

ATTENTION MICROFICHE USER,

The original document from which this microfiche was made was found to contain some imperfections that reduce full comprehension or some of the text despite the good technical quality of the microfiche itself. The failures may be:

- missing or illegible pages/figures;
- wrong pagination;
- poor overall printing quality, etc...

We normally refuse to microfiche such a document and request a replacement document (or page) from the national INIS Centre concerned. However, our experience shows that many months pass before such documents are replaced. Sometimes the Centre is not able to supply a better copy or, in some cases, the pages that were supposed to be missing correspond to a wrong pagination only. We feel that it is better to proceed with distributing the microfiche made of these documents than to withhold them till the imperfections are removed. If the removals are subsequently made then replacement microfiche can be issued. In line with this approach then, our specific practice for microfiching such documents is as follows:

1. A microfiche of an imperfect document will be marked with a special symbol (black circle) on the left of the title. This symbol will appear on all masters and copies of the document (1st fiche and trailer fiches) even if the imperfection is on one fiche of the report only.
2. If the incorrectnesses are not too general the reason will be specified on a sheet such as this, in the space below.
3. The microfiche will be considered as temporary, but sold at the normal price. Replacements, if they can be issued, will be available for purchase at the regular price.
4. A new document will be requested from the supplying Centre.
5. If the Centre can supply the necessary pages/document a new master fiche will be made to permit production of any replacement microfiche that may be required.

The original document from which this microfiche has been prepared has these imperfections:

- missing pages/figures numbered: 31, 37, 39, 41, 43, 49 + 60
- wrong pagination
- poor overall printing quality
- combinations of the above
- other

INIS Clearinghouse
I.A.E.A.
P.O. Box 100
A-1400, VIENNA
AUSTRIA

FR 900 3515

FRNC-TH-3635

Conservatoire National des Arts et Métiers
Centre Régional Associé
du
Languedoc Roussillon

EXC

Mémoire
présenté en vue d'obtenir
le Diplôme d'Ingénieur C.N.A.M.
en
Physique Métrologie

par

Michel CAUSSIGNAC

Contribution à l'étude d'un réfrigérateur
à dilution d' ^3He dans ^4He

soutenu le 5 juin 1980

Jury

Président :	R. Parreins	U.S.T.L Montpellier
Membres :	J. Salmon	C.N.A.M Paris
	R. Jouty	U.S.T.L. Montpellier
	De La Juganière	Ugine Aciers
	J. Flouquet	C.R.T.B.T Grenoble
	A. Benoit	C.R.T.B.T Grenoble
	J. Bagnol	U.S.T.L Montpellier
	J.C. Piéri	U.S.T.L Montpellier

607

P L A N

Introduction

CHAPITRE I

I - Réfrigération par dilution

I.1 - Séparation de phase

I.2 - Limite de solubilité

I.3 - Pression osmotique

II - Fonctionnement

II.1 - Evaporation

II.2 - Echanges de chaleur - Résistance de Kapitza

II.3 - Conduction thermique - Viscosité

II.4 - Puissance frigorifique

CHAPITRE II

I - Caractéristiques du réfrigérateur

I.1 - Cryostat

I.2 - Amorçage de la dilution - Mise à froid

I.3 - Système de pompage

II - Calorimètre

II.1 - Evaporateur

II.2 - Boîte à mélange

II.3 - Circuit de réinjection

II.3.1 - Echangeur gazeux

II.3.2 - Impédance

II.4 - Echangeurs de chaleur

II.5 - Mesure de température

CHAPITRE III

I - Essais

II - Améliorations

III - Echangeurs à poudre d'argent frittée

CONCLUSION

I N T R O D U C T I O N

Les seuls appareils qui permettaient d'obtenir une puissance frigorifique constante à très basse température avant l'apparition des réfrigérateurs à dilution étaient les cryostats à ^3He . On obtenait des températures de l'ordre de 250 mK.

En 1951, London émit l'idée que des atomes d' ^3He mélangés à l' ^4He superfluide devaient se comporter comme un gaz de Fermi idéal dont le volume est déterminé par le superfluide. Une détente isentropique effectuée sur ce quasi-gaz d' ^3He devait produire du froid. En 1960, London, Clarke et Mendoza proposèrent de refroidir une solution ^3He - ^4He dans un récipient appelé boîte à mélange. Le premier appareil fonctionnant suivant ce principe fut construit en 1964 par Das, De Bruyn-Guboter et Taconis. Dès 1966, des températures de 50 mK furent atteintes par Hall, Ford et Thompson à Manchester et à Dubna par Neganov, Borisov et Libourg. En 1967 Bon-Mardion faisait fonctionner le premier appareil au laboratoire de Grenoble et obtenait 60 mK.

Depuis, de nombreuses recherches faites en particulier au C.R.T.B.T. de Grenoble, notamment sur les échangeurs de chaleur et sur différents moyens pour réduire le film d' ^4He superfluide permettent de thermaliser des échantillons à des températures de 3 à 10 mK. Les plus basses températures ont été obtenues dans un appareil à dilution construit par Frossati au CRTBT de Grenoble. Ce réfrigérateur permet d'atteindre des températures de l'ordre de 2 mK.

Le but de notre travail n'était pas d'améliorer de tels appareils très sophistiqués, mais d'apporter des solutions nouvelles dans leur fonctionnement tout en gardant un appareillage simple.

Le cryostat que nous avons mis au point a la particularité de fonctionner sans boîte à condensation d' ^3He et d'avoir des dimensions

très réduites, ce qui nous permet de le déplacer facilement.

Ce cryostat étant destiné à des études par diffraction neutronique, il n'était pas nécessaire d'avoir de grandes performances. La température minimale enregistrée est d'environ 35 mK.

CHAPITRE I

I - PRINCIPE DE LA REFRIGERATION PAR DILUTION

I.1 - Séparation de phase

Le principe de fonctionnement des appareils à dilution est basé sur les propriétés des mélanges ${}^3\text{He}$ - ${}^4\text{He}$ aux très basses températures. Un mélange ${}^3\text{He}$ - ${}^4\text{He}$ forme une seule phase à toutes proportions au-dessus de 0,87 K. Pour des températures inférieures, ces solutions se séparent en deux phases comme le montre la figure 1.

