

D ROULIERS

INSTITUT
MAX VON LAUE
PAUL LANGEVIN

Service ENVIRONNEMENT DES ECHANTILLONS

Grenoble, le 26 avril 1977
DB/da - 77/74

CRYOSTAT A TEMPERATURE VARIABLE
POUR MESURES NEUTRONIQUES OU OPTIQUES

D. BROCHIER

CRYOSTAT A TEMPERATURE VARIABLE POUR MESURES NEUTRONIQUES OU OPTIQUES

1. PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT

Le bain d'Hélium liquide 1 est pressurisé à une pression d'environ 1,3 bar absolu. L'Hélium liquide nécessaire au refroidissement ou au maintien de la température de l'échantillon est prélevé à travers une vanne de détente 2. Cette vanne, à réglage manuel, permet d'obtenir les grands débits nécessaires lorsqu'on veut refroidir rapidement, et une excellente stabilité du faible débit de maintien à l'équilibre. Le mélange liquide gaz sortant de la vanne traverse alors un échangeur en cuivre fritté, sur lequel est enroulé un chauffage permettant la régulation de température. Enfin le gaz sortant de l'échangeur remonte dans un double tube 5, 6, avec l'avantage que le fluide cryogénique et le gaz d'échange dans l'espace de l'échantillon sont entièrement indépendants.

La gamme de température accessible dans ces conditions est de 1,6 à 320 K. Aucun système de pompage Hélium n'est nécessaire pour les températures supérieures à 4,2 K. Pour les températures inférieures, une pompe de 30 m³/h est nécessaire.

L'accès direct de l'échantillon par le haut permet un changement d'échantillon très rapide sans réchauffement du cryostat.

2. SPECIFICATIONS

2.1. Fluides

2.1.1. Azote liquide : volume 8 l
consommation < 0,2 l/h ./.

2.1.2. Hélium liquide : volume : 11 l

- Consommation du bain < 50 cm³/h
- Consommation queue à T = 1,5 K < 60 cm³/h

2.2. Géométrie

- Poids : 35 kg
- Voir dessin. Le cryostat est fourni avec une canne porte-échantillon Ø 12, terminée par une vis porte-échantillon M8.
- Diamètre utile d'accès pour l'échantillon : 49
- Queues interchangeables, en Al ou AG3, ou avec fenêtres pour mesures optiques.

2.3. Variateur de température

- Temps de refroidissement de l'échantillon de 300 K à 4,2 K avec une queue standard < à 40 mn.
 - Stabilité de température : dépend de l'électronique de contrôle, typiquement 0,05 K.
 - Gradient de température entre partie haute et basse de la queue échantillon 7, avec les queues standards :
- | | | | | | | |
|----|------|------|-------|-------|---------|-----|
| T | 300 | 250 | 200 | 150 | 100 | 4,2 |
| ΔT | 0,09 | 0,03 | 0,006 | 0,001 | < 0,001 | |

