT 1K →

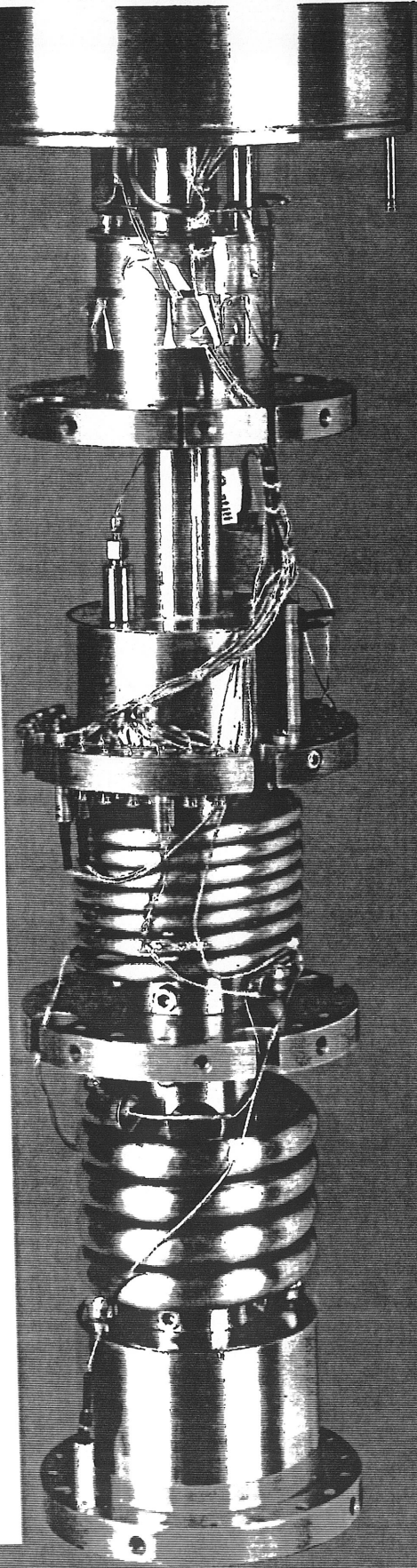
BOUILLEUR →

Echangeur
Continu →

PLAQUE T < 100mk
↪

ECHANGEURS
DISCRETS →

BOÎTE A MELANGE
↪



Minikelvin DR Stage



PLATINE
4K

BRIDE 1K

PÔT 1K

BOUILLEUR

ECHANGEUR CONTINE

PLAQUE T < 100mK

ECHANGEURS
DISCRETS.

ROÛTE
A
MÉLANGE

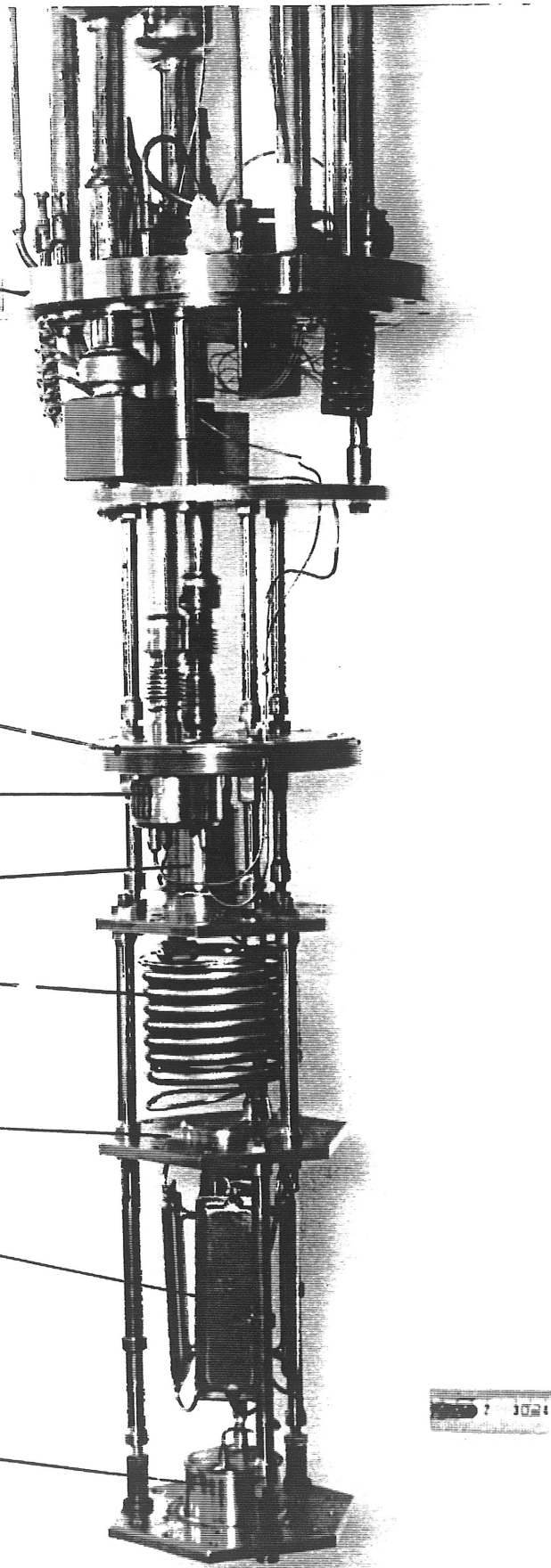
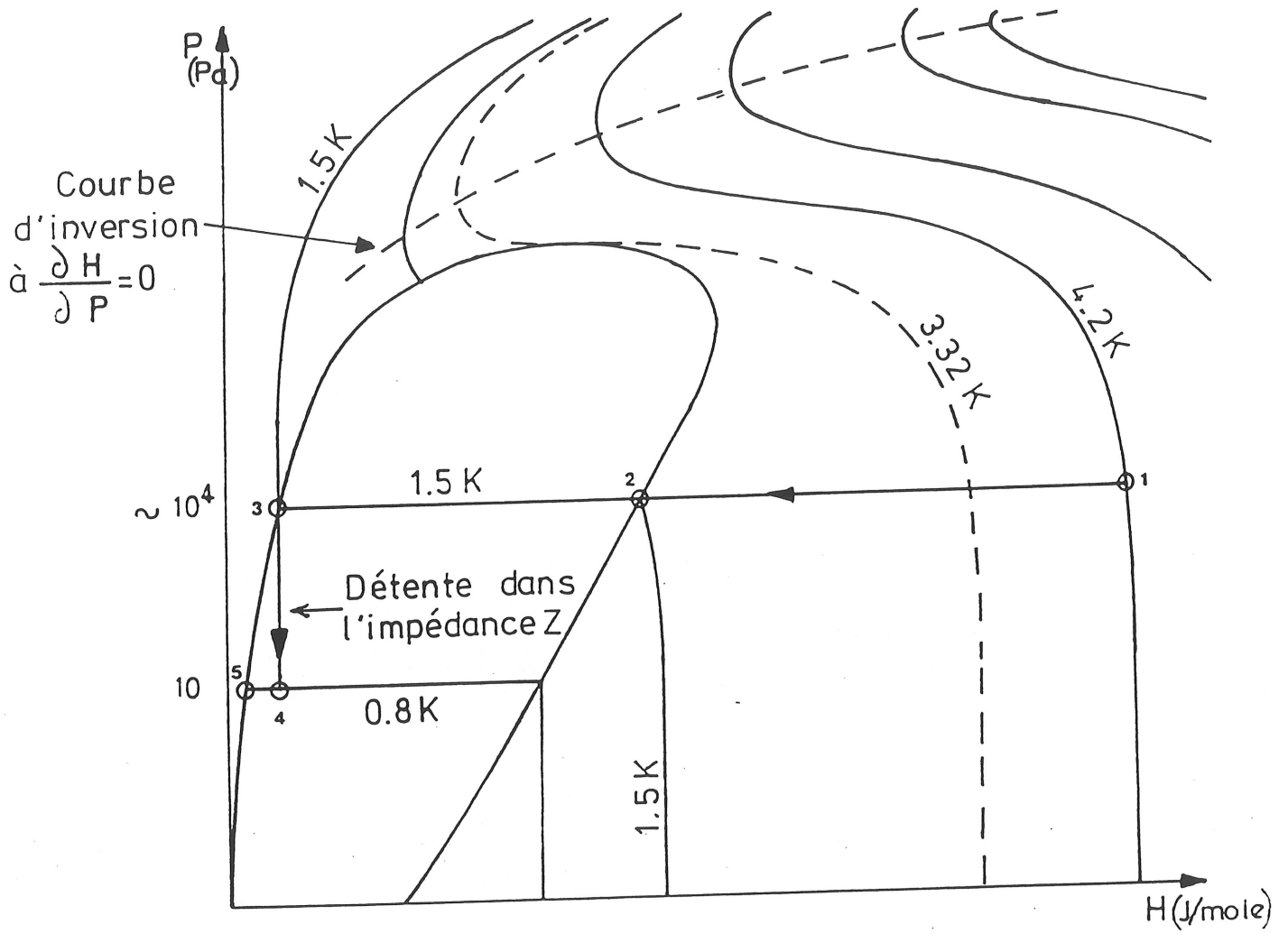


Diagramme enthalpique de l'He3 pur



Parcours de liquéfaction dans un appareil à fonctionnement classique

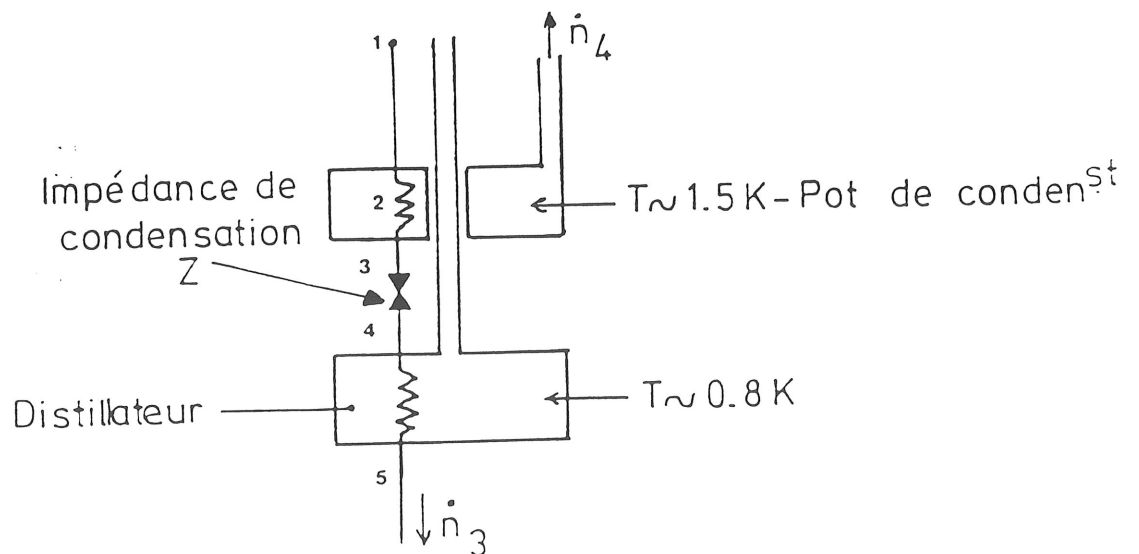


Fig. 6

Pression et concentrations dans le distillateur en fonction
des températures du distillateur et de la chambre de mélange

Pour $0.4 \lesssim T_s \lesssim 1.4 \text{ K}$ et $0 \lesssim T_{mc} \lesssim 0.15 \text{ K}$

TABLEAU (1) (Roubeau.P)

T_{mc}	T_s	.40	.50	.60	.70	.80	.90	1.00	1.10	1.20	1.30	1.40
	P_f	61	148	305	576	1056	1957	3690	6944	12730	22460	37960
0	22090	5.68 .006 1.83	22.7 .096 1.46	57.3 .654 1.20	112. 2.71 1.02	190. 8.00 .873	302. 18.3 .743	468. 34.2 .612	715. 54.5 .457	1078 77.3 .255	← P [μb] ← X ₄ [% vap] ← X ₃ [% liq]	
20	22510	5.78 .006 1.86	23.1 .094 1.48	58.4 .642 1.23	114. 2.66 1.04	194 7.87 .889	307. 18.0 .758	307. 33.7 .625	724 53.8 .469	1088 76.5 .266		
40	23760	6.09 .005 1.96	24.4 .089 1.56	61.5 .609 1.29	120. 2.53 1.10	204. 7.48 .939	322 17.2 .802	483 33.1 .642	734 53.0 .484	1102 75.6 .280	1618 99.6 .006	
60	25820	6.61 .005 2.13	26.5 .082 1.69	66.7 .562 1.40	130. 2.33 1.19	220. 6.92 1.02	347. 16.0 .876	528. 30.3 .731	792. 49.1 .566	1173. 71.0 .355	1704 94.6 .075	
80	28670	7.33 .005 2.36	29.4 .074 1.88	74.1 .506 1.56	145. 2.10 1.32	244. 6.26 1.14	381 14.6 .979	575 27.8 .824	852 45.7 .650	1248 66.8 .432	1793 89.9 .146	
100	32260	8.26 .004 2.66	33.1 .066 2.12	83.5 .449 1.76	163. 1.87 1.49	274. 5.57 1.29	425. 13.0 1.11	635 25.2 .944	930 41.9 .759	1343 62.0 .532	1907 84.5 .238	
110	34330	8.80 .004 2.83	35.3 .062 2.26	89.0 .421 1.87	173. 1.75 1.59	291. 5.24 1.37	451 12.3 1.19	670 23.9 1.01	975 39.9 .822	1399 59.6 .590	1973 81.7 .292	
120	36580	9.39 .004 3.02	37.6 .058 2.41	95.0 .395 2.00	185. 1.64 1.70	310. 4.91 1.47	479. 11.6 1.27	708 22.6 1.09	1024 38.0 .891	1460 57.1 .653	2046 78.7 .350	
130	39010	10.04 .003 3.23	40.2 .054 2.58	101.5 .369 2.14	198. 1.54 1.82	331. 4.60 1.57	510. 10.9 1.37	750 21.3 1.17	1078 36.1 .967	1526. 54.6 .722	2126. 75.8 .414	2905 99.0 .019
140	41610	10.7 .003 3.45	43.0 .051 2.76	109. .345 2.29	211 1.44 1.95	354. 4.31 1.69	543. 10.2 1.47	795 20.1 1.26	1136 34.3 1.05	1598. 52.1 .797	2211. 72.9 .483	3005 95.7 .083
150	44370	11.48 .003 3.69	46.0 .047 2.95	116. .323 2.45	226 1.34 2.09	378 4.04 1.81	578 9.58 1.57	843 19.0 1.36	1198. 32.5 1.14	1675 49.8 .877	2303. 70.0 .557	3112 97.4 .152

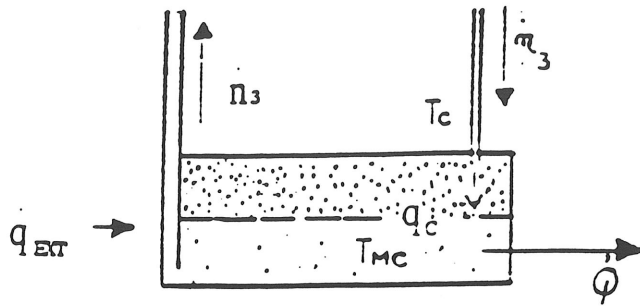
P_f : pression fontaine à la température du distillateur

π_{MC} : pression osmotique dans la chambre de mélange.

$$X_4 = \frac{100 n_4}{n_3 + n_4} \quad \text{Dans la vapeur}$$

$$X_3 = \frac{100 n_3}{n_3 + n_4} \quad \text{Dans le liquide}$$

-7 PUISSANCE FRIGORIFIQUE D'UN RÉFRIGÉRATEUR À DILUTION



$H_d(T_{mc})$: Enthalpie du dilué à la température de dilution J/mole

$H_c(T_{mc})$: Enthalpie du concentré à la température de dilution

$H_c(T_c)$: Enthalpie du concentré à la température d'entrée dans la boîte

Bilan de chaleur au niveau de la boîte à mélange

\dot{Q} = Puissance frigorifique

$$\dot{Q} = \dot{n}_3 (H_d(T_{mc}) - H_c(T_{mc})) \quad (12)$$

$T_c > T_{mc}$ échangeurs de chaleur à surfaces non infinies, impose une température d'entrée de l' ^3He , T_c plus élevée que la température de dilution T_{mc} .

\dot{Q}_c = Apport de chaleur par le concentré

$$\dot{Q}_c = \dot{n}_3 (H_c(T_c) - H_c(T_{mc})) \quad (13)$$

Pour maintenir la boîte à mélange en équilibre thermique à la température T_{mc} on impose un apport de chaleur \dot{Q}_{ext} tel que:

$$\dot{Q}_{ext} = \dot{Q} - \dot{Q}_c \quad (14)$$

$$\text{soit } \dot{Q}_{ext} = \dot{n}_3 (H_d(T_{mc}) - H_c(T_c)) \quad (15)$$

Chaleurs spécifiques pour $T < 100$ mK (Liquides de Fermi)

- Concentré $C_{3c} = 24T$ (J/mole K) $H_{3c} = H_{30} + 12 T^2$

- Dilué $C_{3d} = 108 T$ (J/mole K) $H_{3d} = H_{30} + 54 T^2$

On en déduit la puissance disponible au niveau de la boîte :

$$\dot{Q}_{ext} = \dot{n}_3 (96 T_{mc}^2 - 12 T_c^2) \text{ (J/s)} \quad (16)$$

Dans le cas d'échangeurs parfaits à surfaces infinies on a $T_{mc} = T_c$, en remplaçant dans (16) il vient :

$$\text{soit: } \boxed{ \begin{aligned} T_{mc}^2 &= 1.22 \cdot 10^{-2} \dot{Q}_{ext} / \dot{n} \\ \dot{Q}_{ext} &= 84 \dot{n} T_{mc}^2 \end{aligned} } \quad (17)$$

\dot{n} : débit en moles/s
 T_{mc} : Température en Kelvin

Le cas des pertes thermiques nulles ($\dot{Q}_{ext} = 0$) dans (16)

$$T_{mc} = 0.36 T_c \quad (18)$$

La relation (17) permet de dimensionner grossièrement une installation. Elle est surtout utilisé quand l'apport de chaleur lié à l'expérience est élevé et est donc de plusieurs ordres de grandeur supérieur aux apports de chaleur parasites propres au système. De cette relation on déduit en général le débit nécessaire pour absorber la puissance fournie. Soit par exemple:

$$\dot{Q}_{ext} = 100 \text{ micro-watt à } 50\text{mK impose } \dot{n} > 450 \text{ micro-moles / s}$$

La connaissance du débit permet de calculer le diamètre des tubes de pompage avec la condition $\Delta P/P \ll 1$ respectée, ainsi que la taille et le nombre de pompes nécessaires pour engendrer le débit sous une pression de pompage de l'ordre de 0.1mb. On à donc une idée du volume occupé par l'installation ainsi qu'un ordre de grandeur du prix.

La relation (18) permet d'estimer l'ordre de grandeur de la différence de température entre les deux phases à charge thermique nulle. Exemple : concentré 28mK, dilué 10mK. Un mauvais positionnement de l'interface dans la boîte à mélange, dans laquelle l'échantillon est immergé peut donc se traduire par une température de fonctionnement élevée.

On voit avec la relation (16) que pour diminuer la température de la boîte à mélange on cherchera à abaisser T_c . Ceci est possible grâce à l'utilisation de bons échangeurs à contre-courant qui permettront de transférer la chaleur de la phase concentré à faible enthalpie à la phase diluée à forte enthalpie. (Fig 8).

Un simple échangeur continu permet d'obtenir une température minimum de l'ordre de 35 mK. Lorsque le tube de concentré est enroulé en spirale une température de l'ordre de 25mK peut être obtenue.

La photo ci-contre illustre un tel montage. L'appareil présente la particularité d'avoir un condenseur concentrique à l'évaporateur. L'échangeur continu est très simple. Il est constitué de 1.5 m de 0.3/0.5mm dans 1/1.5mm inox. L'étanchéité à 4.2 K est assurée par un joint de polyimide de 50µm d'épaisseur. Le pot à 1K est suspendu par 3 tiges d'inox, ce qui est très classique pour assurer une bonne rigidité de l'ensemble. La tige de liaison boîte / évaporateur fabriqué en fibre de verre époxy est thermalisé au centre par une tresse de cuivre. La sonde de mesure de température est immergée dans la boîte à mélange, l'étanchéité est assurée par un collage au Stycast 2850 FT. Un filetage sur l'extérieur du pot à 1K permet de fixer un écran à 1K pour limiter le rayonnement thermique. Toutefois pour une température limite de 30 mK, il n'est pas nécessaire. La performance de cet appareil très compact se situe entre 30 et 40 mK.

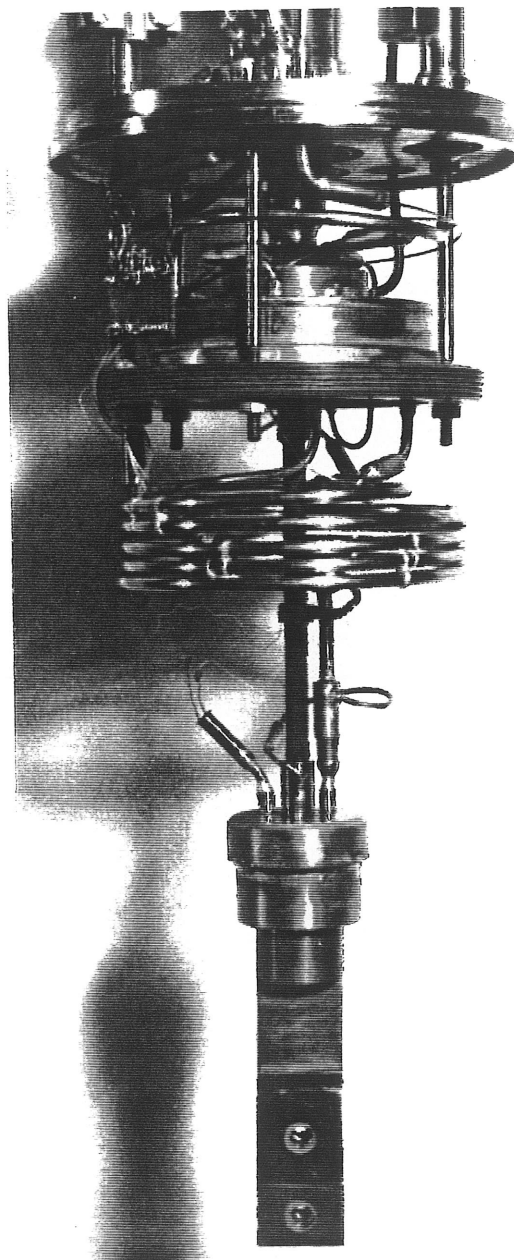


FIG 10

Un échangeur de chaleur continu à contre-courant est décrit par un système de 2 équations différentielles couplées contenant chacune un terme dû à la chaleur échangé entre les deux phases à travers la paroi solide qui les sépare via la conduction de Kapitza. Nous nous plaçons dans le cas où :

$$Q_{\text{visc}} + Q_{\text{cond}} \ll Q_{\text{ech}}$$

(23)

LES ÉCHANGEURS DE CHALEUR

Le concentré, thermalisé sur l'évaporateur à une température comprise entre 0.65K et 0.95K est prérefroidi par le dilué sortant de la boîte à mélange, dans les échangeurs. La circulation a lieu à contre courant.