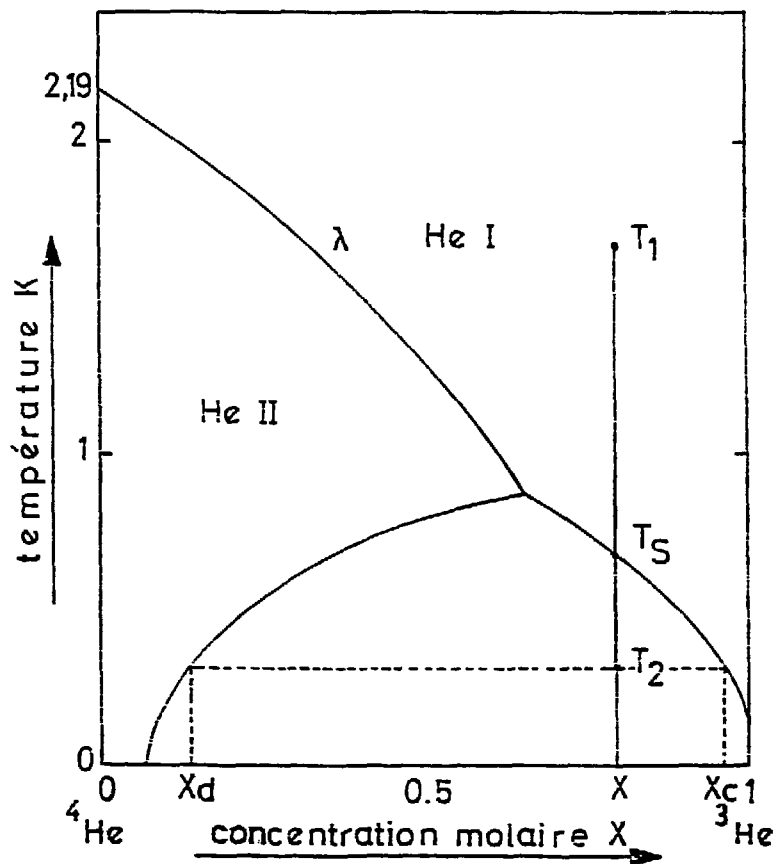


FIG. 1

DIAGRAMME DE SÉPARATION DE PHASE
DES SOLUTIONS ${}^3\text{He}$ - ${}^4\text{He}$

La ligne λ représente la frontière entre la région du fluide normal (He I) et la région du superfluide (He II).

Si une solution homogène de concentration relative en ^3He $X = \frac{n_3}{n_3+n_4}$ est refroidie de la température T_1 jusqu'à la température T_2 , elle se sépare en deux phases à partir de la température T_S .

A la température T_2 , elle est composée d'une solution diluée en ^3He , X_d et d'une solution concentrée X_c , plus légère qui se trouve donc au-dessus.

La concentration d'atomes d' ^4He dans la phase riche en ^3He décroît suivant l'expression :

$$X_c = 0,85 T^{3/2} e^{-0,56/T}$$

Par contre, la concentration en ^3He dans la phase diluée tend vers une valeur constante à $T = 0 \text{ K}$:

$$X_d = 0,0648 (1+8,4T^2+9,4T^3)$$

Cette concentration limite finie est à l'origine de la dilution continue.

Aux très basses températures, l' ^4He est presque dans son état fondamental et son entropie est négligeable. Il se comporte comme un quasi-vide vis à vis de l' ^3He , ce qui confère à ce dernier un comportement quasi-gazeux.

En fait, si le refroidissement par dilution d' ^3He dans l' ^4He ressemble à une évaporation, on se trouve par contre en présence d'un gaz qui, au contact avec son liquide, a une pression finie jusqu'à 0 K (Pression osmotique). Si on enlève des atomes d' ^3He de la phase diluée par un moyen approprié, d'autres atomes d' ^3He de la phase concentrée traverseront la surface de séparation pour rétablir l'équilibre. Ce processus est accompagné d'une chaleur latente de vaporisation.

L'entropie de la phase diluée étant plus grande que celle de la phase concentrée, la quantité de chaleur absorbée sera $\Delta Q = T\Delta S$.

I.2 - Limite de la solubilité

A des températures inférieures à 0,5 K, les atomes d' ^3He se comportent comme un gaz de Fermi-Dirac et la limite de cette solubilité à 0 K est une conséquence du principe d'exclusion de Pauli.

L'équilibre thermodynamique des deux phases implique que $\mu_{3c} = \mu_{3d}$ où c et d se rapportent aux phases concentrée et diluée et μ_3 est le potentiel chimique de l' ^3He .

$$\text{A } T = 0, \mu_{3c} = \mu_3(0) = -L_3(0)$$

$L_3(0)$ est la chaleur latente de vaporisation à 0 K. C'est l'énergie de liaison d'un atome d' ^3He dans un bain d' ^3He pur.

L'énergie de liaison d'un atome d' ^3He dans la phase diluée s'écrit $-E_3(0)$. Les atomes d' ^3He dilués dans un bain d' ^4He se comportant comme un gaz idéal de Fermi-Dirac, on a à 0 K :

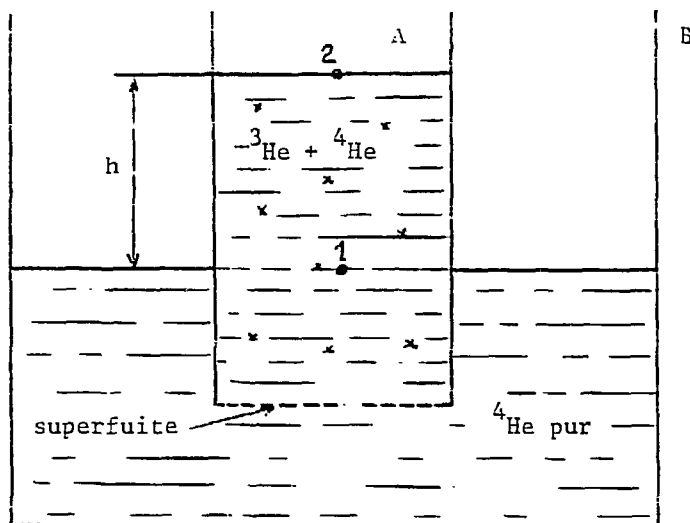
$$\mu_{3d} = -E_3(0) + kT_f$$

où $kT_f = \frac{p_f^2}{2m^*}$ est l'énergie de Fermi d'un gaz idéal de fermions de masse effective m^* . T_f varie avec la concentration X d' ^3He comme $X^{2/3}$.

$$\mu_{3c} = \mu_{3d} \text{ devient donc : } -L_3(0) = -E_3(0) + kT_f.$$

La masse effective étant égale à 2,5 fois la masse des atomes d' ^3He , cette équation fournit la densité numérique N_3/V correspondant à la solubilité limite. Pour $X = 0.065$, la température de Fermi est 0,37 K.