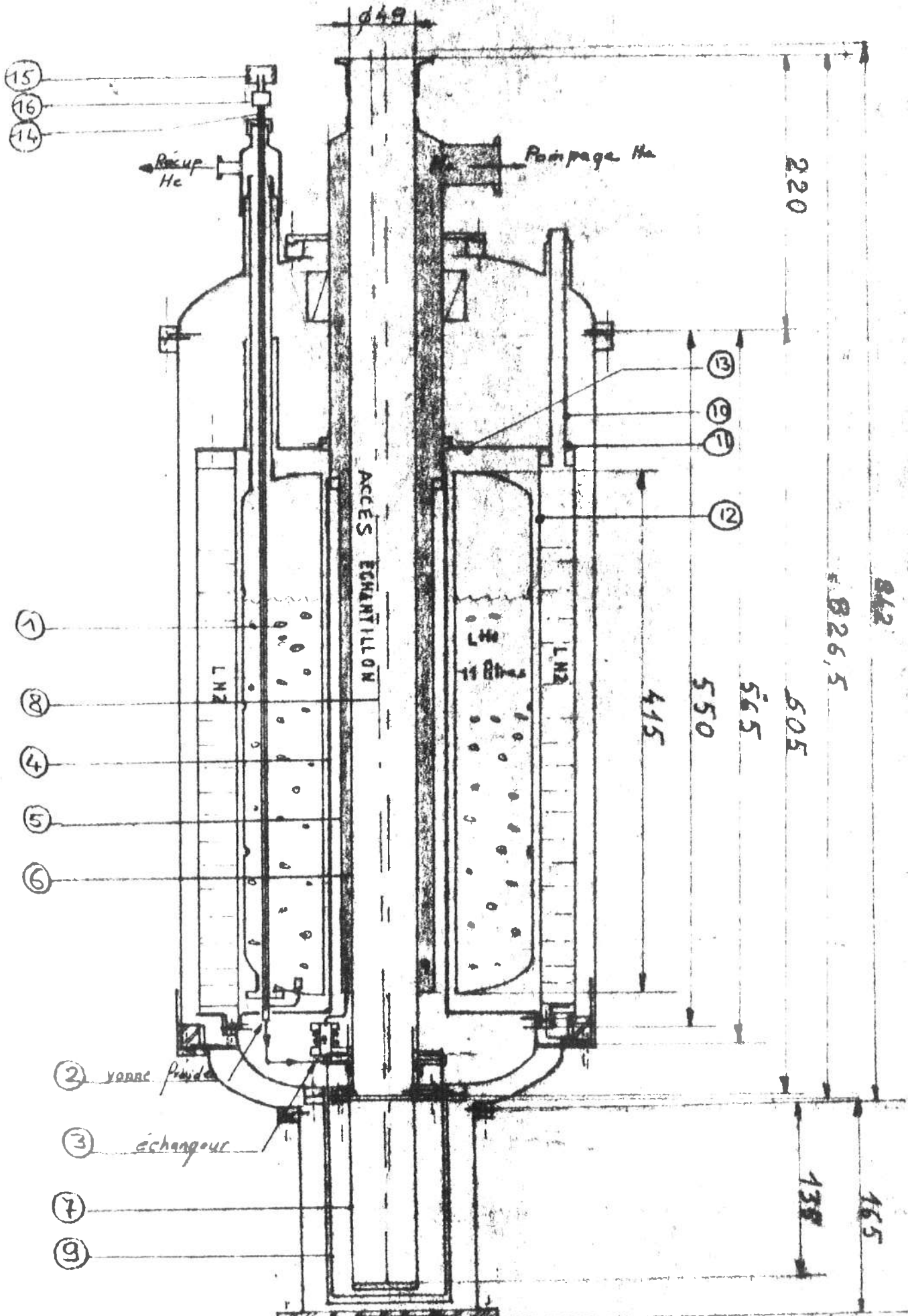
2.4. Régulation de température

- Résistance de chauffage isolée de la masse, 50 Ω, 1 Ampère maxi.
- Thermomètre de régulation : diode silicium Lake shore, DT 500 KL T 05, non étalonnée, montée et câblée, isolée électriquement de la masse.
- Thermomètre échantillon : Un thermomètre de même modèle est monté à l'extrémité de la canne échantillon, permettant

entre autre de suivre l'évolution de la température de l'échantillon en régime transitoire.

2.5. Sécurités

- Toutes les parties peuvent être pompées indépendamment, elles supportent mécaniquement le vide à l'intérieur avec la pression atmosphérique à l'extérieur.
- Le vide d'isolement, le bain Hélium, le puits d'accès à l'échantillon et l'espace annulaire de pompage Hélium, sont chacun protégés des surpressions par une soupape de sécurité.
- Un thermocontact, couplé thermiquement à l'échangeur, coupe le courant de chauffage lorsque la température dépasse 40° C et évite toute surchauffe due à un défaut éventuel du régulateur électronique.



CRYOSTAT A T° VARIABLE TYPE III

ech / 1/4

REVENDEICATIONS

A - CONCEPTION

1. Ecran à température de l'azote liquide 4

Cet écran en métal de bonne conductivité thermique (A5), d'épaisseur 1 à 2 mm, arrête le rayonnement du tube 5 vers le bain d'hélium 1. Ainsi, le tube 5 peut être maintenu à température ambiante (rayonnement 250 fois plus élevé qu'à température de l'azote liquide) sans avoir aucune influence sur le taux d'évaporation du bain d'hélium.

Ce montage présente deux avantages :

- a) Au moment de la mise en froid du cryostat, il n'est pas nécessaire de faire circuler l'hélium pour refroidir le tube 5.
- b) En fonctionnement normal on peut régler la température de la chambre à échantillon 7 jusqu'à 300 K sans augmenter aucunement les pertes du bain 1.