La température minimale de la boîte à mélange dépendra de l'efficacité des échangeurs, c'est à dire de la qualité du contact thermique entre le concentré et le dilué. Le transfert de chaleur est limité par la résistance de Kapitza R_K . A haute température $20 \text{ mK} < T < 1 \text{ K}$, les surfaces nécessaires pour un bon échange thermique sont de l'ordre de $1 \text{ à } 10^3 \text{ cm}^2$, au dessous de 20 mK elles dépassent le mètre carré.

Un échangeur de chaleur continu à contre-courant est décrit par un système de 2 équations différentielles couplées contenant chacune un terme dû à la chaleur échangée entre les deux phases à travers la paroi solide qui les sépare. A ce terme on ajoute l'effet du réchauffement visqueux et la chaleur conduite axialement dans les liquides eux-mêmes. Cette équation n'a pas de solution analytique, mais en pratique il est possible de dessiner des échangeurs de chaleur où le réchauffement visqueux et la chaleur conduite axialement le long des liquides et le long du corps des échangeurs eux-mêmes peuvent être rendus négligeables par rapport à la chaleur transférée de la phase concentrée à la phase diluée.

Dans ce cas nous avons un échangeur de chaleur continu parfait pour lequel toute la chaleur cédée par la phase concentrée est prise par la phase diluée.

en pratique :

$$\dot{Q}_{\text{visc}} + \dot{Q}_{\text{cond}} \ll \dot{Q}_{\text{ech}}$$

Considérons une paroi séparant les deux phases dans un échangeur de chaleur présentant une surface A_d en contact avec la phase diluée et A_c en contact avec la phase concentrée (Figure ci-contre).

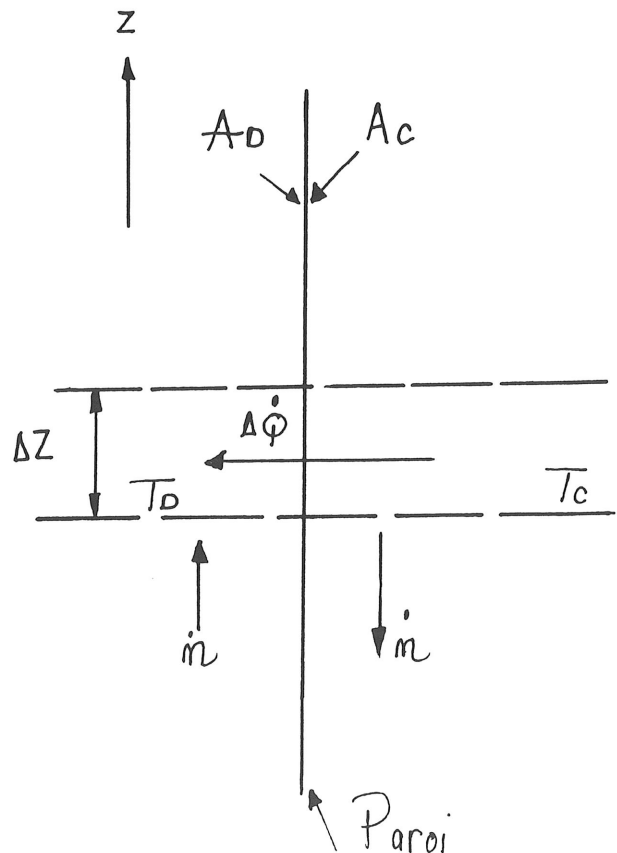
Si la chaleur est échangée par procédé de désadaptation d'impédance de phonon et si la température de la paroi est T_p :

$$\frac{\Delta \dot{Q}}{\Delta A_c} = \alpha_c (T_c^4 - T_p^4)$$

$$\frac{\Delta \dot{Q}}{\Delta A_d} = \alpha_d (T_p^4 - T_d^4)$$

Si les surfaces d'échange sont égales :

$$\frac{\Delta \dot{Q}}{\Delta A} = \alpha_m (T_c^4 - T_d^4)$$



avec α_m , coefficient de conductance thermique moyen à la paroi.

$$\alpha_m = \frac{\alpha_c \alpha_d}{\alpha_c + \alpha_d} = \frac{1}{4R_{Km}}$$

R_{Km} est la résistivité de Kapitza moyenne, reliée à la résistance de Kapitza R_m par :

$$R_m \sigma T^3 = R_{Km}$$

Si $\alpha_m = \alpha_d = \alpha$ ce qui est le cas car il y a toujours du film He4 à la paroi dans la phase concentrée :

$$\alpha_m = \alpha / 2 \quad R_{Km} = 2R_K$$

La condition d'un échangeur parfait est que en chaque point toute la chaleur cédée par le concentré soit prise par la phase diluée :

$$dH_c = dH_d$$

$$C_d T_c = C_d T_d$$

Au dessous de 50 mK l'He3 concentré et l'He3 dilué sont des liquides de Fermi et les capacités calorifiques sont proportionnelles à la température.

$$C_c = aT = 25T \text{ J/mole}$$

$$C_d = bT = 107T \text{ J/mole}$$

si nous écrivons

$$\Delta A = \Delta p \Delta Z, \quad \Delta p \text{ étant le périmètre effectif}$$

$$\frac{\Delta H_c}{\Delta Z} = n a T_c \frac{dT_c}{dZ} = \alpha_m \Delta p (T_c^4 - T_d^4)$$

$$b T_d^2 = a T_c^2$$

$$\alpha_m \Delta p \left[1 - \left(\frac{a}{b} \right)^2 \right] T_c^4 = n a T_c \frac{dT_c}{dZ}$$

Si on pose :

$$B = \frac{\alpha_m \Delta p \left[1 - \left(\frac{a}{b} \right)^2 \right]}{a n}$$

on en déduit :

$$BdZ = \frac{dT_c}{T_c^3}$$

En intégrant de $Z=0$, le point où l'He3 rentre dans la boîte à mélange et $Z=L$ ou L est la longueur de l'échangeur continu, on obtient :

$$2BL = T_c^{-2}(0) - T_c^{-2}(L)$$

$T_c(L)$ est la température du concentré à la sortie du bouilleur c'est à dire $0.65 < T(K) < 0.95$, $T_c^{-2}(L)$ est négligeable comparé à $T_c^{-2}(0)$, ceci signifie que l'on peut chauffer le bouilleur sans qu'il y est d'effet sur la température de sortie du concentré juste avant de rentrer dans la boîte à mélange.

$$T_c^2 = 2BL$$

$$\left[1 - \left(\frac{a}{b} \right)^2 \right] \text{ peut être négligé}$$

on obtient l'expression finale :

$$\boxed{T_c^2 = 48 R_{Km} \frac{\dot{n}_3}{A}} \quad \text{avec } R_{Km} \text{ en } K^4 m^2 / W, \dot{n}_3 \text{ moles/s, } A \text{ en } m^2$$

pour $T > 10 \text{ mK}$ $R_{Km} = 2 \cdot 10^{-2} K^4 m^2 / W$

puisque :

$$T_{bm} = 0.36 T_c$$

Nous obtenons l'expression reliant la température de la boîte à mélange aux caractéristiques de l'échangeur continu dans le cas idéal :

$$T_{bm}^2 = 6.4 R_{Km} \frac{\dot{n}}{A}$$

Dans le cas réel, la température de la boîte à mélange est donnée par la contribution de deux termes, le premier donné par l'équation (17) dans ce cas on suppose des échangeurs à surface infinie : $T_{mc} = T_c$, le deuxième est relié aux caractéristiques de l'échangeur, l'équation finale devient :

$$\boxed{T_{mc}^2 = 6.4 R_{Km} \frac{\dot{n}}{A} + 1.22 \cdot 10^{-2} \frac{\dot{Q}_{ext}}{\dot{n}}}$$

Le débit produisant la température minimum est donné par :

$$\frac{\partial T_{BM}^2}{\partial \dot{n}_3} = 0, \text{ soit :}$$

$$\dot{n}_{3opt} = \left(\frac{\dot{Q}_{ext} A}{525 R_{Km}} \right)^{\frac{1}{2}}$$

$$T_{MCopt} = 0.55 \left(\frac{\dot{Q} R_{Km}}{A} \right)^{\frac{1}{4}}$$

A.N : dans le cas d'un échangeur continu diamètre 0.3 * 0.5 mm longueur 6 m avec une perte thermique classique de 0.1 micro-watt et une résistance de Kapitza $R_{Km} = 2 \cdot 10^{-2}$ on obtient un débit optimum de 14 micro-moles / s. On comprends donc que les fortes puissances à très basses températures ne peuvent être obtenues qu'avec des très grandes surfaces d'échanges permettant de minimiser la résistance de Kapitza.

CALCUL DES ÉCHANGEURS CONTINUS

A partir de l'équation $T_{mc}^2 = 6.4 R_{Km} \frac{\dot{n}}{A} + 1.22 \cdot 10^{-2} \frac{\dot{Q}}{\dot{n}}$ (1)

nous calculons la surface d'échange totale nécessaire pour atteindre la température minimale choisie.

par exemple pour une surface infinie et $T_{MC} = 5 \text{ mK}$

par application de la relation : $T_{mc}^2 = 1.22 \cdot 10^{-2} \frac{\dot{Q}_{ext}}{\dot{n}}$ (2)

on déduit : $\frac{\dot{Q}}{\dot{n}} = 2 \cdot 10^{-3} \text{ J/mole}$

cette valeur est évidemment toujours plus faible dans le cas réel.

On peut ensuite rapidement calculer à partir de la relation (1) le rapport $\frac{A}{\dot{n}}$

en m^2/mole . dans ce cas $\frac{A}{\dot{n}} = 10^5$

La relation générale :

$$\dot{Q}_{ext} = 84 \dot{n} T_{mc}^2$$

permet pour la température désirée de calculer le débit n à partir de la perte Q_{ext} sur la boîte, par exemple 1 micro-watt à 5 mK :

$$\dot{n} = 476 \text{ micro-moles}$$

on en déduit la surface d'échangeurs nécessaire de l'ordre de 50m². Il est clair que cette surface ne peut être obtenue avec un simple échangeur continu dont la surface d'échange est de l'ordre d'une centaine de mètre carré. Il faut donc ajouter des échangeurs discrets fabriqués avec des poudres d'argent permettant de monter à des surfaces de plusieurs centaines de mètres carrés.

-10 A PROPOS DE LA RÉSISTANCE DE KAPITZA

Quelques définitions générales sur les notations :

La seule grandeur géométrique qui intervient est la surface A . D'autre part on se place dans le cas où $\Delta T \ll T$ ce qui entraîne la linéarisation des relations.

$$\dot{q} = \Delta T / R \quad \left\{ \begin{array}{l} R = \Delta T / \dot{q} : \text{résistance de surface K/W} \\ K = 1 / R : \text{conductance de surface W/K} \end{array} \right.$$

Pour éliminer le facteur géométrique A (surface) on étudie en général la quantité $A\Delta T / \dot{q}$ homogène à une résistivité souvent appelée résistance de Kapitza et notée R_K . D'où la dimension $R_K: (m^2K/W)$. D'autre part la plupart des courbes récentes sont en $R_K T^3: (m^2K^4/W)$. La raison est que beaucoup d'assemblage font intervenir des matériaux dont la résistance est phonique donc en $1/T^3$ à basses températures. Dans un processus purement phonique le flux de chaleur s'exprime par:

$$\dot{q} = \alpha A (T_c^4 - T_D^4) \quad \alpha: W/m^2K^4 \quad (26)$$

$$\alpha = f(Z_1, Z_s)$$

Z : impédance acoustique des matériaux:

$$Z = \rho v$$

$$v_s \approx 5000 \text{ m/s}, \rho_s = 9 \text{ gr/cm}^3 \text{ pour le cuivre } Z_s = 45 \cdot 10^6$$

$$v_l = 240 \text{ m/s}, \rho_l = 0.145 \text{ gr/cm}^3 \text{ pour l'Hell } Z_l = 15 \cdot 10^3$$

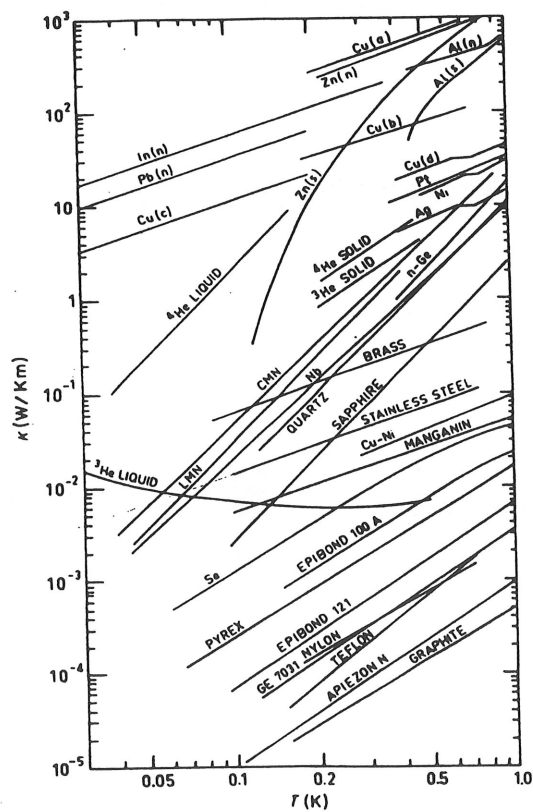
α est d'autant plus faible que le désaccord est grand

$$\Delta T \ll T \quad \dot{q} = A \Delta T / R_K \rightarrow R_K \approx 1 / 4 \alpha T^3$$

Courbes usuelles exprimées en $R_K T^3$: $K^4 m^2 / W$

La figure ...11.. donne des valeurs de la résistance de Kapitza en dessous de 1 K pour un grand nombre de matériaux usuels. (O.V Lounasmaa)

FIG 11



A l'aide de la formule
$$\dot{Q} = \frac{A \Delta T T^3}{R_K T^3} \quad (27)$$

on peut calculer les surfaces nécessaires pour transférer une puissance à l'interface. Cette puissance étant déterminé par un bilan d'enthalpie au niveau du concentré pour un ΔT donné au niveau de chaque échangeur discret.

Pour le bilan thermique dans la boîte à mélange, dans le dilué on prends l'enthalpie sur la courbe de coexistence :

$$H_{3D}^{coex} = 96 T^2$$

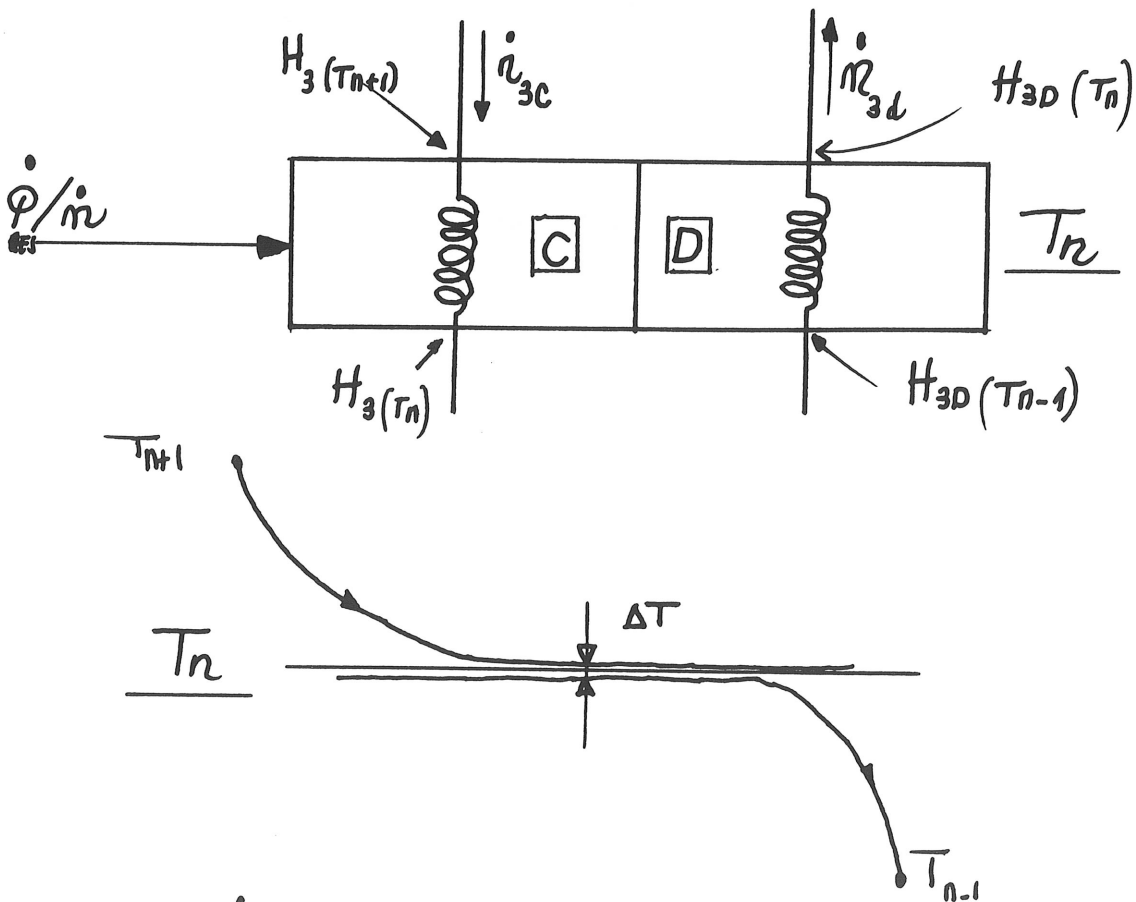
Pour le bilan thermique dans les échangeurs on prends l'enthalpie osmotique :

$$H_{3D}^{osm} = 54 T^2$$

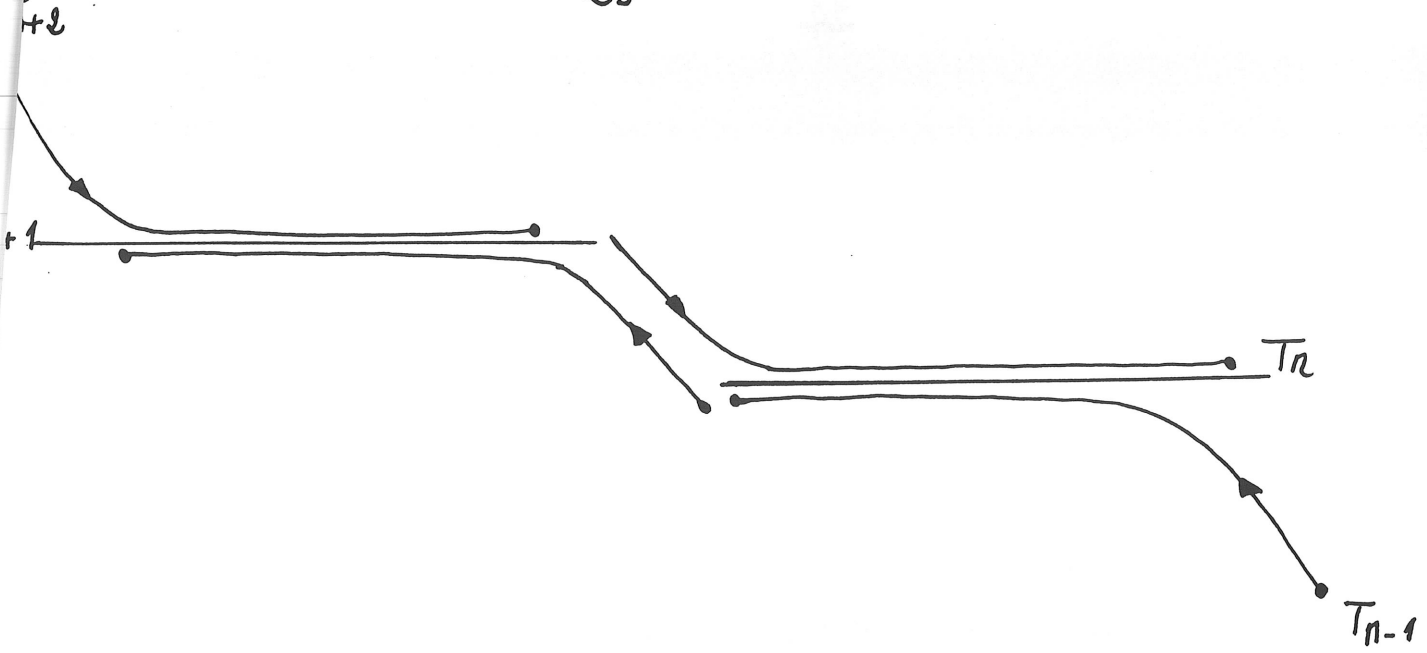
Pour le concentré dans les deux cas :

$$H_{3C} = 12 T^2$$

Bilan pour l'échangeur d'ordre n



$$\frac{\dot{Q}_{RES}}{n} + H_3(T_{n+1}) - H_3(T_n) = H_{3D}(T_n) - H_{3D}(T_{n-1})$$