1.3 - Pression osmotique (Fig. 2)



Considérons un récipient A rempli de liquide ${}^3\text{He}$ dilué dans de ${}^4\text{He}$ dont le fond est constitué d'une paroi semi-perméable ne laissant passer que les atomes d' ${}^4\text{He}$ superfluide. Ce récipient est plongé dans un vase B contenant du liquide ${}^4\text{He}$ pur de façon que les niveaux dans A et B soient identiques.

On constate qu'il se produit une dénivellation entre les deux surfaces libres. La surface libre de la solution s'établissant au niveau le plus élevé est la preuve que des atomes d' ${}^4\text{He}$ de B ont traversé la superfuite en direction de A.

Si ρ est la masse spécifique de la solution, la pression au point 1 est : $P_1 = P_2 + \rho gh$.

L'excès de pression par rapport à la pression en 2 à la surface libre de la solution est $\pi = \rho gh$.

Cette pression π est la pression osmotique de la solution.

Si le nombre d'atomes d' ^3He est petit par rapport au nombre total d'atomes de la solution, on peut écrire :

$$\pi V = N_0 kT = \frac{2}{3} \bar{E} N_0$$

V est le volume molaire d' ^3He

\bar{E} est l'énergie moyenne de la particule à la température T

N_0 est le nombre d'Avogadro.

La pression osmotique π est la même que la pression qu'exercerait le même nombre de mole d'un gaz parfait occupant le volume de la solution.

L'énergie moyenne à la température de Fermi est :

$$\bar{E} = \frac{3}{5} kT_f$$

c'est-à-dire que \bar{E} à la température T est égal à :

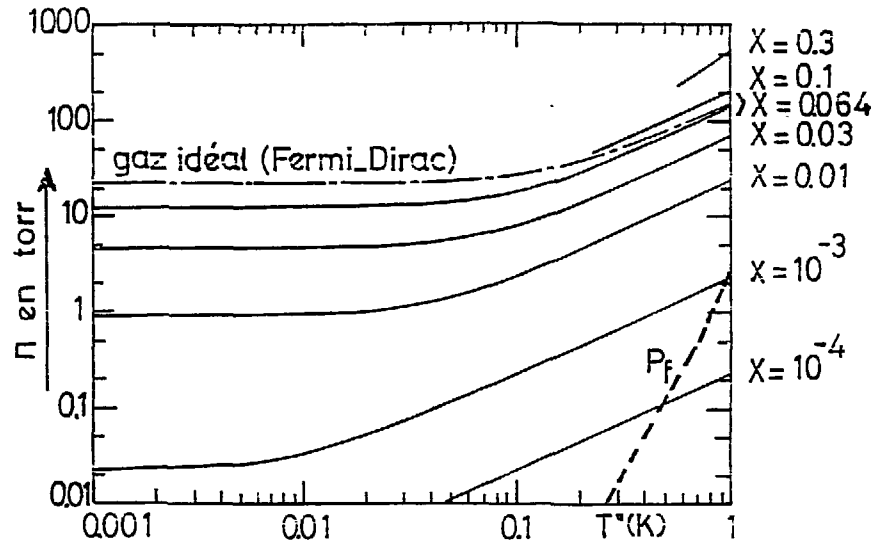
$$\bar{E}_T = \frac{3}{5} kT_f \quad \text{avec} \quad T < T_f$$

Une solution contenant 6 % d' ^3He à une température inférieure à T_f à une pression osmotique donnée par :

$$\pi V = \frac{2}{3} RT_f$$

Pour $T \ll T_f$, on trouve $\pi \approx 20 \text{ mm Hg}$. Par comparaison, la tension de vapeur de ^3He pur n'est que de 0,5 mm Hg à 0,6 K.

FIG. 2



VARIATION DE LA PRESSION OSMOTIQUE
DE DIFFÉRENTES SOLUTIONS $\text{He}_3\text{-He}_4$
EN FONCTION DE LA TEMPÉRATURE

II - PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT (fig. 3)

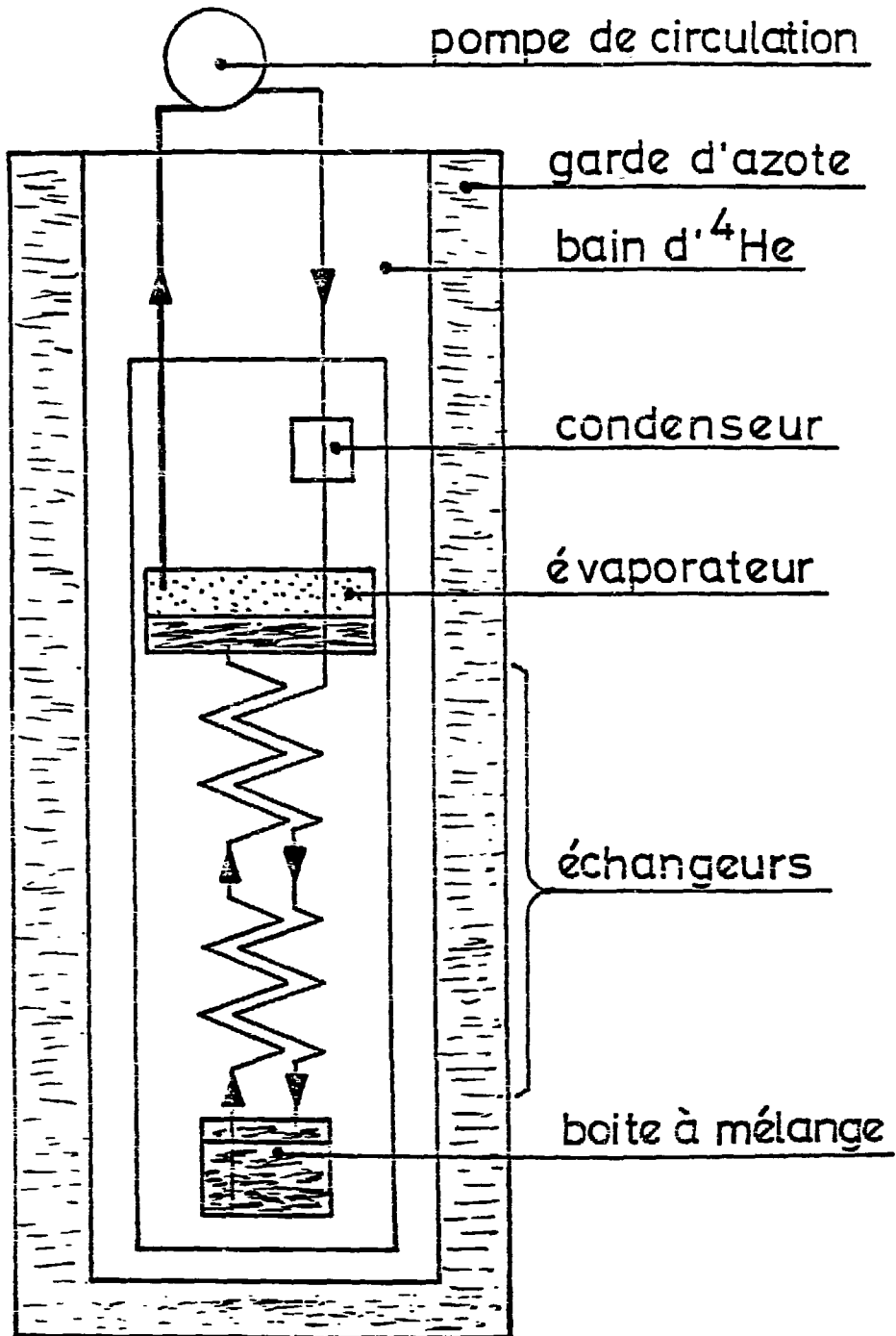
La pression fontaine étant faible, on admet que l' ^3He en dilution est entraîné vers l'évaporateur à travers la colonne d' ^4He qui ne circule pas. Si les pertes de charges dans cette partie sont nulles, la concentration en ^3He va varier entre la chambre de mélange et l'évaporateur.