Pour donner une idée de l'efficacité de cet écran 4, on peut déterminer l'autonomie du bain d'hélium (1), avec la chambre 7 et le tube 5 à température ambiante :

- avec écran 4 : autonomie > 220 h
- sans écran 4 : autonomie < 3 h

2. Séparation du fluide cryogénique et du gaz d'échange environnant l'échantillon

Après avoir traversé l'échangeur 3, l'hélium utilisé pour le refroidissement de la chambre échantillon 7, remonte non pas à l'intérieur du tube d'accès à l'échantillon 8, mais dans un espace annulaire délimité par les tubes 5 et 6. La pression du gaz d'échange (hélium) dans la chambre 7 est ainsi complètement indépendante de la pression et de la nature du fluide de refroidissement.

Avantages

2.1. Changement d'échantillon

L'échantillon, tenu par un tube inox, peut être changé lorsque le cryostat est froid ; mais cela nécessite de remettre les volumes 7 et 8 à pression atmosphérique d'hélium pour éviter les entrées d'air. Cela peut se faire sans interférer avec les réglages des débits cryogéniques.

De plus, lors de ces changements, les fausses manoeuvres sont fréquentes et se traduisent par des entrées d'air, lequel vient se solidifier dans la partie basse. Lorsque l'échangeur 3 débouche dans l'espace 8, il en résulte un bouchage de l'échangeur et un arrêt de l'expérience pour réchauffer et purger le cryostat (délai de 48 h).

La nouvelle conception de séparation des circuits n'évite pas les entrées d'air consécutives aux fausses manoeuvres, mais diminue la gravité des conséquences. Si la quantité d'air solidifié est faible, l'expérience peut continuer sans inconvénient. Si elle est trop grande et provoque par exemple des coincements mécaniques de l'échantillon, l'air est facilement évaporé en régulant la température de la chambre 7 à $T > 100$ K, et l'expérience peut être reprise au bout de 2 h.

2.2. Contrôle indépendant de l'environnement de l'échantillon

Quelles que soient les conditions de fonctionnement cryogéniques, la pression du gaz d'échange (He) autour de l'échantillon peut être maintenue à de faibles valeurs (10^{-2} à 10^{-1} torr), ce qui évite toute diffraction ou diffusion parasite. A la limite, pour des mesures à des températures > 77 K, le fluide cryogénique du bain 1 peut être de l'azote liquide, sans rien changer aux conditions d'environnement de l'échantillon.

B - TECHNOLOGIE

1. Bain d'azote liquide

- Pour des raisons de poids de bonne conductivité thermique, ce bain est en aluminium pur (A5), avec deux parois d'épaisseur ≥ 2 mm.
- Le raccordement étanche de ce bain aux trois tubes d'inox 10 se fait par collage 11.

2. Etats de surface

L'état de surface des écrans en A5 4 et 13, et de l'intérieur 12 du bain azote influence sur les pertes par rayonnement. Le polissage de l'A5 est délicat et onéreux. Un état de surface satisfaisant est obtenu à moindre frais par revêtement de ces surfaces avec du papier d'aluminium auto-collant du commerce.

3. Vanne de détente (2)

3.1. Position du filetage

La stabilité de débit de cette vanne froide est obtenue en mettant le filetage en bas du bain (1) dans l'hélium liquide. Ainsi les variations de longueur du tube de commande dues aux dilatations thermiques sont sans effet sur le réglage de la vanne.

3.2. Embrayage

La commande manuelle de la vanne 15 attaque la tige de commande 14 par l'intermédiaire d'un limiteur de couple 16. L'étanchéité de la vanne à l'hélium liquide est ainsi préservée contre de fausses manoeuvres.

4. Filtre

En raison de la très faible viscosité de l'hélium liquide d'une part, du très petit débit de maintien circulant à travers la vanne froide ($0,01 \text{ cm}^3/\text{sec}$) avec une différence de pression d'environ 760 torr d'autre part, les dimensions réelles du passage de l'hélium liquide dans la vanne sont de l'ordre du micron. Les impuretés solides contenues dans l'hélium liquide bouchent ce passage en quelques heures, si on ne prend pas la précaution de filtrer cet hélium. Ce filtre peut lui-même se boucher et peut être changé sans réchauffement du cryostat, car il est monté en bas du bain, juste en face d'un des trois tubes inox supportant le bain hélium, et peut être démonté depuis le haut avec un outil spécial même si le bain est plein d'hélium liquide.