Calcul de la température à l'ordre n+1

On néglige $\frac{\dot{Q}}{n}$

$$H_3(T_{n+1}) - H_3(T_n) = H_3D(T_n) - H_3D(T_{n-1})$$

$$12 (T_{(n+1)}^2 - T_n^2) = 54 (T_n^2 - T_{(n-1)}^2)$$

$$T_{(n+1)}^2 = 54 (T_n^2 - T_{n-1}^2) + 12 T_n^2$$

$$T_{n+1} = (54/12 (T_n^2 - T_{n-1}^2) + T_n^2)^{1/2}$$

On démarre de la boîte à mélange :

$$T_c = T_{mc}/0.36 \quad T_{mc} = 5 \text{ mK} \quad T_c = T_n = 14 \text{ mK}$$

$$\text{On en déduit : } T_{n+1} = 31 \text{ mK} \quad T_{n+2} = 66 \text{ mK} \quad T_{n+3} = 141 \text{ mK}$$

$$\dot{Q} = 12 \dot{n} (T_{n+1}^2 - (T_n + \Delta T_1)^2) = \frac{A}{4R_{KM}} ((T_n + \Delta T_1)^4 - T_n^4)$$

si l'on veut : $\Delta T_1 \ll T_n$ alors :

$$\dot{Q} = 12 \dot{n} (T_{n+1}^2 - T_n^2) = \frac{A \Delta T_1 T_n^3}{R_{KM}}$$

On peut ainsi calculer la surface pour un ΔT_1 donné au niveau de chaque échangeur discret.

$$R_{KT}^3 = 0.01 \text{ (K}^4\text{m}^2\text{/W)}$$

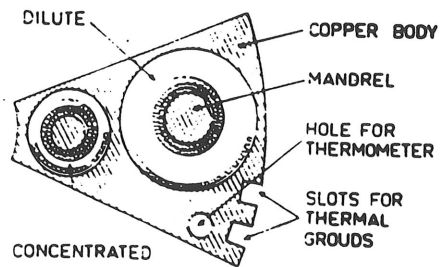
$$Q = 12 n (T_i^2 - T_f^2) = n (H_{3i} - H_{3f}) \quad (28)$$

Débit	T _{initial}	T _{final}	Puissance	Surface	ΔT (mK)
100μmole/s	0.5 K	0.2 K	0.25 mW	2.5 cm ²	8
100μmole/s	50 mK	20 mK	2.5 μW	250 cm ²	15
100μmole/s	20 mK	10 mK	0.36 μW	0.7 m ²	0.6

Échangeurs discrets

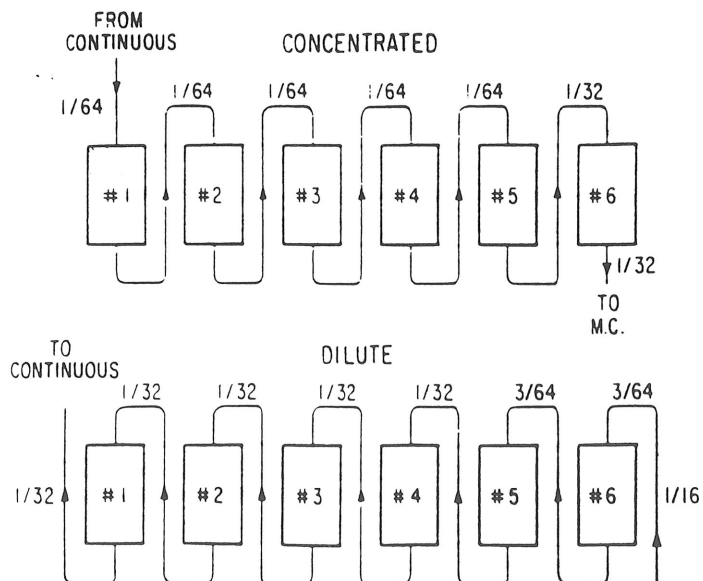
On constate par ce simple calcul d'ordre de grandeur qu'à très basses températures les surfaces pour assurer le transfert deviennent très grandes. En dessous de 20mK des surfaces de plusieurs m² sont nécessaires. Les échangeurs continus ne sont plus efficaces. Les premiers échangeurs discrets furent construits à l'aide de feuilles de cuivre gaufrées de 0.032mm d'épaisseur. Une surface de l'ordre de 0.1 m² est ainsi obtenu. La figure ci-dessous montre la section de l'échangeur dont le corps est en cuivre.

FIG 12



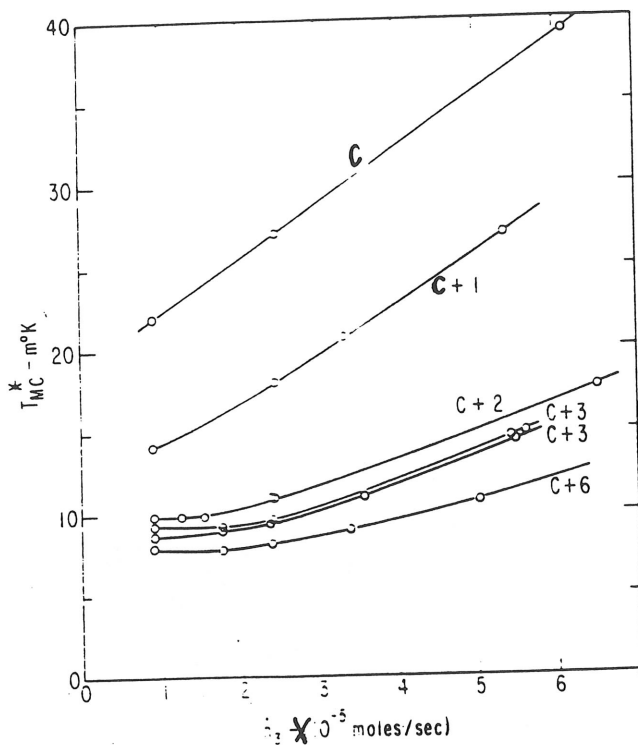
Ainsi que le schéma d'interconnexion pour 6 échangeurs

FIG 13



La figure ci-dessous montre la dépendance en température de la boîte à mélange en fonction du nombre d'échangeurs et du débit dans le cas des échangeurs à feuilles de cuivre gaufrées. La courbe C est pour un simple échangeur continu.

FIG 14



Pour obtenir des surfaces supérieures à 1 m^2 on utilise les poudres de cuivre ainsi que les poudres d'argent frittées. Le tableau ci-dessous donne les caractéristiques de quelques poudres d'argent commerciales.

	Sample	$v_m, \text{cm}^3 \text{ (STP) g}^{-1}$	$s, \text{m}^2 \text{ g}^{-1}$	C_{BET}
French powder pressed	FO	0.35	1.3	13
	F(160)	0.18	0.66	6
Japanese 700Å pressed pressed pressed pressed	J70	0.508	1.88	29
	J7C	0.453	1.67	25.5
	J7(160)	0.416	1.54	14
	J7(200)	0.456	1.69	14
	J7(230)	0.386	1.42	21
	J7(265)	0.317	1.17	25
Japanese powder 700Å (per bottle)	J7A0	0.295	1.09	24
Japanese powder 400Å	J40	0.691	2.56	37

Tableau 2

ECHANGEUR DISCRET

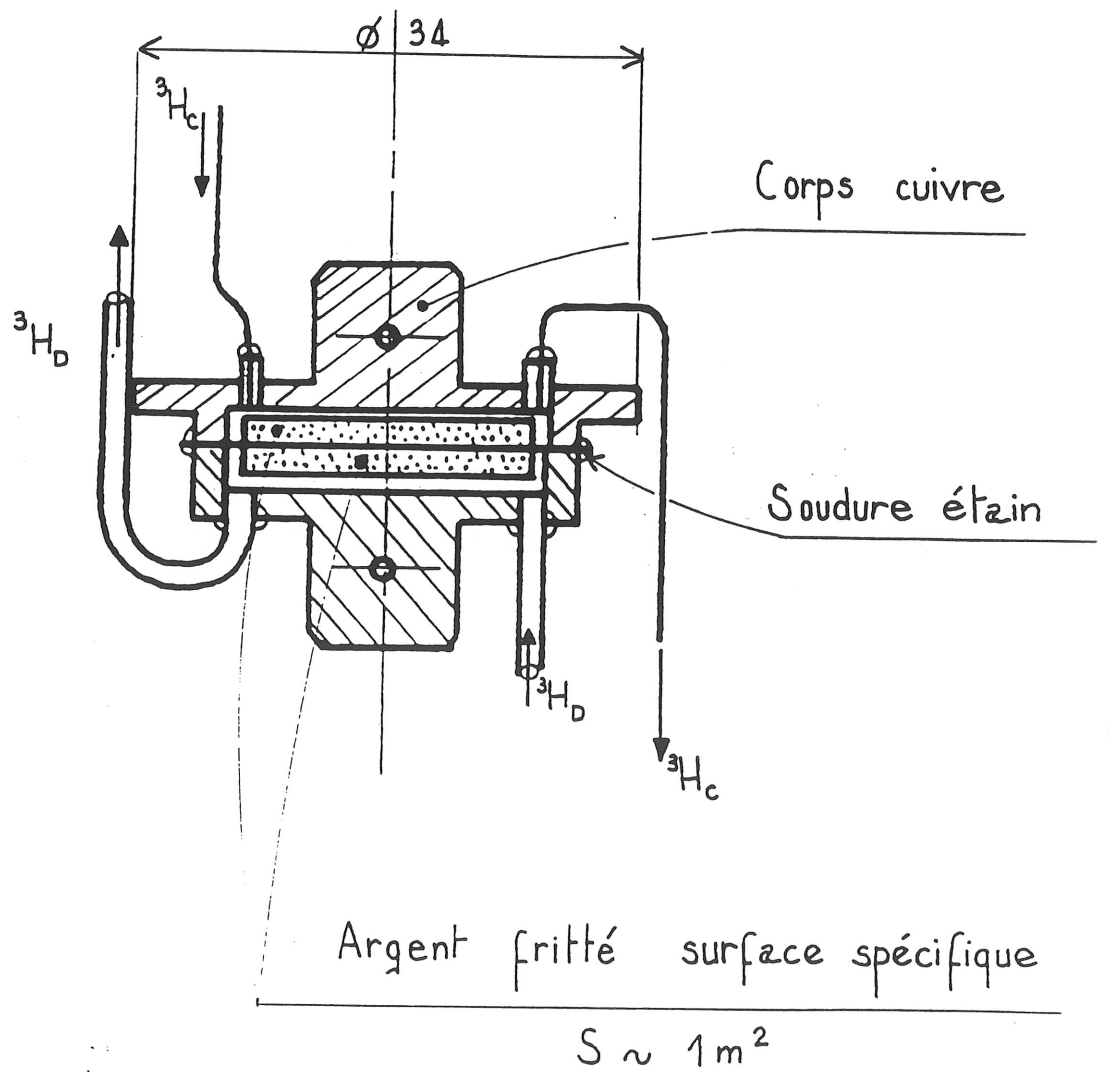


FIG 18

Echelle ~ 2

La quantité d'argent est frittée avec une densité de l'ordre de 0.5 sur une feuille d'argent de 0.1 à 0.2mm d'épaisseur. L'épaisseur du fritté n'excède pas 2mm. La poudre peut aussi être déposée sur une feuille de Cu.Ni 80/20 d'épaisseur comparable. L'opération de frittage s'effectue à une température de l'ordre de 250°C sous atmosphère d'Hydrogène. La poudre la plus classique et la moins cher est la XRP1/XRP5 commercialisé par Lyon-Allemand. Les boîtes sont construites en cuivre massif ou embouties dans de la tôle de cupro-nickel épaisseur 0.3 à 0.5 mm. Une température trop élevée de frittage où une surchauffe des boîte lors de la soudure (350°C) provoque un surfrittage de la poudre entraînant une diminution de la surface d'échange. Avec de telles poudres une surface de 0.5 m²/g est obtenue. Sur la photo du haut : réfrigérateur avec deux échangeurs discrets 2.5 gr d'argent par coté (1.25m²). Réfrigérateur du bas : 4 échangeurs discrets 4 gr d'argent par coté (2m²) T_{mini} 7 à 8 mK

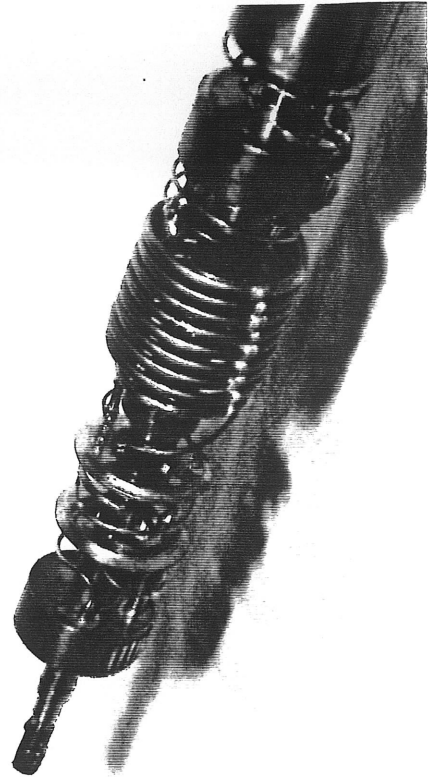


FIG 15

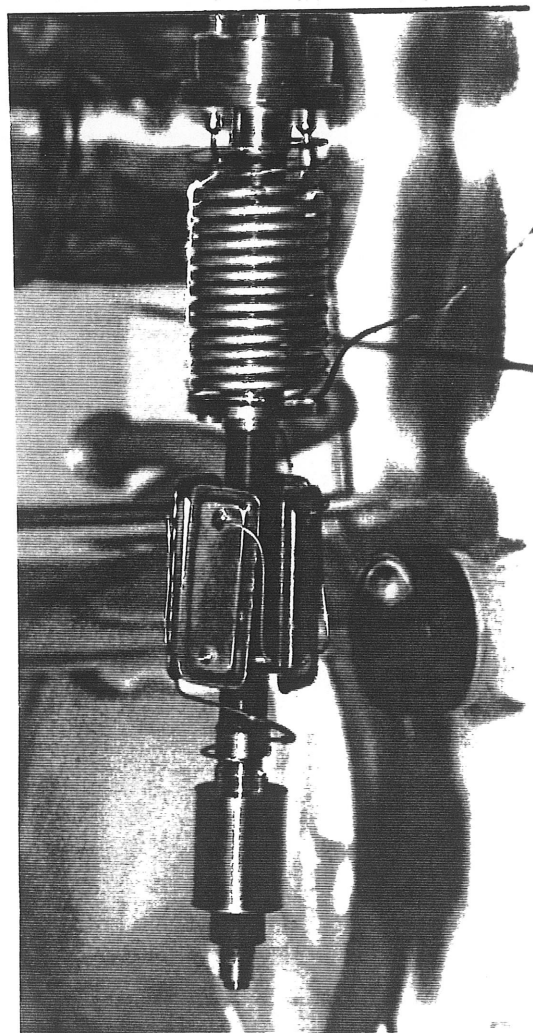
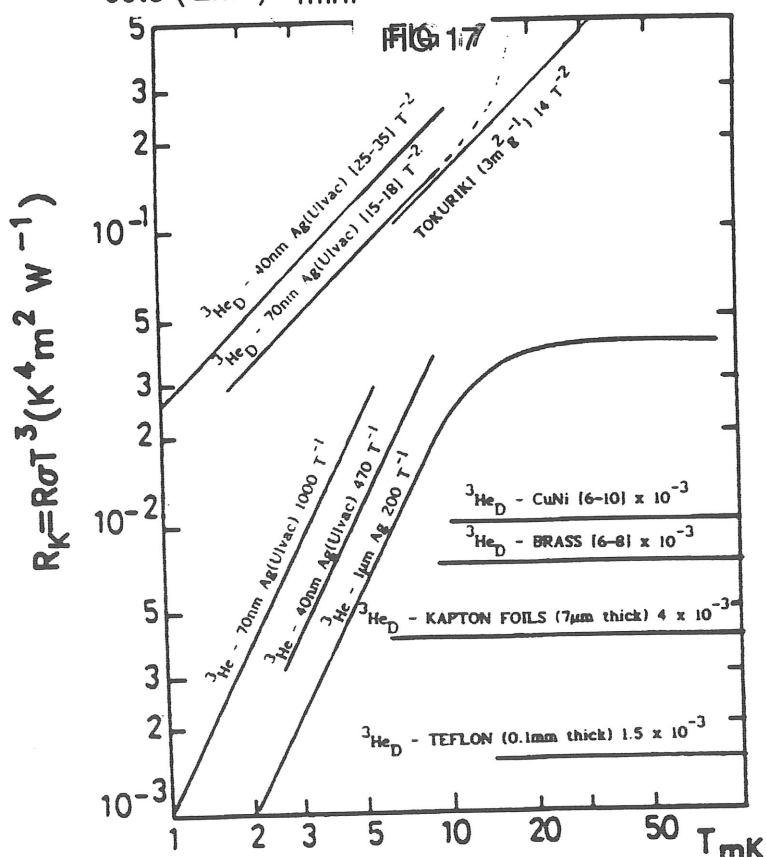


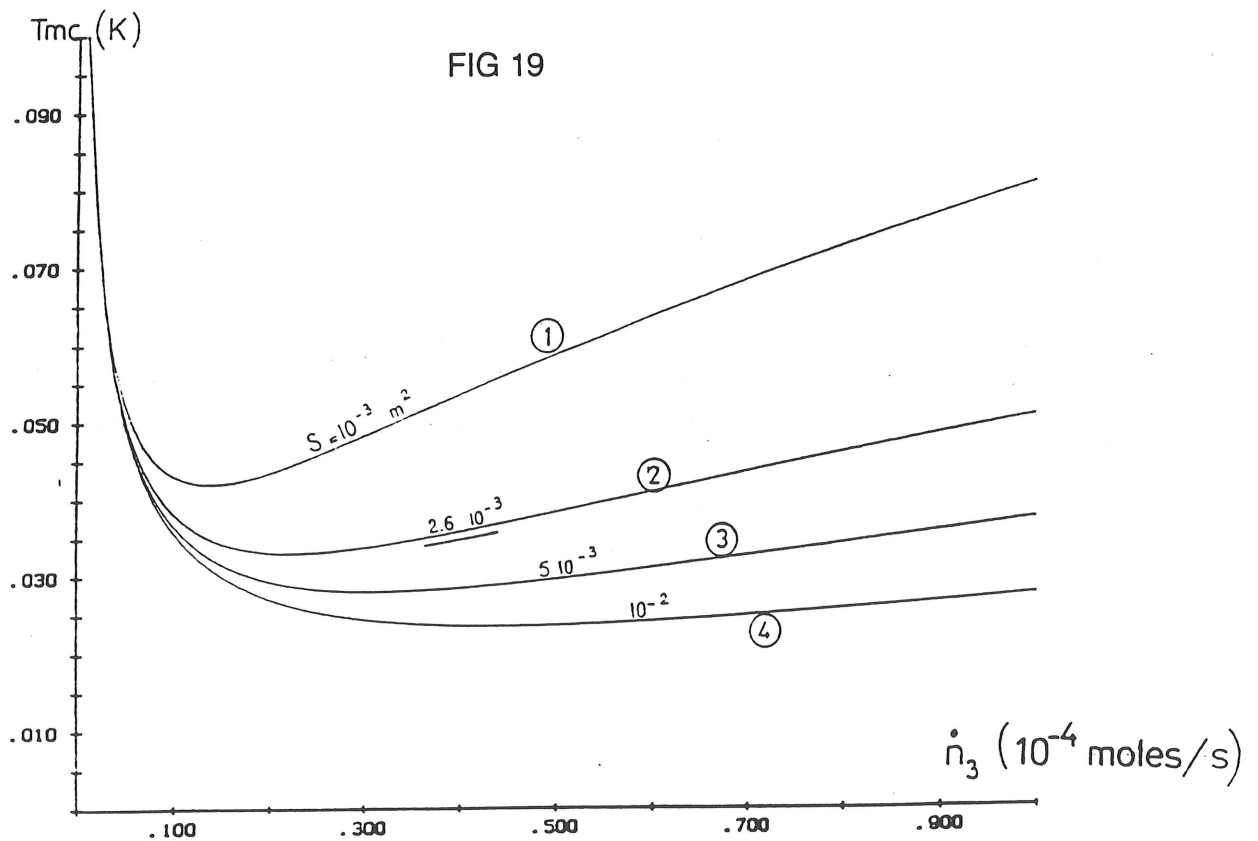
FIG 16

-11 LES ENTRÉES DE CHALEUR

L'expression (25) que nous rappelons

$$T_{mc}^2 = 6.4 R K_m \dot{n} / A + 1.22 \cdot 10^{-2} \dot{Q}_{ext} / \dot{n}$$

permet le calcul de la surface d'échange nécessaire pour atteindre une température minimum T_{mc} pour un débit d' ^3He donné. Cette expression illustré par la figure..19. montre qu'à très faible débit le deuxième terme est dominant, c'est à dire que les pertes extérieures imposent la température, par contre à débit plus élevé l'échangeur ne suit plus et l' ^3He injecté rentre trop chaud dans la boîte à mélange, c'est à dire que la surface d'échange est insuffisante.



mais comme nous l'avons vu précédemment cette expression est valable dans le cas d'un échangeur parfait, c'est à dire, outre le fait que le transfert d'enthalpie est total, on néglige aussi l'effet de l'échauffement par viscosité et par conduction thermique soit :

$$\dot{Q}_{ech} \ll \dot{Q}_{visq} + \dot{Q}_{cond}$$

Dans le cas réel, notamment à très basse température ($T < 10$ mK) la chaleur apporté par conduction et par viscosité n'est plus négligeable. Nous pouvons mesurer \dot{Q}_{ext} à l'aide de l'expression (5) lorsque le réfrigérateur atteint l'équilibre en température :

$$\dot{Q}_{ext} = \dot{n}_3 (96 T_{mc}^2 - 12 T_c^2) \quad (16)$$

\dot{Q}_{ext} peut être divisé en deux termes :

$$\dot{Q}_{ext} = \dot{Q}_{res} + \dot{Q}(n) \quad (30)$$

\dot{Q}_{res} : Entrée de chaleur résiduelle provenant des apports de chaleurs extérieurs tels que:

- 1/ Conduction dans les supports et dans les tubes
- 2/ Rayonnement thermique
- 3/ Vibrations
- 4/ Gas d'échange résiduel

- 1/ Conduction dans les supports et dans les tubes

Entre 4K et 1K les matériaux métalliques types Inox dont la variation est en T sont intéressants à utiliser, car très facile à assembler et conduisant peu la chaleur. Exemple de calcul : un tube d'inox de 6mm de diamètre, épaisseur 0.5mm dont la conductivité vaut :

$$K(T) = 0.2 T \text{ (w / m K)} \quad \text{pour} \quad 0.05 < T < 4 \text{ K}$$

$$\dot{Q}_C = 0.2 (A / L) / 2 (T_c^2 - T_f^2) \quad (31)$$

$$T_c = T \text{ chaud}, \quad T_f = T \text{ froid}$$

soit après calcul : $Q_C = 1.5$ mW / cm. Ce qui peut parfaitement être absorbé sans élévation de température par un pot à 1 K.