La figure 2 permet de déterminer la concentration X en ^3He dans le bouilleur. Si $\Delta\eta = 0$, on voit que $X_{\text{bouilleur}}$ est de l'ordre de 0,01 pour des températures du bouilleur comprises entre 0,6 et 0,8 K et $X = 0,064$ dans la boîte à mélange. Le moyen utilisé pour enlever les atomes d' ^3He est la distillation sous vide dans l'évaporateur. Bien que la concentration d' ^3He ne soit que de 1 %, le gaz évaporé est pratiquement de l' ^3He pur du fait de sa grande tension de vapeur.

! K !	! P_3 torr !	! P_4 torr !	! P_3/P_4 !	! X_a !
! 0,50 !	! 0,014 !	! $15 \cdot 10^{-6}$!	! 930 !	! 99,8 !
! 0,55 !	! 0,023 !	! $75 \cdot 10^{-6}$!	! 310 !	! 99,6 !
! 0,60 !	! 0,034 !	! $30 \cdot 10^{-5}$!	! 110 !	! 99,1 !
! 0,65 !	! 0,048 !	! $90 \cdot 10^{-5}$!	! 53 !	! 98,1 !
! 0,70 !	! 0,064 !	! $24 \cdot 10^{-4}$!	! 26 !	! 96,4 !
! 0,75 !	! 0,083 !	! $57 \cdot 10^{-4}$!	! 15 !	! 93,6 !
! 0,80 !	! 0,103 !	! $115 \cdot 10^{-4}$!	! 8,9 !	! 90,7 !
! 0,85 !	! 0,126 !	! $2 \cdot 10^{-2}$!	! 6,3 !	! 86,3 !
! 0,90 !	! 0,150 !	! $4 \cdot 10^{-2}$!	! 3,75 !	! 79,9 !
! 1,00 !	! 0,200 !	! $10 \cdot 10^{-2}$!	! 2 !	! 66,6 !

Tableau 1 - Tension de vapeur partielle dans le bouilleur et concentration atomique.

FIG. 3

RÉFRIGÉRATEUR À DILUTION

Les vapeurs sont pompées à température ambiante, refroidies à 4 K, puis liquéfiées dans un condenseur. Le liquide est ensuite refroidi dans une série d'échangeurs avant de pénétrer à nouveau dans la boîte à mélange. L'évaporateur impose donc le débit. Il ne doit autoriser qu'une faible concentration en ^4He dans le gaz pompé. En effet, si le pourcentage en ^4He est trop élevé, il y aura démixion dans les échangeurs qui devront absorber en plus de la chaleur de refroidissement la chaleur de démixion.

II.1 - Evaporation

Si on pompe sur un mélange $^3\text{He}-^4\text{He}$, la quantité qui s'évapore est donnée par la formule de Langmuir :

$$q = \sqrt{\frac{M}{2\pi RT}} [P(T) - P]$$

q est le débit en masse par unité de surface ($\text{g cm}^{-2} \text{s}^{-1}$)

$P(T)$ est la tension de vapeur en torr

P est la pression au-dessus du bain en torr

Pour l' ^3He : $q_3 = 33,65 \cdot 10^3 \frac{P_3(T) - P_{03}}{\sqrt{T}} \mu\text{mole cm}^{-2} \text{s}^{-1}$

Pour l' ^4He : $q_4 = 29,26 \cdot 10^3 \frac{P_4(T) - P_{04}}{\sqrt{T}} \mu\text{mole cm}^{-2} \text{s}^{-1}$

P_{03} et P_{04} sont les pressions partielles de l' ^3He et de l' ^4He au-dessus du bain. La concentration molaire du gaz est :

$$x_a = \frac{q_3}{q_3 + q_4}$$

et $P_{03} = x p_0$, $P_{04} = (1-x) p_0$.

La quantité d'hélium qui s'évapore est donc :

$$q_3 + q_4 \approx 33 \cdot 10^3 \frac{P_3(T) + P_4(T) - P_0}{\sqrt{T}} \mu\text{mole cm}^{-2} \text{s}^{-1}$$

Pour des températures inférieures à 0,8 K, P_4 est faible devant P_3 et on peut le négliger.

Finalement, la quantité qui s'évapore est :

$$q_3 = 33.10^3 \frac{P_3(T) - P_0}{\sqrt{T}} A \text{ } \mu\text{mole s}^{-1}$$

A est la surface d'évaporation

Pour $T = 0,7 \text{ K}$ et un débit de $50 \text{ } \mu\text{mole s}^{-1}$, on trouve :

$$P_3(T) - P_0 = 1,27.10^{-4} \text{ torr si } A = 10 \text{ cm}^2$$

$P_3(0,7) = 6,4.10^{-2} \text{ torr}$, c'est-à-dire que P_0 est pratiquement égal à $P_3(T)$.
La pression au-dessus du bain est donc égale à $P_3 + P_4$.

Si X_m est la concentration en masse, la concentration atomique vaut :

$$X_a = \frac{4X_m}{3 + X_m}$$

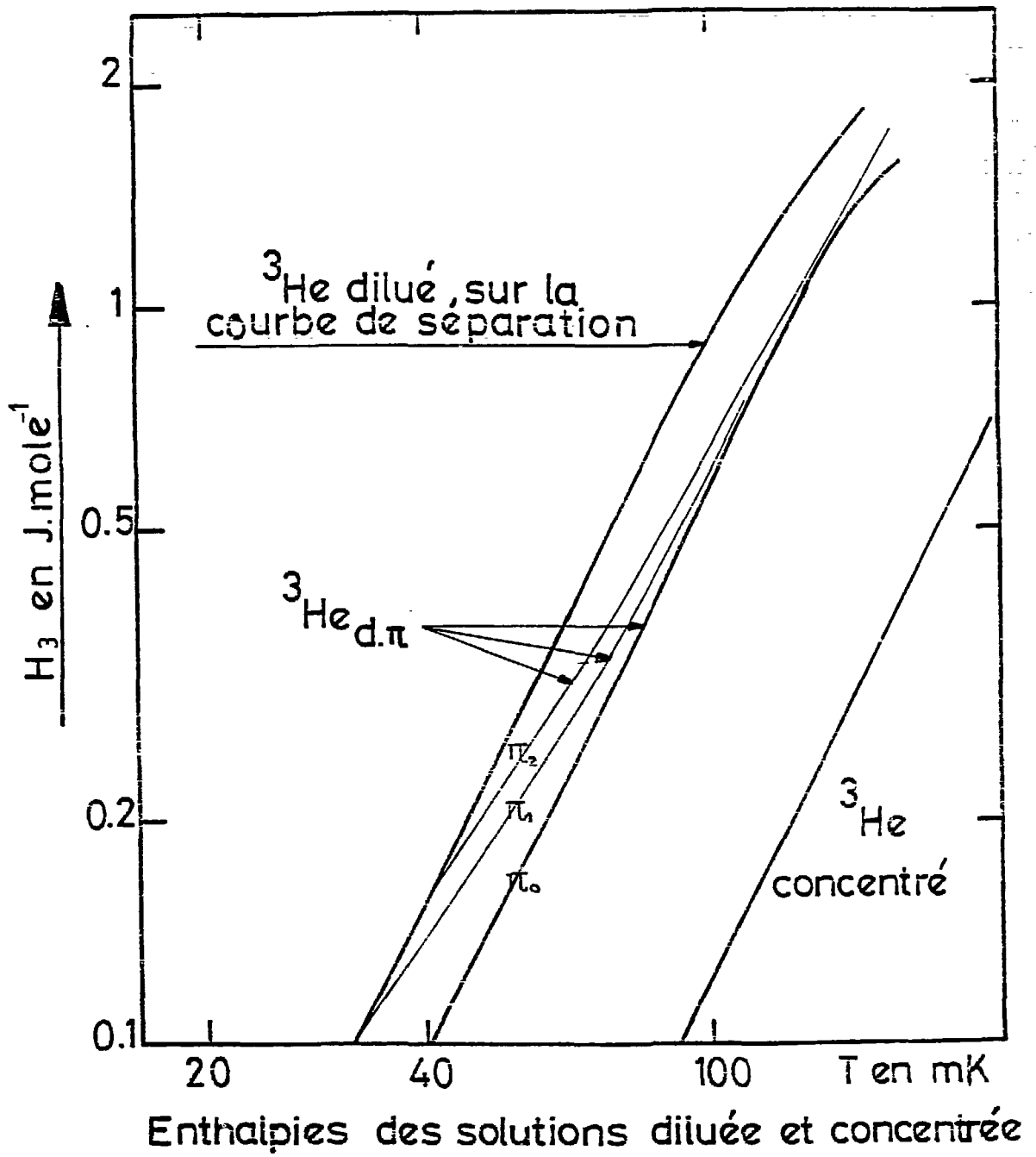
Film superfluide

On voit sur le tableau 1 que, pour des températures du bouilleur inférieures à $0,8 \text{ K}$, la concentration de 1^3He dans le gaz évaporé dépasse 90% .

Au gaz s'évaporant s'ajoute le film d' 4He superfluide qui se vaporise dans les conduites de pompage faisant décroître la teneur en 3He . Son débit est proportionnel au périmètre mouillé. Il est de quelques dizaines de $\text{mole cm}^{-1} \text{ s}^{-1}$. Cette vitesse est pratiquement indépendante de la température et peut varier d'un facteur 10 sur les métaux suivant l'état des surfaces. Elle est minimale sur les verres.

Si on travaille à basse température, le gaz évaporé est riche en 3He mais la tension de vapeur étant faible, le débit du film fait croître la teneur en 4He . A haute température, la tension de vapeur de 1^4He se rapproche de celle de 1^3He et sa concentration augmente.

FIG. 4



Les meilleurs résultats sont obtenus pour des températures de l'évaporateur de l'ordre de 0,6 à 0,8 K.

Il existe deux solutions pour limiter le film : soit en réduisant le périmètre mouillé par l'utilisation d'un diaphragme, soit en évaporant le film par chauffage avant qu'il ne pénètre dans la conduite d'aspiration, ce gaz étant ensuite recondensé par un moyen approprié. Pour des réfrigérateurs à grandes performances, le brulage du film permet de circuler 98,5 % d'³He.

II.2 - Echanges de chaleur

Par atome d'³He, l'enthalpie de la phase diluée étant plus grande que celle de la phase concentrée, il est possible grâce à des échangeurs de prérefroidir l'³He réinjecté jusqu'aux plus basses températures, le processus de dilution devenant alors continu (fig. 4).