Pour $T < 1$ K les matériaux isolants sont préférables aux métaux car ils ont une conductivité thermique plus faible (variation en T^2 voir T^3 pour les isolants purs).

Tous les matériaux d'utilisation courante sont rassemblés en annexe.

-2/ Rayonnement thermique

Les pertes par rayonnement en provenance de l'enceinte à 4.2 K ne sont pas à négliger dans le cas où des températures inférieures à 15mK sont attendues. Pour deux enceintes concentriques de surfaces S_1 et S_2 , l'expression du flux de chaleur échangé s'écrit:

$$W_R = \frac{S_1 C_0 (T_2^4 - T_1^4)}{\frac{1}{\epsilon_1} + \frac{S_1}{S_2} \left(\frac{1}{\epsilon_2} - 1 \right)} \quad (32)$$

En général les deux surfaces sont très proches et le coefficient d'émissivité thermique de l'enceinte à 4.2 K est voisin de 1 (corps noir). L'expression (32) se simplifie.

$$W_R = S_1 C_0 \overline{\epsilon_1} (T_1^4 - T_2^4) \quad (33)$$

C_0 : constante de Boltzman, $C_0 = 5.7 \cdot 10^{-8} \text{ W/m}^2 \text{ K}^4$

ϵ_1 : coefficient d'émissivité thermique

Le coefficient d'émissivité thermique peut être réduit par un traitement des surfaces froides (polissage + dorure), dans ces conditions $\epsilon_1 = \text{qqc } 10^{-2}$.

Exemple de calcul pour un écran non poli refroidit vers 10mK de surface 200 cm^2 regardant une enceinte à 4.2 K :

$$W_R = 0.3 \mu\text{W}$$

Ce qui est de l'ordre de la puissance du réfrigérateur à 10 mK pour un débit de $50 \mu\text{moles/s}$ dans le cas échangeurs parfaits $T_d = T_c$:

$$\dot{Q} = 84 \text{ n T}^2 = 0.42 \mu\text{W}$$

Pour diminuer la puissance parasite, la solution consiste à interposer un écran à 1 K. La puissance parasite par rayonnement devient :

$$W_R = 1.2 \text{ nW}$$

Le fait de traiter la surface diminue encore la puissance échangé. Il est donc possible quelque soit la température de dilution de rendre négligeable le rayonnement thermique à basses températures en provenance de l'enceinte à 4.2K

-3/ Vibrations mécaniques

partie extraite de " Bruits et environnement ": exposé donné à l'école de Lalonde les Maures en 1992 sur la Détection de rayonnements aux très basses températures par Henri.Godfrin

Certaines expériences à basse température sont très sensibles aux vibrations. Celles-ci perturbent le système de mesure soit par chauffage (conversion directe en chaleur), soit par microphonisme (perturbation des mesures électriques ainsi que, éventuellement, chauffage par les courants de bruit). Il est donc important, en premier lieu, d'étudier l'environnement acoustique avant d'implanter un système de mesure; ensuite, éviter d'introduire des éléments susceptibles d'introduire des vibrations; puis finalement, construire le système en respectant des règles simples qui permettent de limiter la conduction des vibrations jusqu'au système expérimental et d'éviter les résonances du système à des fréquences "dangereuses".

- a) Causes:
- vibration des bâtiments (vent, circulation de véhicules, machines)
 - vibration des pompes à vide couplées au système cryogénique.
 - bruit acoustique des pompes, ventilateurs...
 - canalisations d'eau
 - ébullition de l'azote et de l'hélium du cryostat

Le couplage entre les sources de vibration et le système de mesure a lieu, en général, par conduction des ondes acoustiques dans les milieux solides (canalisations de pompage, supports du cryostat...); la propagation par l'air est souvent importante à basses fréquences.

Les fréquences caractéristiques des vibrations mécaniques vont de quelques Hz (vibration des bâtiments) jusqu'à quelques dizaines de KHz. En pratique, les vibrations de haute fréquence sont atténuées plus facilement.

Les vibrations sont souvent amplifiées par des effets de résonance: barres solides, lignes de pompage, enceintes, plaques peuvent avoir des amplitudes d'oscillation importantes à leurs fréquences propres lorsqu'elles sont soumises à un spectre de vibrations.

b) Protection contre les vibrations par découplage:

Les ondes sonores se propageant par l'air n'engendrent des perturbations remarquables que dans certains cas extrêmes (réception résonnante par le système de mesure). Il suffit alors d'interposer entre la source et le système de mesure des écrans formés par des couches successives de plomb et de polystyrène expansé, par exemple, pour obtenir une forte atténuation sonore.

Les vibrations transmises par le sol et les lignes de pompage, par contre, peuvent donner lieu à des puissances de l'ordre de mWatts dissipées dans le système cryogénique par la déformation périodique des matériaux (en général, celle des supports en matière plastique isolant thermiquement les diverses parties du réfrigérateur).

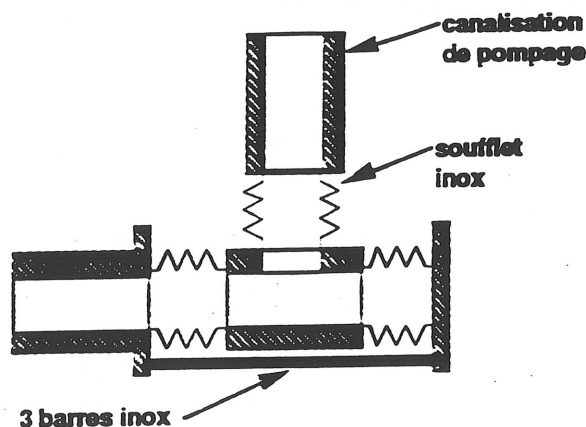
On utilise en général un support anti-vibratoire pour isoler le cryostat des perturbations acoustiques conduites par le sol. Le principe est celui d'une masse importante (en général un bloc en béton de 100 Kg à une tonne) supportée par des ressorts de faible raideur et comportant un mécanisme d'amortissement. Ce système est l'analogue d'un filtre passe-bas; sa fréquence propre f_0 doit être très inférieure à celle des vibrations perturbatrices (autour de la fréquence propre, ce système amplifie l'effet des vibrations!). On utilise souvent des supports commerciaux en caoutchouc (Firestone, Pirelli, Isolair). Leur fréquence propre est en pratique de l'ordre de 1 à 3 Hz. Des valeurs inférieures seraient souhaitables, mais difficiles à obtenir; des systèmes de soufflets métalliques très souples permettent d'atteindre des fréquences de environ 0.1 Hz.

Dans des situations peu critiques, il suffira d'utiliser une masse importante sur un support ne conduisant pas les vibrations (polystyrène expansé, Gipsol, etc...).

Le bloc antivibratoire est d'autant plus efficace que le rapport entre la fréquence perturbatrice et la fréquence propre est élevé: le pourcentage de transmission est donné par la formule $T = 100\% / ((f/f_0)^2 - 1)$. Les vibrations de haute fréquence présentes dans les systèmes cryogéniques isolés ne proviennent donc pas du sol. Elles proviennent en fait des pompes, qui sont de puissants générateurs de vibrations conduites jusqu'au cryostat par les lignes de pompage.

Le découplage entre les pompes et le système expérimental est indispensable. Parfois une méthode simple peut être appliquée: la ligne de pompage est constituée par un soufflet souple bloqué sur une fraction de sa longueur dans un bac lesté et rempli de sable, puis d'un tuyau en caoutchouc à vide jusqu'au cryostat. On atténue ainsi les hautes et les basses fréquences; il convient de couder la ligne pour affecter les vibrations longitudinales et transverses.

Pour des lignes de diamètre important, donc très rigides, on a recours à des systèmes de découplage plus complexes utilisant des soufflets souples et courts, assemblés en forme de T ou de croix.



∴ système de découplage antivibratoire pour les canalisations de pompage;

c) Construction anti-vibratoire

Le problème de découplage des vibrations est en général raisonnablement résolu sur les montages expérimentaux. Par contre, il subsiste souvent de graves problèmes dus à la conception du cryostat de mesure: celui-ci amplifie les vibrations! Il n'est pas rare de voir des cryostats où des éléments vibrent manifestement; en fait, des vibrations d'amplitude submicronique suffisent parfois pour rendre un système inutilisable. Des règles simples permettent d'éviter les erreurs les plus courantes.

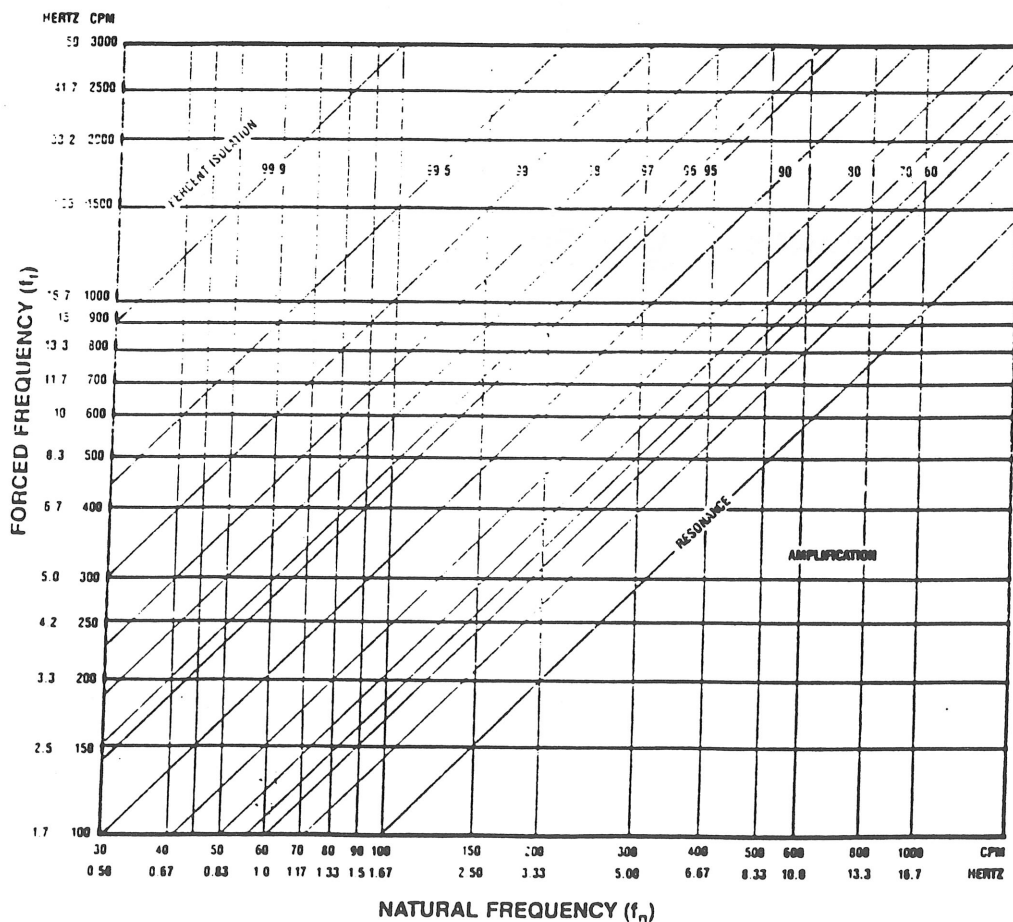
- Ne pas suspendre dans le cryostat des masses importantes à des supports de faible raideur: en particulier, éviter de créer un "pendule" de fréquence comparable à celle du support anti-vibratoire.
- Construire un système très rigide, en particulier ne pas utiliser des éléments de trop faible section pouvant se déformer facilement.
- Adopter une construction "pyramidale": à partir du point de suspension, les éléments seront de plus en plus légers et rigides.
- Attacher, fixer, coller tout élément susceptible de vibrer. En particulier, les lignes coaxiales, fils de mesure et tubes capillaires sont loin d'être inoffensifs, car leur amplitude de vibration peut devenir remarquable.

Ainsi, les éléments les plus sensibles seront protégés par filtrage par les éléments précédents. Parfois on adopte une philosophie de construction opposée (par exemple, on suspend un échantillon par des fils de coton ou de nylon de manière très souple; dans ce cas, les résultats sont imprévisibles, et très dépendants du spectre des vibrations. Ce type de montage a en général pour conséquence un travail de nuit, ou pendant les week-ends, des conditions en général peu recherchées lorsque l'on effectue soi-même les mesures.

L'ébullition de l'azote liquide du cryostat est en général une source de bruit important. Il convient d'utiliser des cryostats superisolés (donc sans azote liquide), en particulier lorsque l'on se sert de détecteurs très sensibles ou si l'on effectue des mesures sous champ magnétique. L'ébullition de l'hélium a des effets de bien moindre importance; les bruits d'ébullition disparaissent lorsque l'hélium est superfluide.

AIRMOUNT VIBRATION ISOLATION

ISOLATION CHART



Isolation antivibratoire par des isolateurs pneumatiques Airmount FIRESTONE.

-4/ Gaz d'échange résiduel

Le démarrage de la condensation dans un réfrigérateur à dilution s'opère depuis 4.2 K. Il est donc nécessaire d'introduire une certaine quantité de gaz d'échange dans le calorimètre pour prérefroidir l'étage à dilution jusqu'à 4.2 K. La quantité de gaz nécessaire se définit en posant que les échanges thermiques à 4.2 K doivent s'opérer en régime laminaire, c'est à dire lorsque le libre parcours moyen $l_p \ll$ que la distance inter-paroi. Le libre parcours moyen se définit simplement par la relation:

$$l_p = 6.53 \eta(T) (T/M)^{1/2} / P \quad (34)$$

l_p : libre parcours moyen en cm
 $\eta(T)$: Viscosité du gaz en Poise
 T : Température en Kelvin
 M : Masse molaire en gr / mole
 P : Pression en mbars

Un libre parcours moyen de 0.1 mm à 4.2 K est un bon ordre de grandeur pour assurer un contact thermique efficace. La pression équivalente se calcule simplement à l'aide de la formule (34). Soit $P = 10^{-2}$ mb, ce qui équivaut à une pression à la température ambiante :

$$P_{amb} = 10^{-2} * 300/4 = 8 \cdot 10^{-1} \text{ mb}$$

Le gaz froid doit ensuite être pompé à 4.2 K suffisamment longtemps pour permettre au gaz résiduel de se cryopompé en monocouche sur la surface la plus froide, de façon à éviter toute mobilité d'un film liquide superfluide en équilibre avec sa vapeur saturante, celle-ci entraînant des pertes supplémentaires par conduction gazeuse en régime moléculaire. Nous allons estimer la quantité d' ^4He cryopompé par monocouche par cm^2 de surface froide:

Calcul du diamètre approximatif de la molécule d' ^4He :
 connaissant le volume molaire de l' ^4He = $27.5 \text{ cm}^3 / \text{mole}$: $v = 27.5 / 6 \cdot 10^{23}$

$$\text{soit } \Phi = 4 \cdot 10^{-10} \text{ m}$$

$$\text{soit } 4 \cdot 10^{-8} \text{ cm}$$

$$\frac{1}{16 \cdot 10^{-16}} = 8 \cdot 10^{14} \text{ at}$$

$4.6 \cdot 10^{-23} \text{ cm}^3 / \text{at}$

Le nombre d'atomes piégés par cm^2 sera donc de : $8 \cdot 10^{14}$ atomes
 soit en moles : $1.3 \cdot 10^{-3} \mu\text{moles} / \text{cm}^2$.

Calculons la pression correspondante de cette fraction molaire avant piégeage sur la surface froide, pour un volume de vide d'isolement de 100 cm^3

$$P = n \frac{T}{T_N} \frac{V_N}{V} P_N \quad \text{soit } P = 4/100 \cdot 8 \cdot 10^{-9} \cdot 1000 \cdot 22400/300$$

$$\text{soit } P = 2.4 \cdot 10^{-5} \text{ mb.}$$

Cette pression résiduelle peut être obtenue après au moins 1 heure de pompage à 4.2 K à l'aide d'une bonne pompe secondaire, car à cette température le gaz est très dense et la conductance en régime moléculaire dans le tube de pompage est très faible. Le montage d'un écran thermique d'une centaine de cm^2 à la plus basse température permettra d'augmenter dans le même ordre de grandeur la pression de gaz résiduel susceptible d'être cryopompé en monocouche. Si cet écran est correctement traité la perte radiative sera négligeable.

Pour les mesures effectuées à l'extérieure de la boîte à mélange en dessous de 30 mK, cet écran est indispensable.

On voit donc que Q_{res} peut être rendu aussi faible que possible. Les vibrations mécaniques étant le point le plus délicat.

Le terme Q_{η} est l'apport de chaleur par conduction et par viscosité. Ces pertes deviennent importantes en dessous de 10 mK du fait en partie de la dépendance en $1/T^2$ de la viscosité et en $1/T$ de la conductivité (Fermi) Il se décompose donc en deux termes :

$$Q_{\eta} = Q_{\text{cond}} + Q_{\text{visc}}$$

1/ Effet de la conduction thermique Q_{cond}

En écrivant que la chaleur fournie par le fluide est absorbée par la chaleur spécifique du liquide, on obtient pour un tube de diamètre D et de longueur élémentaire dL :

$$\frac{\pi D^2}{4} \frac{d(K \frac{dT}{dL})}{dL} = n C \frac{dT}{dL}$$

De cette équation, dont la solution est exponentielle, on peut déduire une longueur caractéristique L_0 :

$$L_0 = \frac{\pi D^2 K}{4 n C} \quad (35)$$

Les pertes par conduction seront faibles tant que la longueur du tube sera grande par rapport à cette longueur caractéristique L_0 .
 Nous avons calculé cette longueur L_0 pour différentes températures, pour un débit de 100 micro-moles/s et un diamètre de tube de 5mm.

T(mK)	L_0 (mm)
2	110
5	17
10	6
20	1
100	0.5

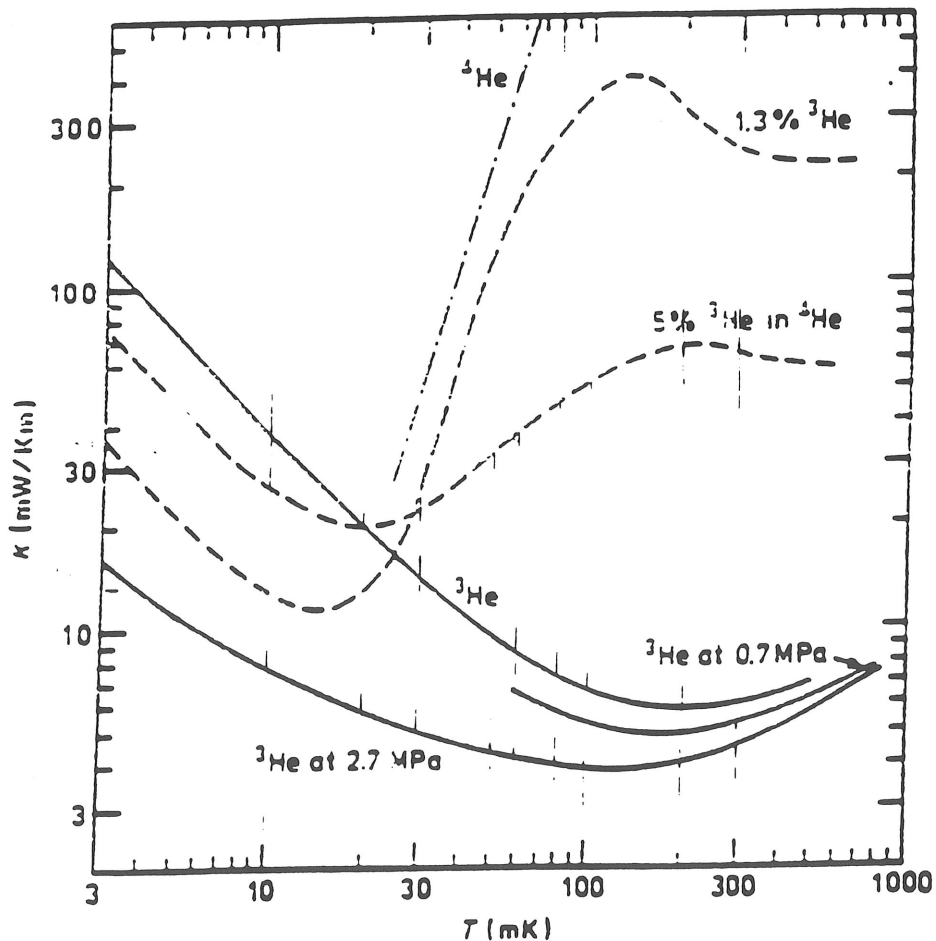
Au dessus de 20mK les pertes deviennent négligeables.

$$\text{Conduction thermique } K: \begin{cases} T < 30\text{mK} & 2.4 \cdot 10^{-4} T^{-1} & \text{W/m K} \\ T > 100\text{mK} & 0.3 T & \text{W/m K} \end{cases}$$

$$\text{Chaleur spécifique } C: \longrightarrow 107 T \quad \text{J/mole K}$$

La figure ci-dessous donne la conductibilité thermique de l' ^3He pur et du dilué pour différentes concentrations en ^3He .