II.2.1 - Résistance de Kapitza

A basse température, l'énergie échangée entre l'hélium et un solide se fait par l'intermédiaire des phonons. L'échange de chaleur par rayonnement acoustique suit une loi semblable à la loi de Stefan, suivant laquelle le flux d'énergie est donné par :

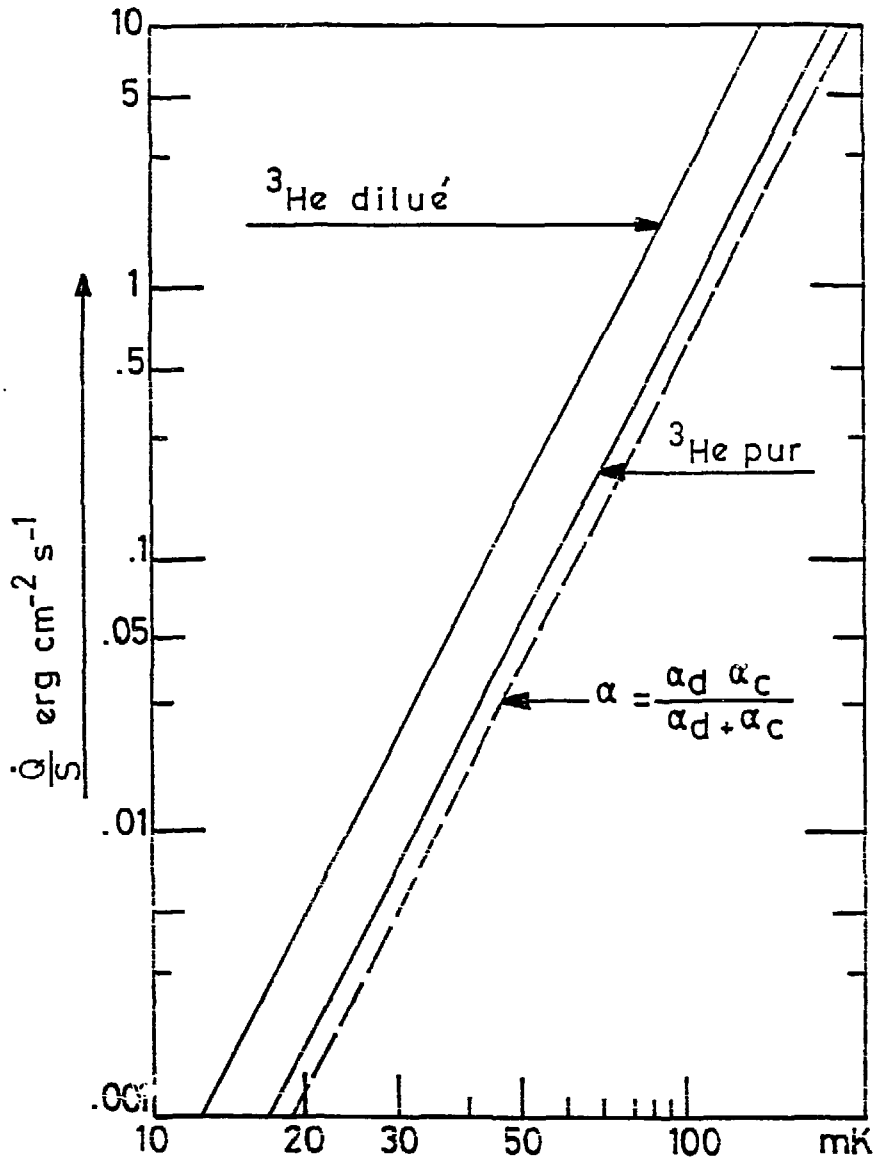
$$\frac{\dot{Q}}{S} = \alpha(T_2^4 - T_1^4)$$

Si les températures sont telles que $T_2 - T_1 = \Delta T \ll T_2$, la loi prend la forme :

$$\frac{\dot{Q}}{S} = 4\alpha T^3 \Delta T = \frac{\Delta T}{R_K}$$

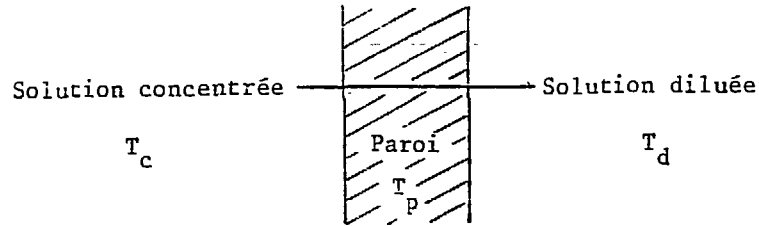
$R_K = \frac{1}{4\alpha T^3} \text{ cm}^2 \text{ K W}^{-1}$ est la résistance de Kapitza.

FIG. 5



Variation en fonction de la température
du flux de chaleur dû à la résistance
de Kapitza entre le cuivre et l'hélium³

Echange de chaleur entre les solutions diluée et concentrée par l'intermédiaire d'une paroi :



On peut supposer que la température de la paroi est homogène et égale à T_p .

$$\text{Echange paroi-solution diluée : } \frac{\dot{Q}}{S_d} = \alpha_d (T_p^4 - T_d^4)$$

$$\text{Echange paroi-solution concentrée : } \frac{\dot{Q}}{S_c} = \alpha_c (T_c^4 - T_p^4)$$

En éliminant T_p , on obtient :

$$\dot{Q} = \frac{S_c S_d \cdot \alpha_c \alpha_d}{S_c \alpha_c + S_d \alpha_d} (T_c^4 - T_d^4)$$

$$\text{Si } S_d = S_c \text{ et } \alpha = \frac{\alpha_c \alpha_d}{\alpha_c + \alpha_d} :$$

$$\boxed{\frac{\dot{Q}}{S} = \alpha (T_c^4 - T_d^4) \text{ erg cm}^{-2} \text{ s}^{-1}}$$

α est le coefficient d'échange superficiel.

$$\begin{aligned} \text{Pour le cuivre et l}'^3\text{He : } \alpha_d &= 3,6 \cdot 10^4 \text{ erg cm}^{-2} \text{ s}^{-1} \text{ K}^{-4} \\ \alpha_c &= 1,25 \cdot 10^4 \text{ erg cm}^{-2} \text{ s}^{-1} \text{ k}^{-4} \\ \alpha &= 0,93 \cdot 10^4 \end{aligned}$$

Les valeurs de $\frac{\dot{Q}}{S}$ et de α sont données sur la figure 5.

Par exemple, pour une paroi à 55 mK en contact avec la phase diluée à 50 mK, l'énergie échangée est :

$$\frac{\dot{Q}}{S} = 0,1 \text{ erg cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$$

c'est-à-dire que la surface nécessaire pour transmettre 1 erg s^{-1} serait de 10 cm^2 . Pour des températures 10 fois plus faibles, il faut une surface

d'échange de 10 m^2 .

II.3 - Conduction thermique et viscosité (fig. 6)

Ces deux grandeurs diminuent l'efficacité des échangeurs, d'autant plus qu'elles augmentent vers les basses températures.

La viscosité de l'hélium 3 concentrée et diluée à très basse température est de la forme :

$$\eta = \frac{\gamma}{T^2}$$

où $\gamma = 2.10^{-7} \text{ Nsm}^{-2}$ pour la phase concentrée et $0,5.10^{-7} \text{ Nsm}^{-2}$ pour la phase diluée. Le réchauffement par viscosité vaut :

$$Q_v = Z\eta V^2 \dot{n}^2$$

V est le volume molaire, pour la solution concentrée : $V_C = 36,86 \text{ cm}^3 \text{ mole}^{-1}$ et pour la solution diluée : $V_D = 27,5 X^{-1} \text{ cm}^3 \text{ mole}^{-1}$, pour $X = 6,4 \%$, $V_D = 430 \text{ cm}^3 \text{ mole}^{-1}$.

Pour un tube de diamètre d et longueur L , l'impédance $Z = \frac{128L}{\pi d^4}$.
Pour une section rectangulaire de côtés a et b , a étant la plus grande dimension, $Z = \frac{12L}{ab^3}$.

La conduction thermique est donnée par :

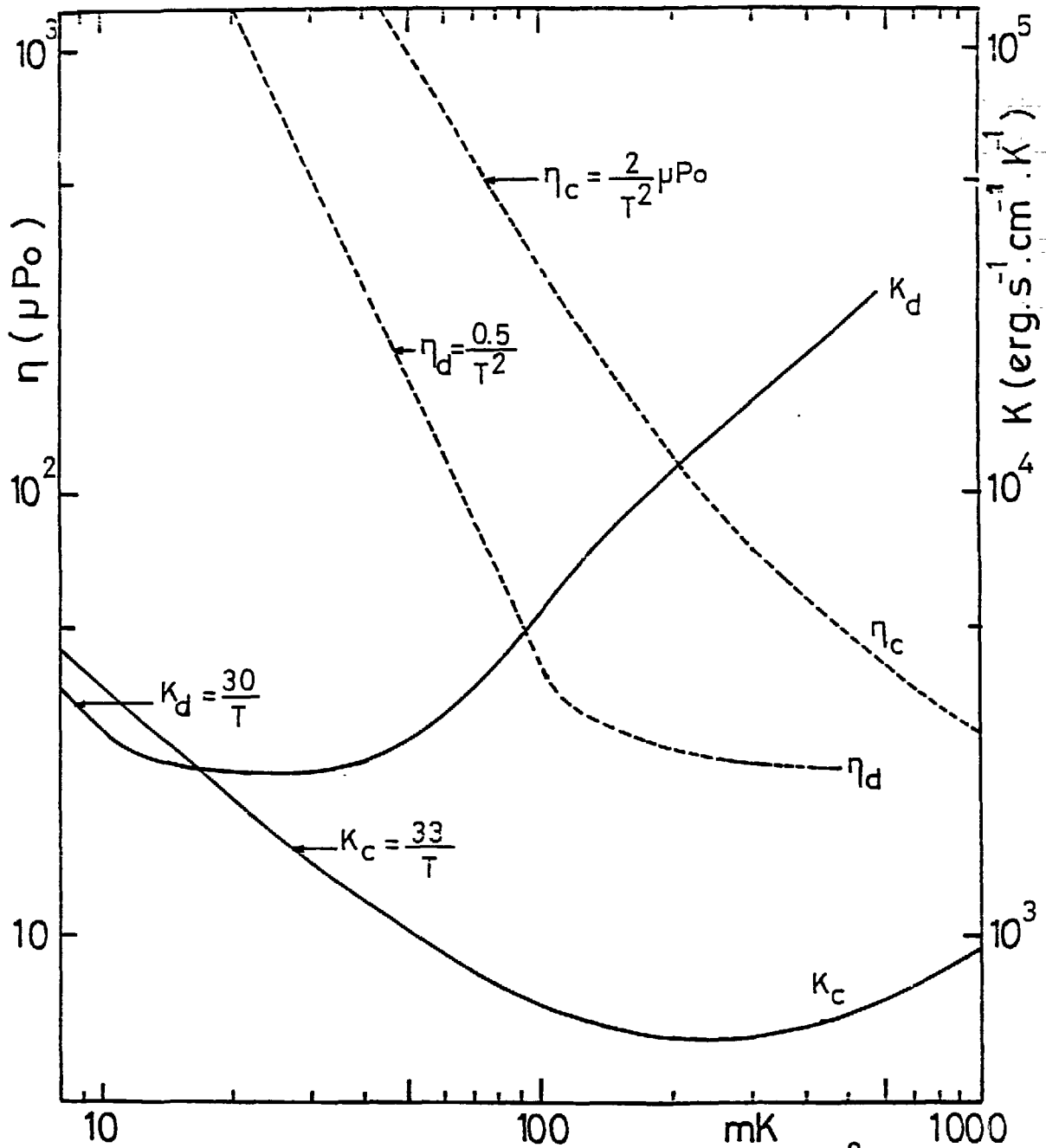
$$K = \frac{A}{T}$$

avec $A = 33.10^{-5} \text{ W m}^{-1}$ pour la phase concentrée et $30.10^{-5} \text{ W m}^{-1}$ pour la phase diluée. Le réchauffement par conduction est :

$$Q_c = \frac{d^2 K}{4L} 2n(1 + \Delta T/T)$$

Q_v est proportionnel à Ld^{-4} et Q_c est proportionnel à $L^{-1}d^2$, il est toujours possible de réduire $Q_v + Q_c$ en augmentant la longueur et le diamètre

FIG. 6



A très basse température, la viscosité suit une loi en $1/T^2$ liée au liquide de Fermi, à haute température elle se rapproche de celle d'un gaz en \sqrt{T} .

La conduction thermique varie comme $1/T$ à très basse température et comme \sqrt{T} lorsque la température augmente.

des échangeurs mais on est généralement limité par les dimensions du calorimètre.

II.4 - Puissance frigorifique

Le niveau de séparation de phase restant le même, le nombre d'atomes d' ^3He qui arrivent dans la boîte à mélange est égal au nombre d'atomes qui remontent vers l'évaporateur. La température est maintenue constante par l'apport de chaleur Q . L'entropie de l' ^4He est nulle et les processus sont réversibles. On peut écrire :

$$\dot{Q} = \dot{n}_3 T \left[S_d(T) - S_c(T) \right]$$

On a $G = \sum \mu_n = \mu + PV - TS = H - TS$, c'est-à-dire :

$$H = N_3 \mu_3 + N_4 \mu_4 + TS$$

avec $\mu_{3c} = \mu_{3d}$

$\mu_{4c} = \mu_{4d}$

qui est la condition d'équilibre thermique entre les deux phases.