FIG 21



2/ Effet de la viscosité \dot{Q}_{visc}

L'effet de la viscosité sera de chauffer le mélange indépendamment du point chaud. Dans ce cas, on est toujours en présence d'un gradient thermique à l'origine et donc d'une amenée de chaleur au point froid. La puissance dissipée par viscosité s'exprime par:

$$\dot{Q}_{\text{visc}} = Z \eta(T) V_M^2 \dot{n}^2 \quad (36)$$

où Z est le facteur d'impédance

$$Z = 128 L / \pi d^4$$

pour un tube rond de longueur L et de diamètre d

$$Z = 12 L / a b^3 \quad (37)$$

pour un canal rectangulaire de largeur a et d'épaisseur b. V_M est le volume molaire de l' ^3He , dans la phase concentrée $V_C = 36.8 \text{ cm}^3/\text{mole}$. Dans la phase diluée à 6.4%, $V_D = 430 \text{ cm}^3/\text{mole}$.

Exemple : Pour donner un ordre de grandeur nous faisons un calcul de perte par viscosité et par conduction pour un tube de dilué de 1.5 mm de diamètre et de 20 mm de long situé entre la boîte à mélange à 10 mK et le premier échangeur discret à 28 mK, débit de 100 $\mu\text{moles} / \text{s}$.

à 10mK La viscosité du dilué vaut : $\eta = 5 \cdot 10^{-4} \text{ Poiseuille}$

La conduction thermique vaut : $K = 3 \cdot 10^{-2} \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$

$$\dot{Q}_T = \dot{Q}_{\text{visc}} + \dot{Q}_{\text{cond}}$$

$$\dot{Q}_T = \frac{1}{L} \frac{\pi d^2}{4} K_{(T)} \Delta T + Z \eta_{(T)} V_M^2 \dot{n}^2$$

Tout calculs effectués on trouve une valeur $\dot{Q}_T = 0.19 \mu\text{W}$. Cette valeur peut être comparé aux $0.42 \mu\text{W}$ de la puissance théorique d'un réfrigérateur circulant $100 \mu\text{moles/s}$ à 10 mK. Cette valeur est donc loin d'être négligeable. On comprends que pour des températures plus basses et des débits plus importants les pertes par viscosité deviennent le principal facteur limitatif.

Pour minimiser les pertes par conduction et par viscosité on peut chercher le diamètre optimum sous la forme :

$$\frac{\partial}{\partial d} (\dot{Q}_{\text{cond}} + \dot{Q}_{\text{visc}}) = 0$$

$$\dot{Q}_{\text{cond}} + \dot{Q}_{\text{visc}} = b d^2 + a / d^4$$

$$\frac{\partial}{\partial d} (b d^2 + a d^{-4}) = 0 \rightarrow d = \sqrt[6]{\frac{2a}{b}}$$

$$\eta = \eta_c / T^2$$

en posant :

$$K = K_c / T$$

on trouve comme diamètre optimum pour les deux phases :

1/ côté concentré :

$$d_{\text{opt}_c} = \left[\frac{104 \bar{\eta}_c l^2 n^2 V_{mc}^2}{\bar{K}_c T \Delta T} \right]^{1/6}$$

On peut obtenir une valeur indépendante de ΔT en remarquant que ΔT est de l'ordre de $T/2$

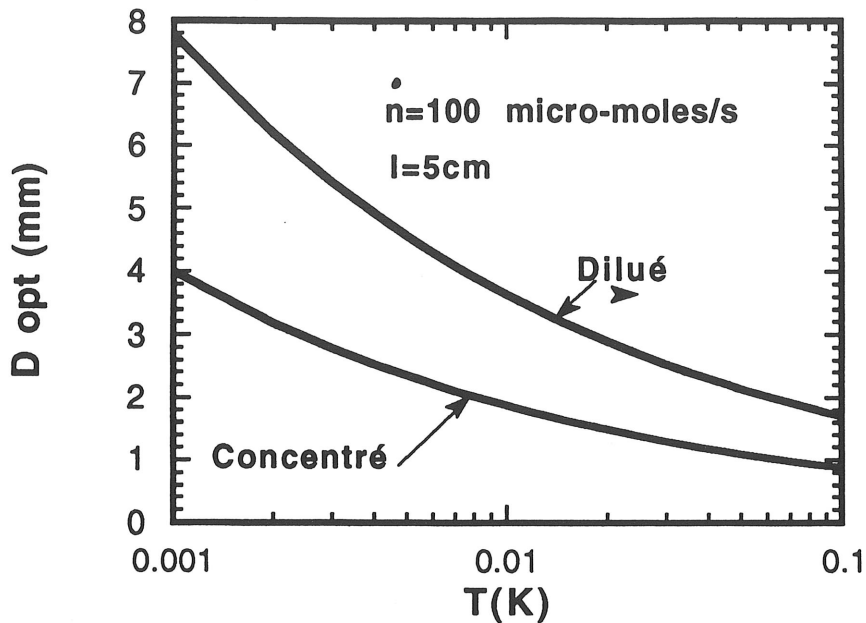
on obtient :

$$d_{\text{opt}_c} = \left[\frac{208 \bar{\eta}_c l^2 n^2 V_c^2}{\bar{K}_c T^2} \right]^{1/6} = 2.3010^{-2} \left[\frac{l \dot{n}}{T} \right]^{1/3}$$

Une expression analogue est obtenue côté dilué :

$$d_{\text{opt}_d} = \left[\frac{208 \bar{\eta}_d l^2 n^2 V_d^2}{\bar{K}_d T^2} \right]^{1/6} = 4.4710^{-2} \left[\frac{l \dot{n}}{T} \right]^{1/3}$$

d_{opt} en mètre, l en mètre, T en Kelvin, \dot{n} en moles s^{-1}



Limite intrinsèque. On peut trouver une limite intrinsèque de la température qui ne dépend que du diamètre en posant que la chaleur dissipé par viscosité est absorbé par l'enthalpie du fluide:

$$Z \eta(T) V_M^2 \dot{n}^2 = n C dT \quad (38)$$

la chaleur au point froid est donnée par la conduction thermique:

$$\frac{\pi d^2}{4} K \frac{dT}{dL} = 32K \frac{\eta V_m^2 \dot{n}}{d^2 C}$$

En écrivant que cette puissance est inférieure à la puissance théorique d'un réfrigérateur $\dot{Q} = 84 \dot{n} T^2$ et en remplaçant conduction, viscosité et chaleur spécifique par leurs expressions on obtient la limite :

$$T > 5 \cdot 10^{-3} D^{-1/3}$$

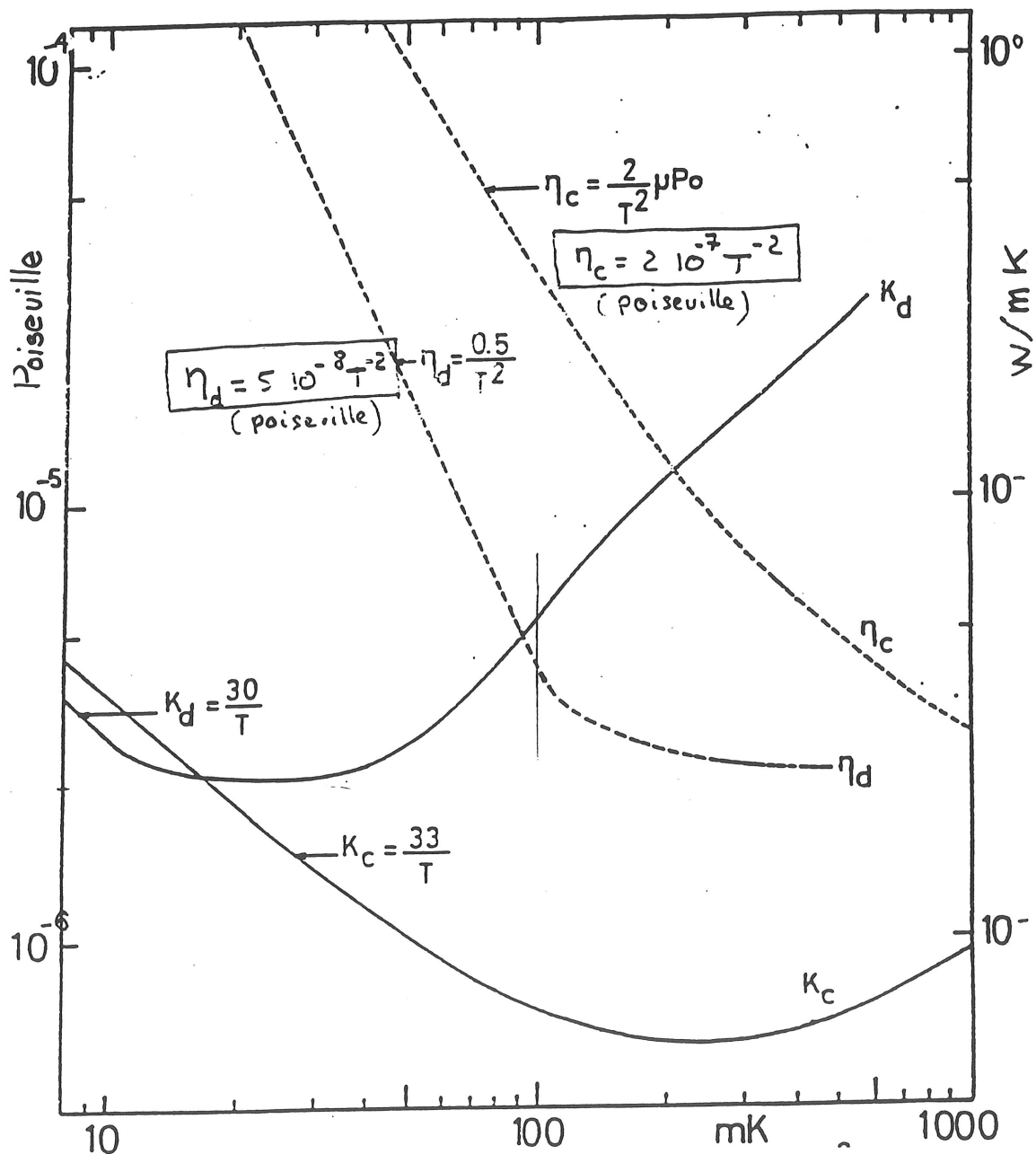
D en mm

(39)

Conclusion :

Les pertes par conduction et viscosité ne deviennent importantes qu'aux très basses températures, toutefois il est toujours possible de minimiser Q_{visc} proportionnel à LD^{-4} et Q_{cond} proportionnel à D^2L^{-1} en augmentant le diamètre D et la longueur L , la limite étant le volume de liquide et donc l'espace disponible dans le calorimètre.

FIG 22



-12 BOUILLEUR

Son rôle est de distiller sans perte de charge, sous basse pression l'³He de façon à le réinjecté le plus pur possible dans le cryostat.

En considérant le mélange ³He - ⁴He parfait, la pression de vapeur totale P s'écrit :

$$P = P_3 + (1-X) P_0^4 \quad (\text{Raoult}) \quad (40)$$

On à affaire à une solution d'³He diluée à 1%. L'équation (40) s'écrit :

$$P = P_3 + P_0^4 \quad (41)$$

P_3 = Pression de vapeur partielle de l'³He en solution dans l'⁴He

P_0^4 = Pression de vapeur de l'⁴He pur

P_3 à pour expression :

$$P_3 = 2.69 \cdot 10^{-2} (\Pi_M - P_F) \exp(-2.78/T_S) \quad \text{Pa} \quad (42)$$

Pour $T < 50 \text{ mK}$ $P_F \ll \Pi_M$

$$P_3 = 60 \exp(-2.78/T_S) \quad \text{Pa} \quad (43)$$

Le tableau 1 rassemble des valeurs de tension de vapeur, concentration liquide et vapeur dans le distillateur en fonction de la température de dilution et d'évaporation. On constate, par exemple qu'une température d'évaporation de 0.8K n'engendre que 8% de vapeur ⁴He. La pression de pompage est voisine de 0.2 mb.

Dans les systèmes classiques l'³He injecté dans le cryostat est liquéfié dans le pot à 1 K. Le liquide sort de celui-ci à une température voisine de 1.5 K, pour pénétrer dans le bouilleur où il est refroidit vers 0.8 K. Cette apport de chaleur augmenté de la conduction thermique dans les tubes n'est pas suffisant pour maintenir le bouilleur vers 0.8 K. Il faut lui apporter une puissance de l'ordre du mW, en général par chauffage électrique.

Un chauffage intérieur dissipant la puissance sur une grande surface immergée dans le liquide est une bonne solution pour éviter l'évaporation du film d'⁴He mouillant la paroi interne du bouilleur. Ce film pose toutefois un problème car il remonte le long du tube de pompage du bouilleur pour s'évaporer ensuite et participer à la circulation du gaz pompé.

Une solution simple est d'interposer un diaphragme de faible diamètre. Son débit, proportionnel au périmètre mouillé est de l'ordre de $5 \cdot 10^{-5}$ moles / s par centimètre de périmètre. Il dépend beaucoup de l'état de surface. Il est minimum sur les verres. Une autre technique couramment utilisée consiste à construire un bouilleur à brûleur de film. Le film évaporé par chauffage est ensuite recondensé sur une paroi froide immergée dans le bouilleur et est ainsi recirculé sans participer au débit. La figure ci-contre représente un bouilleur de ce type.

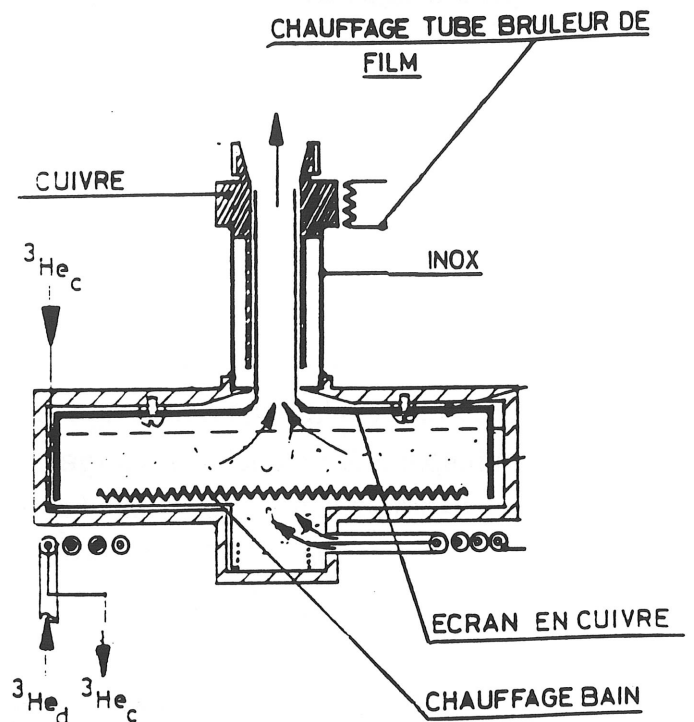


FIG 23

La puissance frigorifique disponible au niveau du distillateur s'écrit :

$$\dot{Q}_s/n = X_V L^0_3(T) + (1 - X_V) L^0_4(T) + X_V (H^0_3(T) - H_3(X,T)) \quad (44)$$

$L^0_3(T)$: Chaleur latente de l' ^3He pur

$L^0_4(T)$: Chaleur latente de l' ^4He pur

$H^0_3(T)$: Enthalpie de l' ^3He pur

$H_3(T,X)$: Enthalpie de l' ^3He en solution dans l' ^4He à la concentration X

Le tableau ci-dessous rassemble quelques valeurs calculés pour permettre l'établissement de la courbe \dot{Q}_s/n en fonction de températures de distillation classiques.

Pour $T_D = 100 \text{ mK}$

Tableau 3

T_s	L^0_3	L^0_4	$x \cdot 10^{-1}$ X_V	$x \cdot 10^{-2}$ X	H^0_3	$^3\text{He}_{(X,T)}$	$1 - X_V$	\dot{Q}_s/n
0.6	31.42	72.09	9.94	1.4	1.593	10.342	$5.62 \cdot 10^{-3}$	22.94
0.7	33.05	74.17	9.76	1.19	1.949	12.411	$2.33 \cdot 10^{-2}$	23.77
0.8	34.61	76.24	9.3	1.02	2.322	14.481	$6.92 \cdot 10^{-2}$	26.15
0.9	36.10	78.30	8.4	.876	2.712	16.556	.16	31.22
1	37.51	80.34	6.97	.731	3.123	18.63	.303	39.68
1.1	38.84	82.35	5.09	.566	3.558	20.71	.491	51.47
1.2	40.08	84.32	2.9	.355	4.019	22.79	.710	66.05

Pour des températures de dilution inférieures à 10 mK, il est important de pomper un mélange le plus pur possible en ^3He . La présence du côté concentré d' ^4He peut entraîner des instabilités et du réchauffement visqueux. De la chaleur sera aussi dégagée par séparation de phase aux températures supérieures à 100 mK conduisant à une charge thermique supplémentaire au niveau de l'échangeur à contre courant.

En plus de ces effets, l' ^4He en équilibre avec l' ^3He à la température T_C rentrera dans la boîte à mélange sous forme de phase diluée de haute enthalpie créant ainsi une charge thermique supplémentaire.

Par exemple si $n = 100 \mu\text{moles} / \text{s}$ avec 30% d' ^4He et $T_C = 25 \text{ mK}$

$$\dot{Q}_4 = 96 T^2 \cdot 0.064 \cdot \dot{n}_4$$

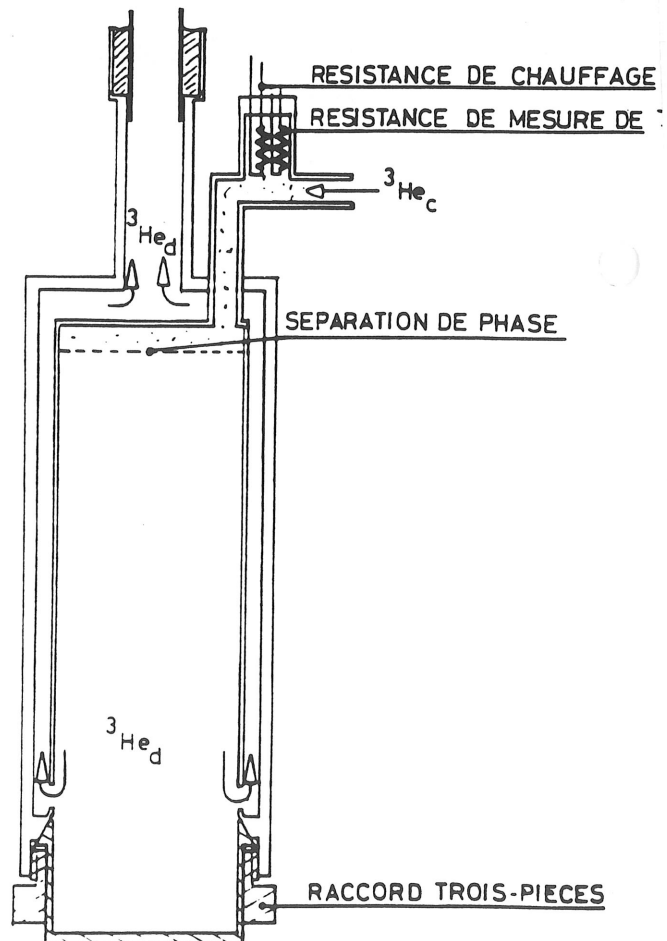
$$\dot{Q}_4 = 96 (25 \cdot 10^{-3})^2 \cdot 0.064 \cdot 30 \cdot 10^{-6} = 0.12 \mu\text{W}$$

On voit par ce simple calcul que cet apport de chaleur est loin d'être négligeable et qu'il justifie le soin à apporter pour maintenir la température du bouilleur entre 0.7 et 0.8 K.

-13 BOÎTE À MÉLANGE

La conception de la boîte à mélange ne pose pas de problème particulier. Le tube d'entrée de l' ^3He doit s'arrêter en haut de la boîte de façon à permettre à l'interface de se former librement, le tube de dilué doit pomper l' ^3He le plus bas possible de celle-ci. L'effet frigorifique est produit à l'interface, si celui-ci se situe assez loin de l'échangeur de chaleur où de l'échantillon, il peut exister un gradient de température non négligeable en partie dû à la mauvaise conductibilité du dilué. Exemple: vers 10 mK, $K_D = 20 \text{ mW K}^{-1} \text{ m}^{-1}$, pour un flux de chaleur de $0.1 \mu\text{W}$ appliqué sur un tube de dilué de $\Phi 1 \text{ cm}$, longueur 1 cm , on trouve $\Delta T = 0.65 \text{ mK}$. Pour palier à ce problème on peut imaginer une boîte à mélange qui minimise les entrées de chaleur résiduelles en utilisant la phase diluée remontante comme écran thermique. Voir dessin ci-contre.

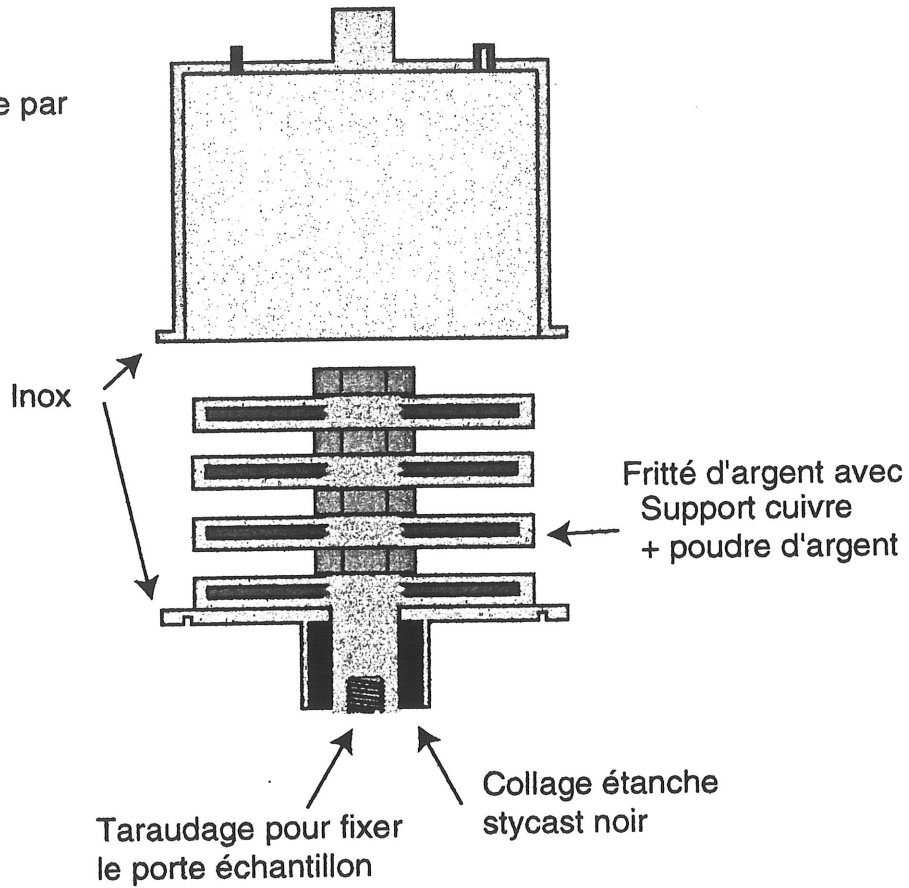
FIG 24



Plusieurs Types de boîte à mélange

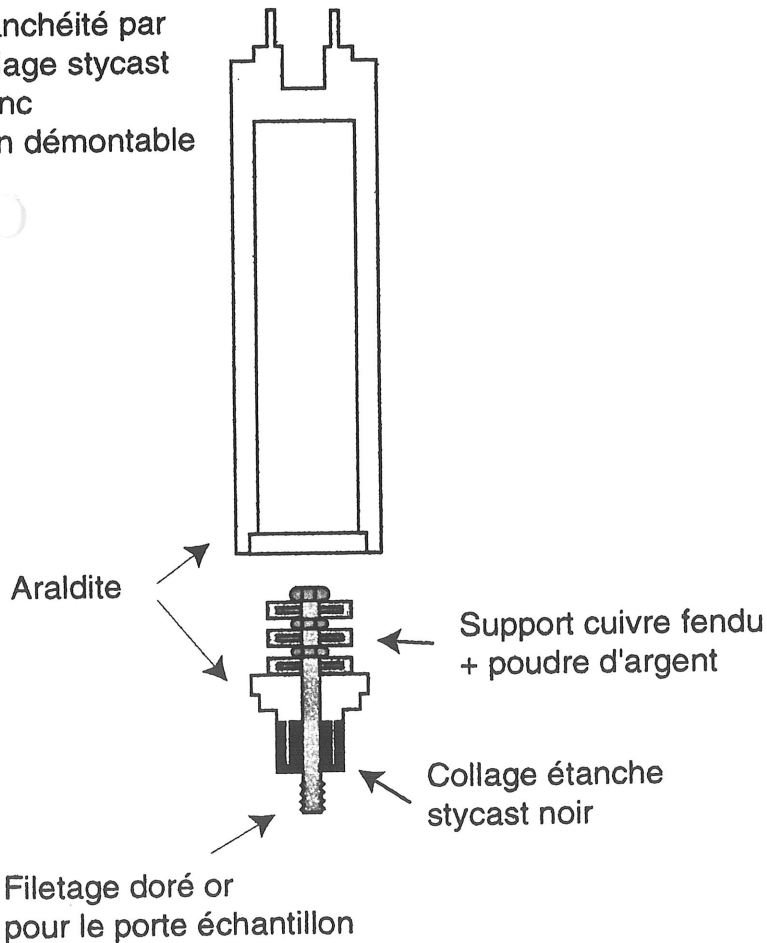
Boîte Inox

Etanchéité réalisée par un joint d'indium
Boîte démontable



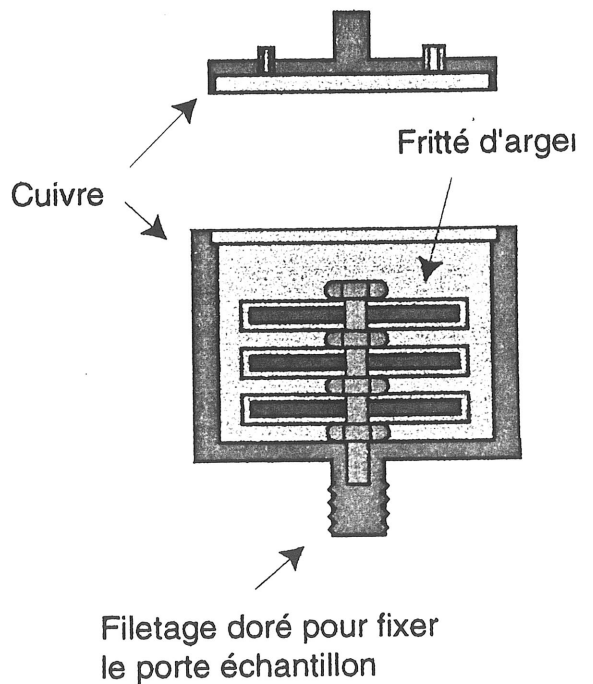
Boîte en araldite

Etanchéité par collage stycast noir
Non démontable



Boîte cuivre

Etanchéité par soudure étain
Non démontable



QUANTITÉ DE POUDRE D'ARGENT DANS LA BOÎTE À MÉLANGE

Nous donnons ici le calcul de la quantité de poudre d'argent nécessaire dans la boîte à mélange de façon à satisfaire aux deux critères extrêmes suivants :

$$\Delta T/T = 0.01 \quad \text{et} \quad \Delta T/T = 0.1$$

avec ΔT = différence de température entre le liquide à l'intérieure de la boîte à mélange et le cuivre l'extérieure.

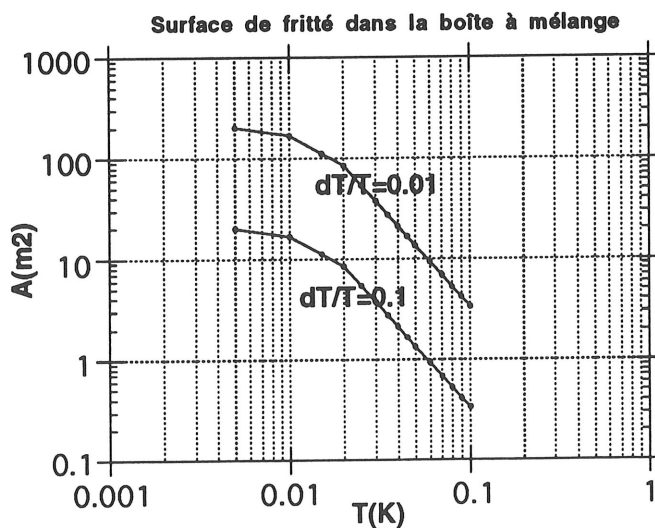
Pour ce calcul nous considérons comme flux de chaleur la puissance théorique d'un frigo dont les échangeurs de chaleur seraient parfaits :

$$Q_{\text{ext}} = 84 \dot{n} T^2$$

Ce flux de chaleur Q_{ext} engendre un gradient de température tel que :

$$Q_{\text{ext}} = \frac{AT^3 \Delta T}{R_K}$$

avec R_K résistance de Kapitza en $\text{K}^4 \text{m}^2/\text{W}$



Dans le cas limite vers 5mK nous voyons qu'une surface voisine de 200 m² est nécessaire pour passer une puissance de 0.2 μW sous un gradient de température ΔT de 50 μK. Une telle surface représente une quantité de poudre d'argent Française de 330 grammes, soit compte tenu de la densité relative du fritté un volume de l'ordre de 60 cm³

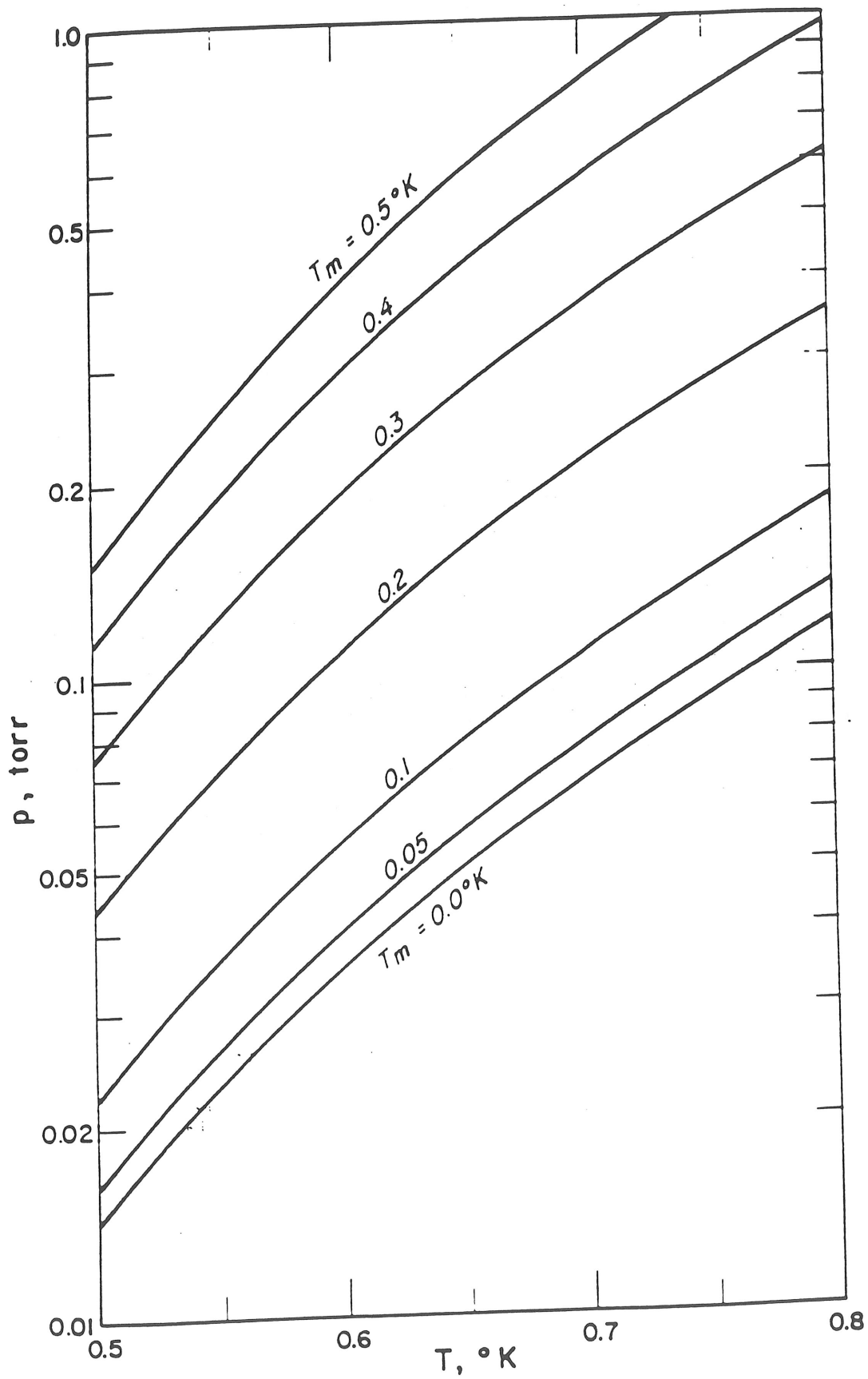
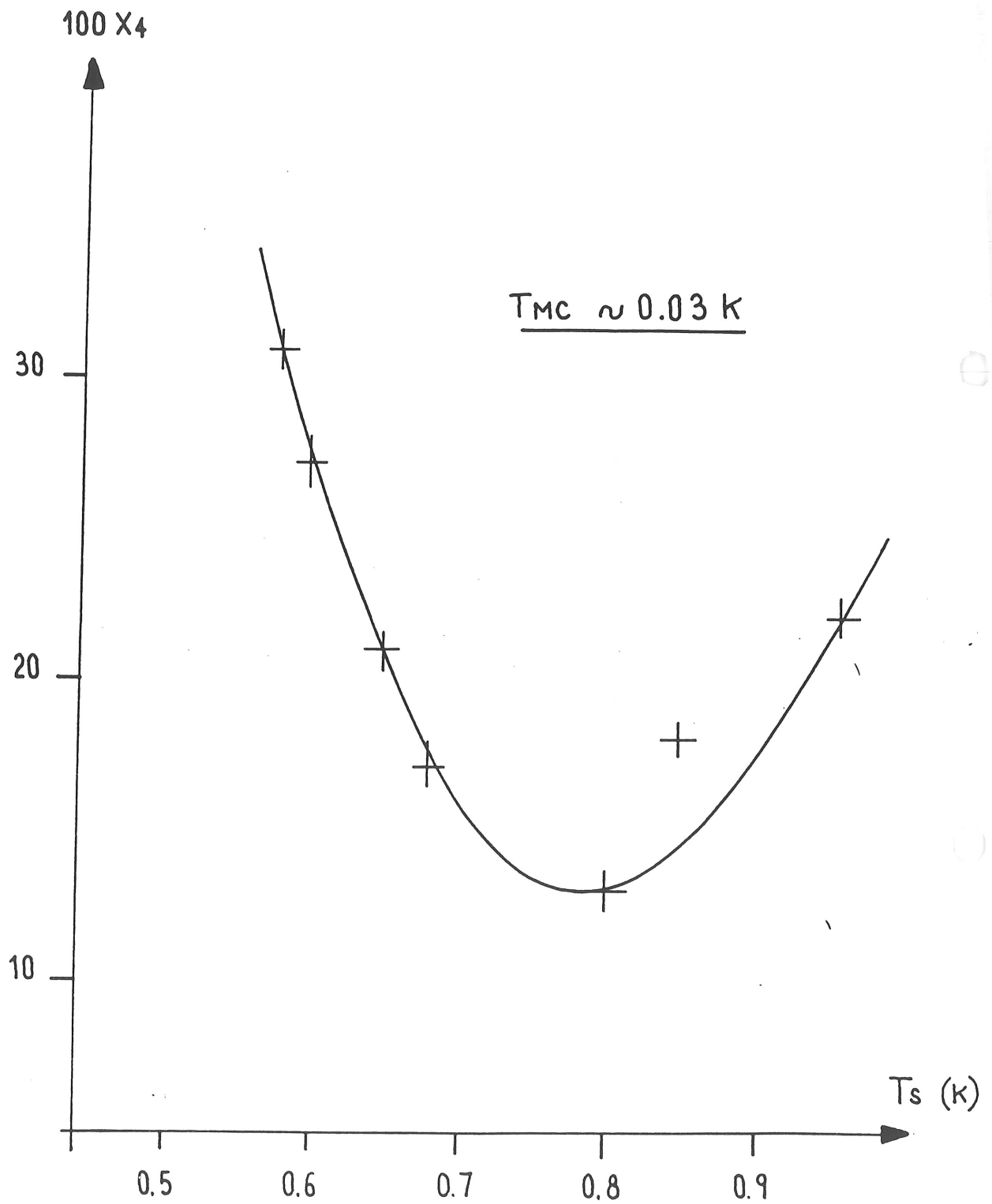


FIG 25



Concentration en ^4He pompé pour une pompe WS 150
 compte tenu d'un débit de film mesuré : $\dot{n}_{4f} \sim 7 \cdot 10^{-6} \text{ moles/s}$

FIG 26

-14 CALCUL D'UNE LIGNE DE POMPAGE

Sachant quel est le débit molaire nécessaire au fonctionnement du réfrigérateur il est indispensable de calculer la taille des tubes de pompage, ainsi que celle de la pompe de circulation (une où plusieurs).

Utilisation des débits molaires

L'intérêt des débits molaires est :

- 1) Ils sont indépendants de la pression et de la température
- 2) Ils se relient aisément au débit massique $m = 10^{-3} \dot{n} M \text{ Kg/s}$
- 3) Ils se relient aisément au débit volumique $V(0^\circ) = 22.4 \cdot 10^{-3} \dot{n} \text{ m}^3/\text{s}$

L'écoulement gazeux dans les canalisations de pompage s'effectue en régime laminaire. Le nombre permettant de vérifier le type d'écoulement est le nombre de Reynolds, si $Re < 2300$ on est dans ce cas. Les relations de Poiseuille montrent qu'alors la perte de charge dP est proportionnelle au débit \dot{n} . Ceci n'est toutefois rigoureusement exact, en général, que lorsque le débit tend vers zéro. En pratique il y a toujours, plus ou moins important, un terme de perte de charge proportionnel à \dot{n}^2 .

La répartition de vitesse dans le tube est parabolique ce qui explique la dépendance en d^{-4} de la perte de charge. Pour une canalisation de section circulaire :

$$dP = Z \eta(T) \dot{V} \quad (45)$$

$$Z = 128 dl / \pi d^4 \quad \text{facteur d'impédance} \quad (46)$$

$$\eta(T) = 5 \cdot 10^{-7} T^{0.65} \quad \text{Viscosité en Poiseuille} \quad 4 < T(K) < 300 \quad (47)$$

La relation entre débit volumique à la température T et la pression P et débit molaire s'écrit :

$$\dot{V}_{(T,P)} = \dot{n} \frac{T P_N V_N}{P T_N} \quad (48)$$

$$\frac{P_N V_N}{T_N} \quad \text{conditions normales de pression, volume, température}$$

$$P_N = 10^5 \text{ Pascal}, \quad V_N = 22.4 \cdot 10^{-3} \text{ m}^3, \quad T_N = 273.15 \text{ K}$$

La perte de charge s'écrit :

$$dP = \frac{128dl}{\pi d^4} \eta_{(T)} \dot{n} \frac{T P_N V_N}{P T_N} \quad (49)$$

La pression est en Pascal : ($\text{Kg m}^{-1} \text{K}^{-2}$) ($1 \text{ Atm} = 10^5 \text{ Pa}$)

La température en Kelvin

La longueur et le diamètre en mètre

le débit en moles / s

la viscosité en poiseuille ($\text{Kg m}^{-1} \text{K}^{-1}$)

Soit l'expression de la perte de charge après intégration de l'expression (49) :

$$\Delta(P^2) = 677 \eta_{(T)} \dot{n} T \frac{L}{D^4} \quad (50)$$

Le calcul s'effectue en prenant comme point de départ la température du bouilleur. A celle-ci correspond une pression de vapeur de ^3He pompé que nous pouvons trouver dans le tableau 1. Par exemple pour $T_{\text{evap}} = 0.8 \text{ K}$, $P_{\text{vap}} = 19 \text{ Pa}$ (en prenant $T_{\text{mc}} = 0 \text{ mK}$).

Calculons la perte de charge du premier tronçon situé entre le bouilleur et la bride à 4.2 K pour un débit de $100 \mu\text{moles/s}$. Dans l'annexe nous trouvons la viscosité de ^3He gaz : $\eta = 10^{-6}$ Poiseuille, diamètre du tube $\Phi = 5 \text{ mm}$, $l = 50 \text{ mm}$. P_0 = pression au niveau du bouilleur, P_1 = pression à la bride à 4.2 K .

$$\Delta(P^2) = 677 \cdot 10^{-6} \cdot 10^{-4} \cdot 4.2 \cdot 5 \cdot 10^{-2} / (5 \cdot 10^{-3})^4$$

$$\Delta(P^2) = 22.7$$

$$P_1 = (P_0^2 + 22.7)^{1/2} = (19^2 + 22.7)^{1/2}$$

$$P_1 = 19.6 \text{ Pa}$$

$$\text{Soit } \Delta P = 0.6 \text{ Pa}$$

Il est ainsi possible de remonter jusqu'à la pompe en découpant la ligne en différentes parties isothermes. La perte de charge totale sera la somme de toutes les pertes de charges.

Pour une section annulaire du tube la même formule peut être appliquée en utilisant le diamètre équivalent D_{eq} :

$$D_{eq} = \left[D^4 - d^4 + \frac{(D^2 - d^2)^2}{\ln d / D} \right]^{1/4} \quad (51)$$

Si la pompe à une vitesse de pompage V (m^3/s), la pression d'aspiration sera pour $T = 300$ K :

$$P_{asp} = 2500 \frac{\dot{n}}{\dot{V}} \quad (\text{Pa}) \quad (52)$$

Et la pression au niveau du bouilleur :

$$P_b = \sqrt{\frac{6.25 \cdot 10^6 \dot{n}^2}{\dot{V}^2} + \sum \Delta(P^2)} \quad (\text{Pa}) \quad (53)$$

Dans le cas où la perte de charge est faible comparée à la pression de pompage, c'est à dire : $\Delta P \ll P$ l'expression (49) devient :

$$\Delta P = 338 \frac{\eta_{(T)} \dot{n} T}{P D^4} L \quad (54)$$

Il est donc facile de calculer une ligne de pompage, la condition à remplir étant que $\Delta P < P_{asp}$

Il est à remarquer toutefois que la caractéristique molaire d'une pompe primaire utilisée en circulation depuis plusieurs milliers d'heures peut diminuer considérablement à cause de l'usure des palettes. Il est donc préférable de mesurer cette caractéristique en hélium lors de l'utilisation d'une pompe ancienne.

SINGULARITÉS :

Tout changement de section ou de direction de l'écoulement entraîne une perte de charge supplémentaire de la forme:

$$\Delta P = \alpha \frac{\rho u^2}{2}$$

$\alpha = 2.4$ à l'entrée d'un tube, environ 0.5 à 1 pour un coude, un té, etc..;

$$\rho u^2 = \frac{\rho^2 u^2}{\rho} \left\{ \begin{array}{l} \rho u = \frac{n\dot{M}}{A} \\ \rho = \frac{M}{22.4 \cdot 10^{-3}} \frac{273}{T} \frac{P}{10^5} \end{array} \right.$$

M en Kg/m³, T en Kelvin, P en Pascal, A en m², n en moles/s

$$\Delta P = 4.1 \frac{\alpha \dot{n}^2 M T}{A^2 P} \quad \text{pour} \quad \frac{\Delta P}{P} \ll 1$$

Soit l'expression de la perte de charge après intégration de l'expression ci-dessus :

$$\Delta(P^2) = 8.2 \frac{\alpha \dot{n}^2 M T}{A^2}$$

Pour une canalisation circulaire de diamètre D :

$$\Delta(P^2) = 13.3 \frac{\alpha \dot{n}^2 M T}{D^2}$$

Diamètre équivalent pour une canalisation annulaire :

$$D_{eq} = \sqrt[4]{D^4 - d^4}$$

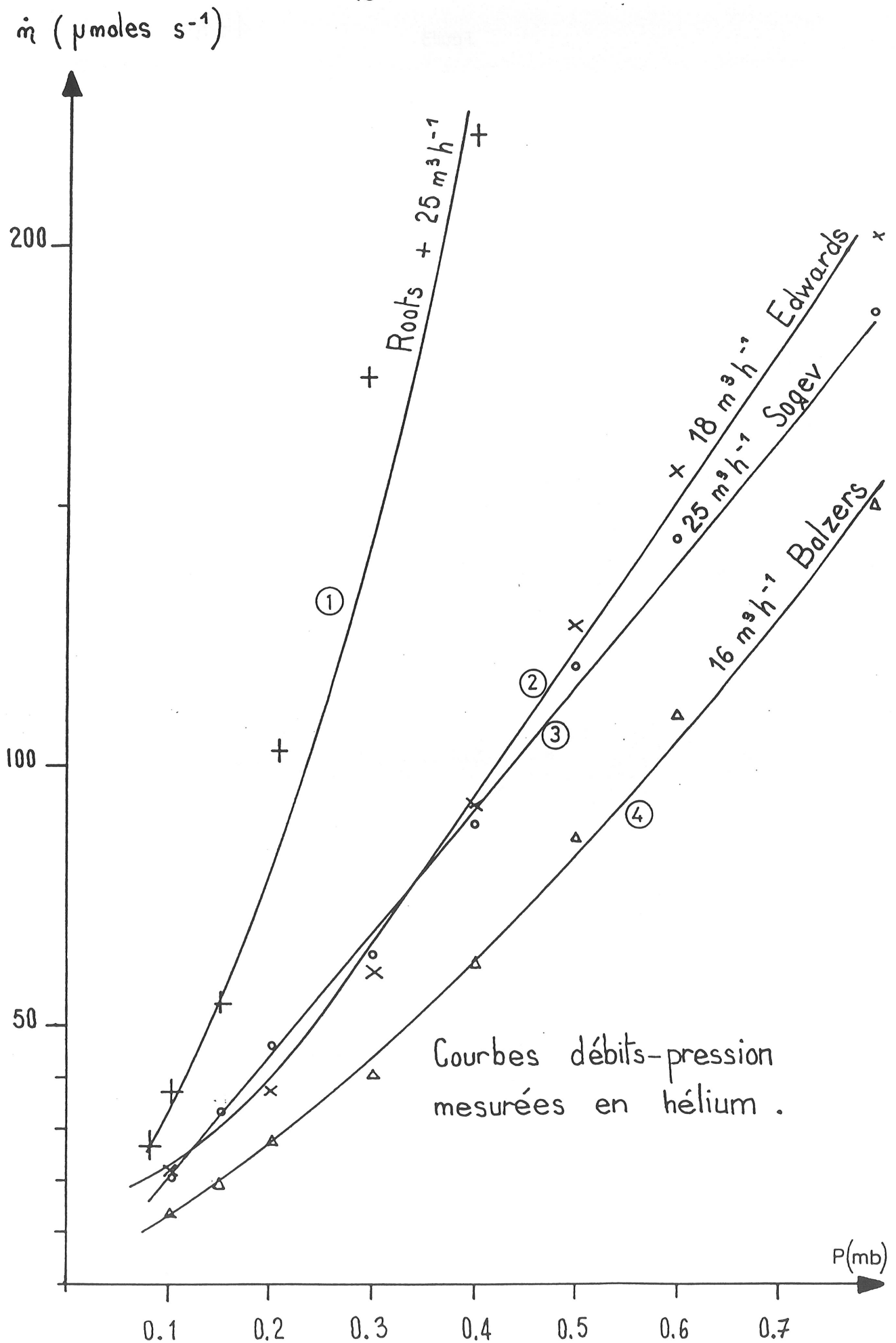


Fig 27

	Série 1	Série2	Série3
Pression(mb)	Débit(micromoles/s)	Débit(micromoles/s)	Débit(micromoles/s)
0,01	52,02	43,93	15,03
0,02	89,02	68,21	30,06
0,03	121,39	95,38	39,31
0,04	150,29	110,98	46,24
0,05	174,57	127,17	48,55
0,06	197,69	141,04	53,18
0,07	211,56	151,44	55,49
0,08	228,90	161,85	56,99
0,09	238,15	168,79	57,80
0,1	255,49	180,35	57,80

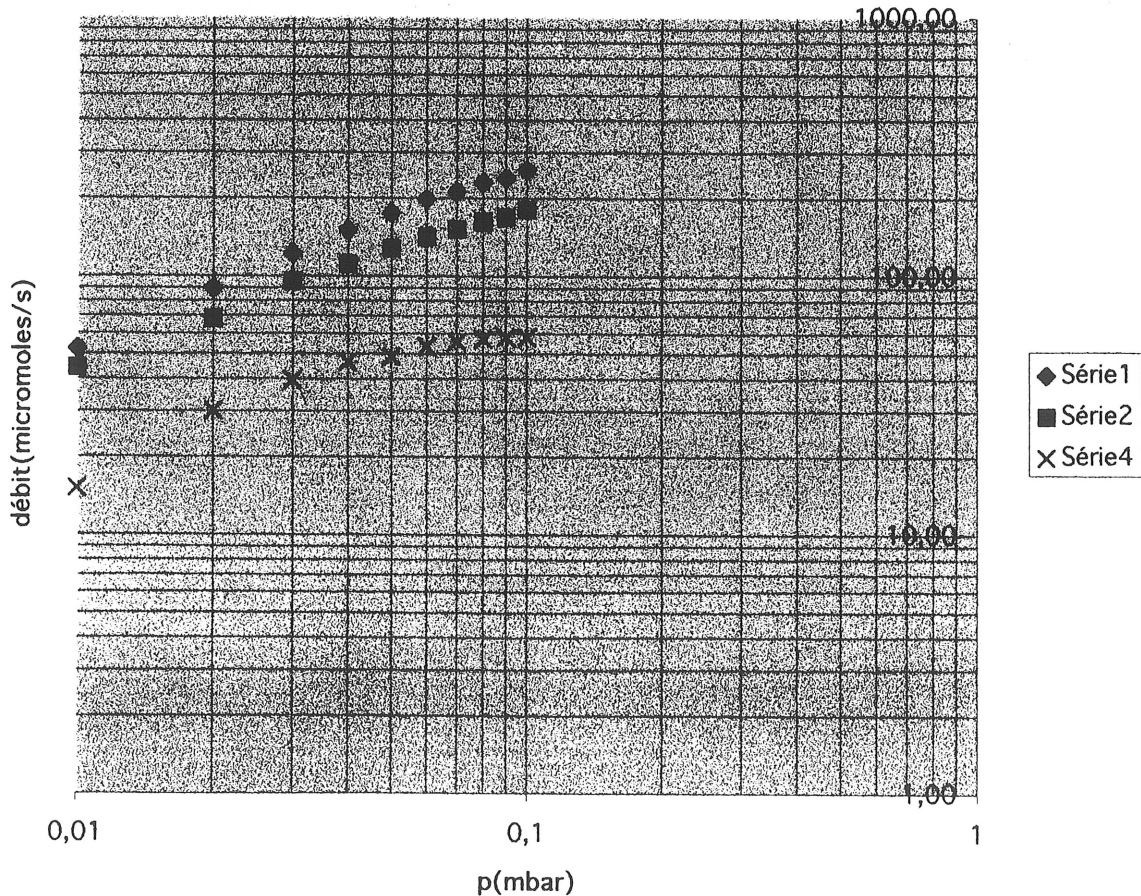
Courbes de débit

Série 1 : Pompe à palettes ALCATEL 2012H type 350C de 12(m³/h)
+ Pompe turbo BALZERS TMH 260

Série 2 : Pompe à palettes ALCATEL 2012H type 350C de 12(m³/h)
+ Pompe turbo EDWARDS EXT 250H

Série 3 : Pompe à membranes KNF VDE 050
+ Pompe turbo BALZERS TMH 065

Débit=f(p)



-15 CALCUL DES VOLUMES

Le bon fonctionnement d'un réfrigérateur à dilution nécessite le positionnement correct des interfaces.

- Concentré / Dilué dans la boîte à mélange
- Liquide / Vapeur dans le distillateur

Le volume total de mélange nécessaire se décompose en deux :

- 1) V_l = Volume de liquide
- 2) V_g = Volume de gaz contenu dans la partie injection du système

Nous allons traiter ce problème à travers un exemple pratique. La figure ci-contre représente de façon schématique les différentes parties d'un frigo avec la composition des fluides et les dimensions des différents éléments.

A propos du volume des boîtes

Le volume du bouilleur est calculé de telle façon que lorsque l'interface dilué/concentré est au plus bas dans la boîte à mélange l'interface liquide/vapeur soit pratiquement en haut du distillateur, de façon à permettre des longs ONE-SHOT. Le volume de la boîte peut être rendu aussi petit que possible, toutefois, lorsqu'il devient de l'ordre de grandeur de la quantité contenue dans le volume mort de l'installation, les fluctuations de pression de réinjection peuvent entraîner la sortie de l'interface. Son positionnement devient très délicat.

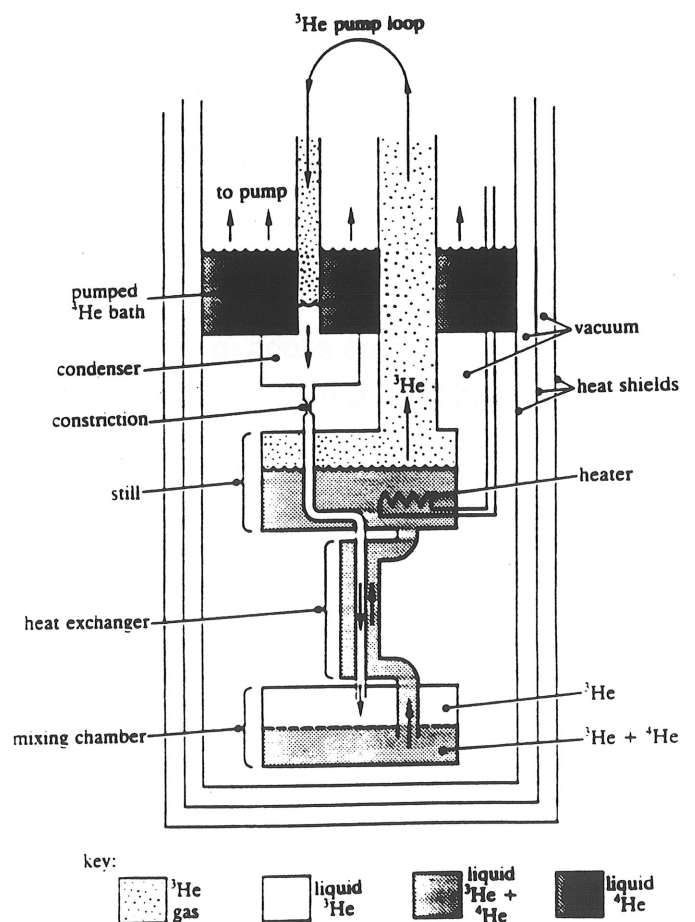


FIG 28

Calcul des volumes

<u>Volumes de liquide</u>	v_l (mm ³)
- boîte à mélange $\Phi 26$ hauteur 10	5300
-Fritté dans la boîte $\Phi 26$ hauteur 2 densité = 0.5	530
-bouilleur $\Phi 26$ hauteur 15	7960
-échangeur continu dilué: $\Phi 2.6 \times 3$ longueur 1000	2800
-échangeur continu concentré $\Phi 0.5 \times 0.8$ longueur 5000	980
-condenseur $\Phi 0.7 \times 1$ longueur 500	200
-échangeur dans bouilleur $\Phi 0.7 \times 1$ longueur 500	200

Nous prenons comme hypothèse de calcul :

- 1) circulation à 15% d'⁴He, c'est à dire 15% d'⁴He dans la phase concentrée*
- 2) interface concentré/dilué situé au milieu de la boîte à mélange.
- 3) interface liquide/vapeur situé au milieu du bouilleur.
- 4) Phase dilué dans la boîte à 6.4% d'³He, à 1% dans le tube de dilué et dans le bouilleur.

Nous allons maintenant déterminer la quantité nécessaire d'³He et d'⁴He liquide en tenant compte de ces hypothèses.

- ⁴He

-boîte à mélange	$(5300 \times 0.5 \times 0.936)_d + (5300 \times 0.5 \times 0.15)_c$	2877
-fritté dans la boîte	530×0.936	496
-bouilleur	$7960 \times 0.5 \times 0.99$	3940
-échangeur continu dilué	2800×0.99	2772
-échangeur continu concentré	980×0.15	147
-condenseur	200×0.15	30
-échangeur dans bouilleur	200×0.15	30

10292 mm³

Sachant que le volume molaire de l'⁴He à $T = 0$ K est $V_m = 27.5$ cm³/mole

on en déduit le nombre de moles d'⁴He : $10.292 / 27.5 = 0.375$ mole

*En dessous de 500 mK l'⁴He se dilue dans l'³He formant des bulles de dilué dans la phase concentrée dont la concentration en ³He diminue avec la température.

^3He

boîte à mélange	$5300 \cdot 0.5 \cdot 0.85$	2252
-fritté dans la boîte	$530 \cdot 0.064$	34
-bouilleur	$7960 \cdot 0.5 \cdot 0.01$	40
-échangeur continu dilué	$2800 \cdot 0.01$	28
-échangeur continu concentré	$980 \cdot 0.85$	833
-condenseur	$200 \cdot 0.85$	170
-échangeur dans bouilleur	$200 \cdot 0.85$	170
		3500 mm ³

Sachant que le volume molaire de l' ^3He à $T = 0 \text{ K}$ est $V_m = 36.86 \text{ cm}^3/\text{mole}$

on en déduit le nombre de moles d' ^3He : $3.5 / 36.86 = 0.095 \text{ mole}$

Soit en litre

$$\left\{ \begin{array}{l} V_3 = 22.4 \cdot 0.095 = 2.13 \text{ L (NTP)} \\ V_4 = 22.4 \cdot 0.375 = 8.4 \text{ L (NTP)} \end{array} \right.$$

$$V_T = V_3 + V_4 = 2.13 + 8.4 = 10.53 \text{ L (NTP)}$$

La concentration en ^3He est de : $X_3 = 2.13 / 10.53 = 20.2\%$

1 cm^3 de liquide ^3He représente 600 cm^3 (NTP) de gaz

1 cm^3 de liquide ^4He représente 800 cm^3 (NTP) de gaz

Volume de gaz

On peut considérer deux contributions :

-Volume mort au refoulement de la pompe de circulation, qui outre le volume du corps de pompe, comprends aussi le volume des filtres ainsi que quelques tubes, ce volume dépend de la taille de la pompe. Il peut être au maximum de 2 litres sous une pression de 100 mb soit 0.2 L NTP.

-Volume de gaz au refoulement refroidit à 4.2 K. Variable suivant la conception des cryostats. Exemple : tube spiral Φ 2 mm longueur 1m $V_{\text{NTP}} = 0.02 \text{ L NTP}$. Cette deuxième contribution est négligeable dans les appareils classiques. Dans les systèmes sans pots, elle devient comparable au volume mort à 300 K, car la pression de refoulement est voisine de 1 Atm.

La contribution du gaz est donc en générale négligeable, si les interfaces sont correctement positionnés dans les boîtes.

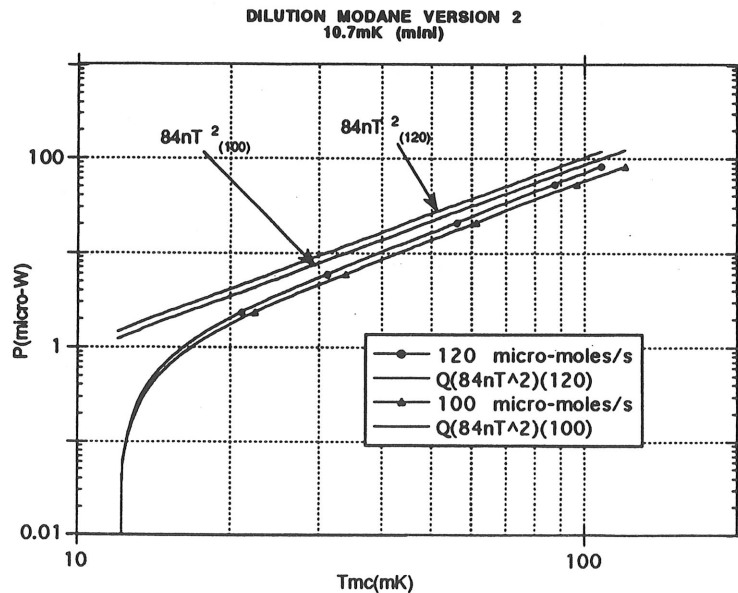
-16 ANALYSE DU FONCTIONNEMENT

Il est nécessaire lors du démarrage d'un nouveau réfrigérateur d'effectuer une courbe de puissance. Celle-ci effectuée à l'aide d'une chaufferette fixée sur la boîte à mélange nous donne un certain nombre d'informations utiles.

Pour cette courbe il est classique d'exprimer la puissance dissipée \dot{Q}_J en fonction de T en représentation logarithmique de façon à bien faire apparaître la dépendance en T^2 .

L'équation de cette courbe de puissance est de la forme:

$$\dot{Q}_J + \dot{Q}_{\text{ext}} = \alpha T_{\text{mc}}^2$$



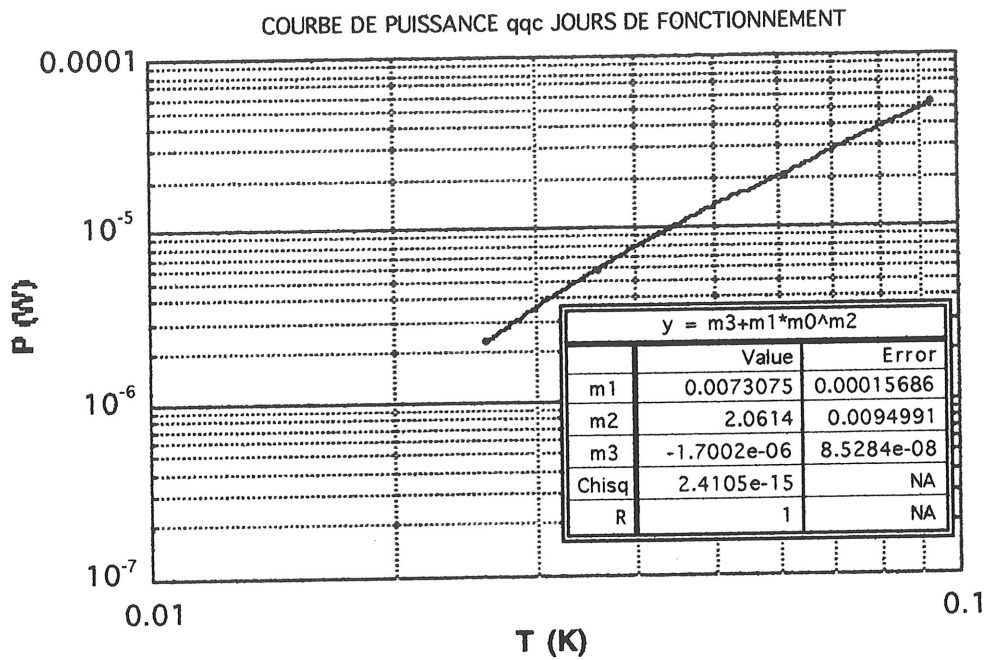
COURBES DE PUISSANCE DU FRIGO MODANE POUR DEUX DÉBITS

En extrapolant à puissance \dot{Q}_J nulle on obtient la contribution des pertes extérieures \dot{Q}_{ext} .

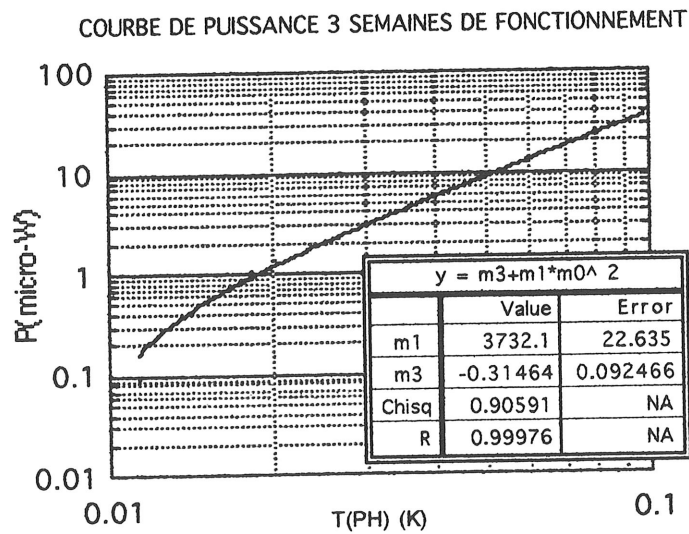
Les courbes de référence tracées au dessus des courbes expérimentales :

$$\dot{Q}_{\text{ext}} = 84 n T_{\text{mc}}^2$$

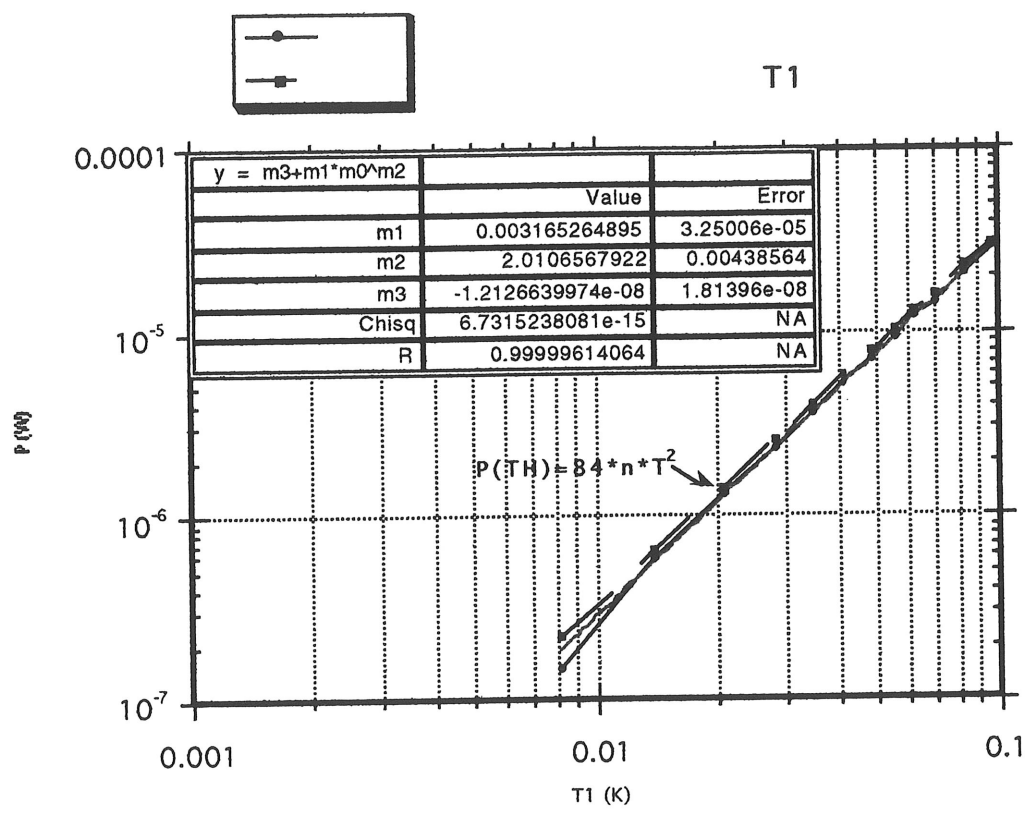
sont pour un échangeur parfait, c'est à dire $T_c = T_{\text{mc}}$. L'écart à ces courbes permettent d'estimer le degré d'imperfection des échangeurs.



COURBES DE PUISSANCE CRYOSTAT MODANE



A noter la diminution d'un facteur 5 des pertes au bout de 3 semaines de fonctionnement



Courbe de puissance du frigo « labo de cryogénie »

Noter le très bon accord entre la courbe théorique en $84 T^2$ et la courbe expérimentale, ceci est la conséquence du montage de très bons échangeurs de chaleur.

Rappelons que \dot{Q}_{ext} est la contribution de 3 termes :

$$\dot{Q}_{ext} = \dot{Q}_{res} + \dot{Q}_4 + \dot{Q}(n)$$

La seconde méthode pour mesurer \dot{Q}_{ext} est de placer un thermomètre à la sortie du dernier échangeur et d'appliquer la formule générale :

$$\dot{Q}_{ext} = n_3 (96 T_{mc}^2 - 12 T_c^2) \quad (16)$$

Cette deuxième méthode impose de connaître le débit réel en ^3He , c'est à dire d'effectuer la correction due à la circulation d' ^4He .

La contribution de \dot{Q}_{res} (conduction, rayonnement, vibrations etc...) peut être connue en effectuant un ONE-SHOT, c'est à dire un pompage sans réinjection de mélange.

Cette opération demande certaines précautions :

-démarrer le ONE-SHOT bouilleur plein de façon à avoir une bonne autonomie.

-contrôler le débit pendant toute l'opération. La meilleure façon est de réguler la température du bouilleur.

Si on observe une diminution importante de la température, on peut conclure que les échangeurs sont insuffisants (T_c trop élevé) où que l'échauffement par viscosité, conduction, apport d' ^4He est trop important.

Lorsque la température est stable, on est dans la situation où la puissance satisfait l'équation (16) avec $T_c = T_{mc}$:

$$\dot{Q}_{ext} = 84 n T_{mc}^2$$

avec $\dot{Q}(n) = 0$ donc $\dot{Q}_{ext} = \dot{Q}_{res} = 84 n T_{min}^2$

Si aucun refroidissement n'apparaît au cours du ONE-SHOT et que la température est conforme aux prédictions, on peut conclure que les échangeurs de chaleur sont bons et que le chauffage par viscosité et conduction est négligeable. On en déduit de la même manière le \dot{Q}_{res} .

Une autre manière de déterminer \dot{Q}_{res} est de monter un thermomètre dans la boîte à mélange. Connaissant les caractéristiques de l'échangeur de Kapitza il suffit d'appliquer la formule, valable pour $\Delta T < T$

$$\dot{Q}_{res} = \frac{A \Delta T T^3}{R_K T^3}$$

-17 CANNE À DILUTION

Parmi les systèmes à dilution dont le fonctionnement est différent, nous citerons le cas de la canne à dilution. Celle-ci fonctionne sans étage de condensation séparé. L'examen du diagramme enthalpique de l' He^3 montre que le fluide injecté ne peut sortir liquide à la température du bouilleur qu'après une double détente isenthalpique nécessitant l'emploi d'un compresseur. Le mélange injecté sous une pression voisine de 1 bar est prérefroidi à 4.2K dans le bas de la canne puis vers 2.6K dans un échangeur à contre courant qui récupère l'enthalpie des vapeurs provenant du distillateur. Après une première détente il est refroidi puis complètement liquéfié dans ce dernier par récupération de la chaleur latente d'évaporation sous une pression voisine de 100mb. Il est ensuite redétendu dans les échangeurs. Un tel appareil permet d'obtenir des températures inférieures à 10mK. La puissance est toutefois faible ($20 \cdot 10^{-6}\text{W}$ à 100mK). La rapidité de mise en oeuvre et la simplicité sont ses principales qualités. Toutefois pour des très forts débits ($>500 \cdot 10^{-6}$ moles/s) et des très basses températures ($T < 5\text{mK}$), donc dans le cas où les quantités de mélange à condenser sont importantes, le rendement de liquéfaction de l'étage Joule-Thomson étant trop faible il est nécessaire d'avoir recours à des systèmes à pots de liquéfaction séparé.

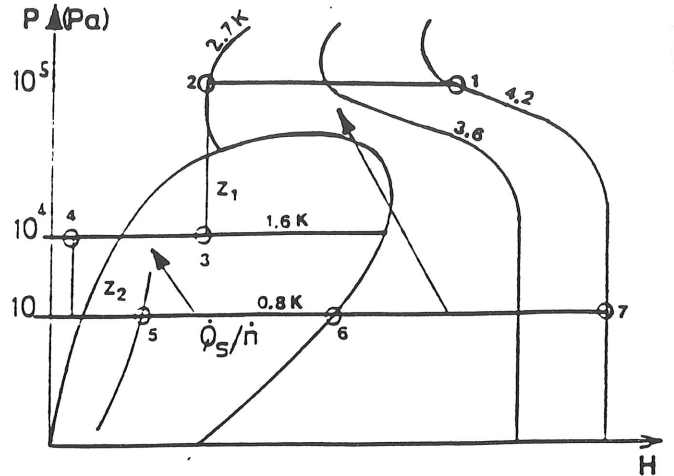
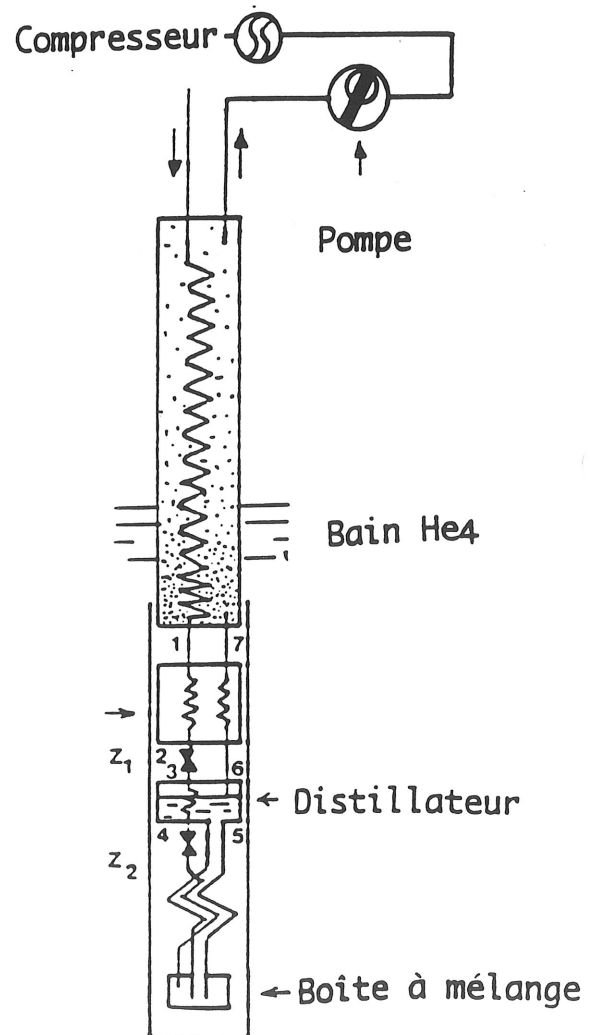
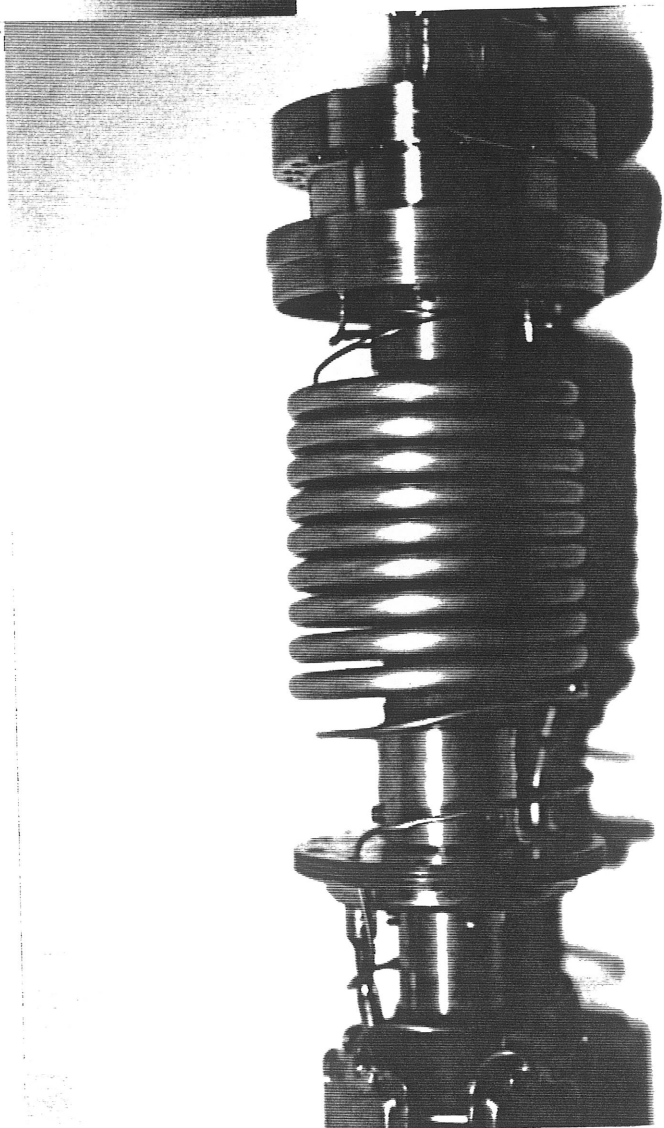
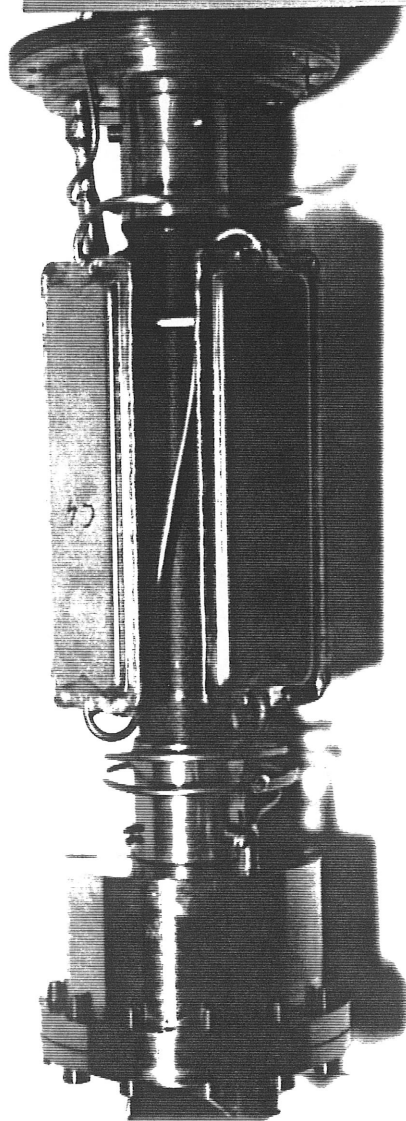
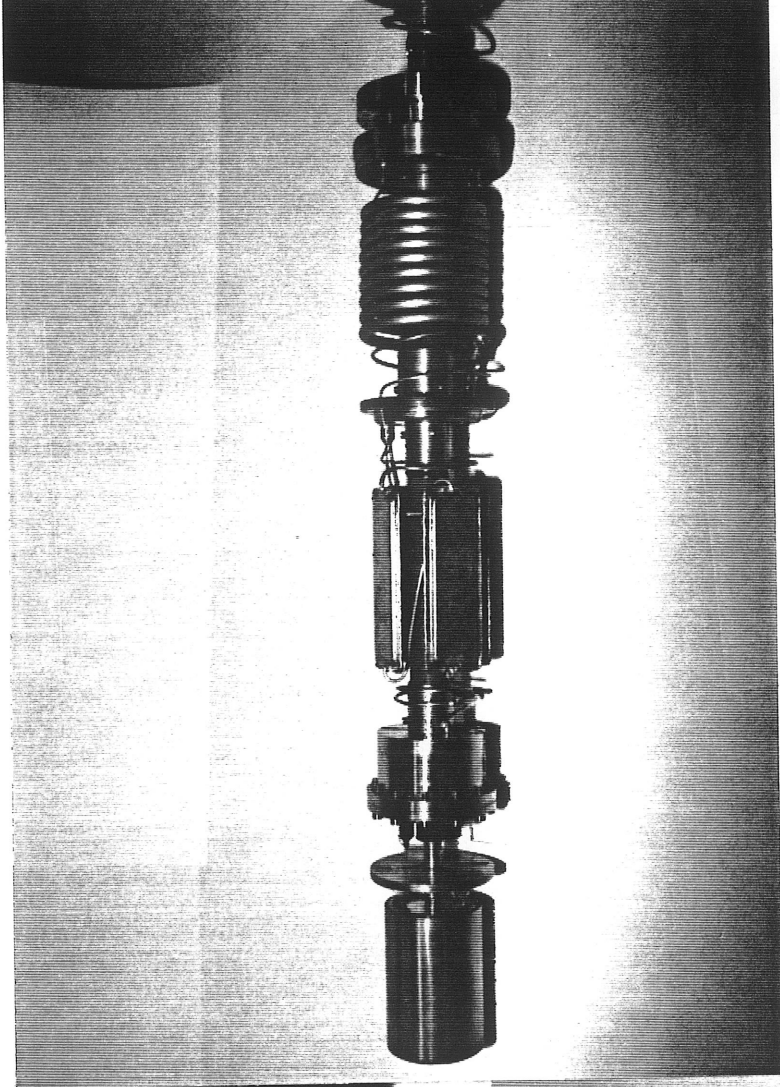
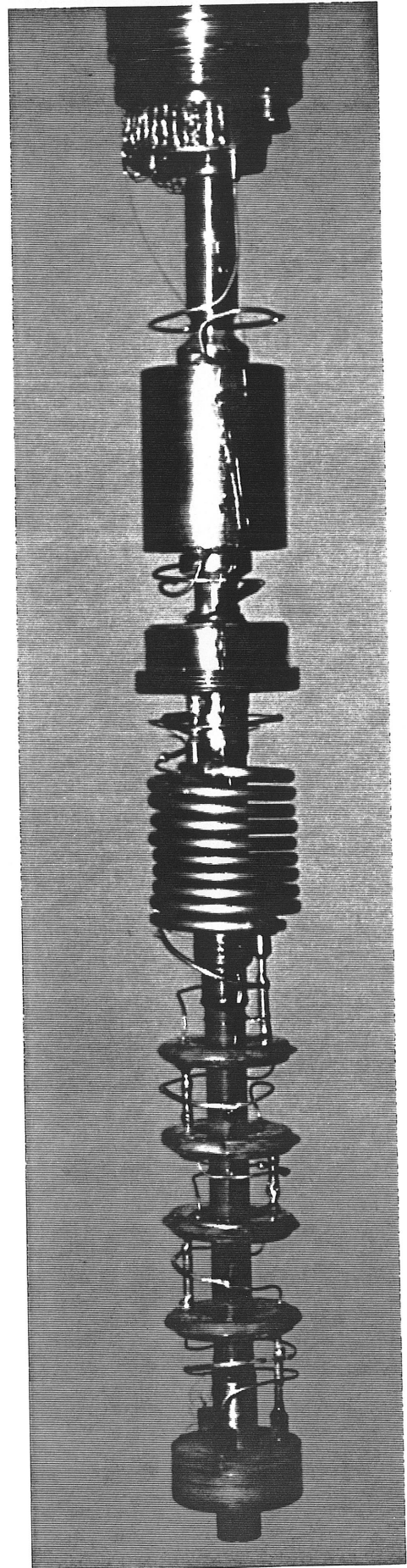
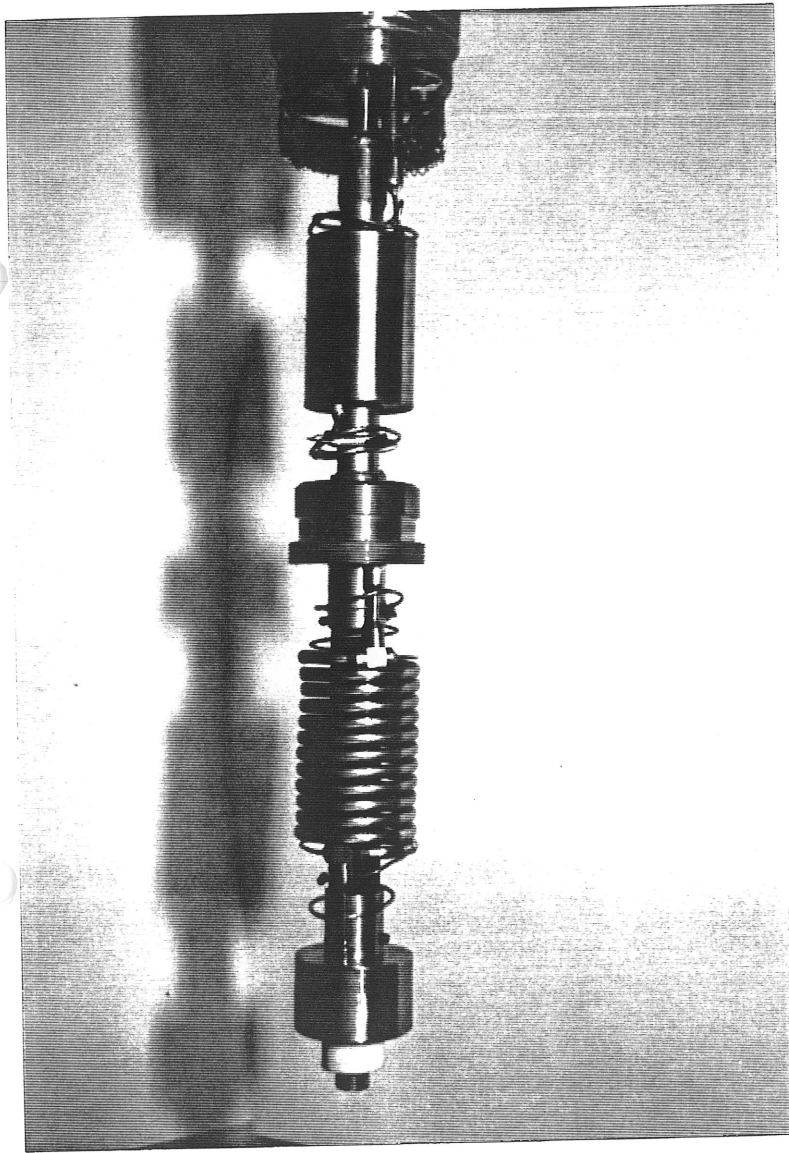


Diagramme enthalpique







Connes à dilution

-18 PROCEDURE DE DÉMARRAGE AJUSTEMENT DU MÉLANGE

Le refroidissement d'un cryostat à dilution commence toujours par une phase de prérefroidissement à la température de l'hélium. Cette opération s'effectue à l'aide d'un gaz d'échange ^3He ou ^4He .

Après pompage pendant quelques heures de ce gaz, on injecte le mélange dans le circuit, tout en pompant sur l'évaporateur. Dans un système classique à pot séparé, le mélange injecté se condense vers 1.5 K et après détente dans une impédance, un mélange liquide-gaz commence à remplir la boîte à mélange, les échangeurs et l'évaporateur. Au fur et à mesure que l'ensemble se refroidit, le mélange pompé devient de plus en plus riche en ^3He , au détriment du mélange liquide qui s'appauvrit en ^3He . La dilution de cet ^3He injecté dans la boîte à mélange commence à produire un effet de refroidissement avant l'apparition de la séparation de phase. La dilution démarre en général dans le distillateur, le dilué formé dans les régions hautes "tombe" par gravité dans la boîte à mélange accélérant ainsi le refroidissement. Le bouilleur sans chauffage se stabilise vers 0.4 K, la boîte à mélange à une température légèrement supérieure. Le débit étant très faible (quelques $\mu\text{moles} / \text{s}$), la température est dominée par les pertes. Il suffit, alors, de chauffer le bouilleur à sa puissance optimale pour obtenir la plus basse température.

Dans les systèmes sans pots, le liquide est directement liquéfié dans la boîte à mélange par détente Joule-Thomson depuis 4.2 K. $\Delta P = 4$ bars au départ. La charge thermique imposée sur le bouilleur par le fluide injecté ne permet pas de voir partir la dilution dans celui-ci. Le refroidissement puis la dilution démarrent dans les échangeurs de chaleur.

Ajustement du mélange

Un quantité trop grande d' ^3He repoussera la séparation de phase dans le tube de dilué, avec présence de bulles d' ^3He non dissoutes qui remonteront dans la colonne de dilué. ^3He concentré étant plus léger que le dilué, il se produira des instabilités gravitationnelles entraînant des fluctuations importantes de température. En général, le distillateur se trouve être très froid, car la séparation de phase se produit très haut dans les échangeurs. A l'opposé, un manque d' ^3He dans le mélange provoquera la remontée du dilué dans le tube d'injection, limitant considérablement la performance de la boîte, l'effet frigorifique n'étant pas produit au bon endroit et le débit étant très faible. La quantité d' ^4He ne modifiera que très peu la position de la séparation de phase dans la boîte, mais affectera directement le niveau de remplissage de l'évaporateur.