La chaleur latente de dilution isotherme est :

$$\dot{Q} = \dot{n}_3 \left[H_d(T_{BM}) - H_c(T_{BM}) \right]$$

Si l' ^3He arrive dans la boîte à mélange à la température T_c , il apportera une quantité de chaleur telle que :

$$\dot{Q}_c = \dot{n}_3 \left[H_c(T_c) - H_c(T_{BM}) \right]$$

La quantité de chaleur à fournir pour maintenir la température constante sera :

$$\dot{Q}_f = \dot{Q} - \dot{Q}_c$$

c'est-à-dire
$$\dot{Q}_f = \dot{n}_3 \left[H_d(T_{BM}) - H_c(T_c) \right]$$

Pour des températures ≤ 100 mK la chaleur spécifique de 1^3He pur est à $P = 0$:

$$C_3 = 25 T \text{ J.mole}^{-1} \text{ K}^{-1}$$

Pour la phase diluée le long de la courbe de séparation :

$$C_{3d} = 107 T \text{ J.mole}^{-1} \text{ K}^{-1}$$

$$dH = TdS + VdP \text{ et } dP = 0$$

$$\begin{aligned} H_3(T) &= H_3(0) + \int_0^T C_3 dT \\ &= H_3(0) + 12,5 T^2 \text{ J mole}^{-1} \end{aligned}$$

$H_3(0)$ est l'enthalpie à $T = 0$ de l'hélium trois que nous prenons égal à zéro. A la séparation de phase, on peut écrire :

$$\mu_c = H_c - TS_c = \mu_d = H_d - TS_d$$

c'est-à-dire
$$H_d = H_c + T(S_d - S_c)$$

avec
$$S_c = \int_0^T C_3 \frac{dT}{T} = 25 T \text{ J mole}^{-1} \text{ K}^{-1}$$

$$S_d = \int_0^T C_{3d} \frac{dT}{T} = 107 T \text{ J mole}^{-1} \text{ K}^{-1}$$

On obtient :
$$H_d = 12,5 T^2 + 107 T^2 - 25 T^2$$

$$\underline{H_d = 94,5 T^2 \text{ J mole}^{-1}}$$

On aura la température limite quand l'apport de chaleur équilibre la puissance frigorifique :

$$\dot{Q} = \dot{n}_3 \left[95 T_{BM}^2 - 12,5 T_c^2 \right] \text{ Joule}$$

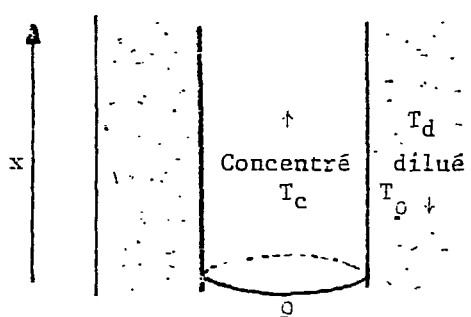
Pour une entrée de chaleur donnée, la température sera minimale si $T_c = T_{BM}$. Dans l'hypothèse où la puissance parasite serait nulle, on obtient :

$$T_{BM} = 0,36 T_c$$

ce qui montre qu'il faut refroidir le plus possible l' ^3He avant qu'il pénètre dans la boîte à mélange si on veut atteindre une température minimale.

Echangeurs de chaleur parfait

Considérons un échangeur continu constitué de 2 tubes concentriques :



\varnothing est le périmètre du tube intérieur, T_\varnothing la température de la paroi qui sépare les deux phases.

La quantité de chaleur échangée est :

$$\frac{\Delta \dot{Q}}{\rho \cdot \Delta x} = \alpha_d (T_\varnothing^4 - T_d^4)$$

$$\frac{\Delta \dot{Q}}{\rho \cdot \Delta x} = \alpha_c (T_c^4 - T_\varnothing^4)$$

c'est-à-dire :
$$\frac{\Delta \dot{Q}}{\rho \Delta x} = \frac{\alpha_c - \alpha_d}{\alpha_c + \alpha_d} (T_c^4 - T_d^4) = \alpha_m (T_c^4 - T_d^4)$$

$$\alpha_m (T_c^4 - T_d^4) \rho dx = \dot{n} a T_c dT_c = \dot{n} b T_d dT_d$$

$$\begin{cases} C_c = aT_c \\ C_d = bT_d \end{cases}$$

C_c et C_d sont les chaleurs spécifiques.

Si l'échange de chaleur est parfait, c'est-à-dire que toute la chaleur cédée par la phase concentrée va à la phase diluée, on a l'égalité

$$aT_c^2 = bT_d^2$$

d'où
$$\dot{n}aT_c \frac{dT_c}{dx} = \alpha_m \cdot \rho \cdot T_c^4 \left[1 - \left(\frac{a}{b}\right)^2 \right]$$

en posant
$$A = \frac{\alpha_m \rho \left[1 - \left(\frac{a}{b}\right)^2 \right]}{\dot{n}a}$$

on obtient :
$$\frac{dT_c}{T_c^3} = A dx$$

En intégrant de $x = 0$, le point où la phase concentrée pénètre dans la boîte à mélange à $x = L$, où L est la longueur totale de l'échangeur :

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

$T_c(L)$ est la température du bouilleur de l'ordre de 0,7 K, si on néglige les apports de chaleur, $T_c^{-2}(L)$ peut être négligé puisque

$$T_{BM} \approx 0,36 T_c(0)$$

c'est-à-dire :

$$T_{BM}^{-2} = 15,4 AL$$

Si on néglige le terme $\left(\frac{a}{b}\right)^2 \approx 5 \cdot 10^{-2}$ et $L_D = \sigma$ étant la surface totale d'échange, on obtient une expression reliant la température de la boîte à mélange aux caractéristiques de l'échangeur continu dans le cas idéal :

$$T_{BM}^2 = \frac{6,4}{4\alpha_m} \frac{\dot{n}}{\sigma} = 6,4 R_{K_m} \frac{\dot{n}}{\sigma}$$

$R_{K_m} = \frac{1}{4\alpha_m}$ est la résistivité moyenne de Kapitza.

En réalité, il y a toujours une entrée de chaleur dans la boîte à mélange. Si la surface d'échange est infinie, $T_c(0) = T_{BM}$ et :

$$T_{BM}^2 = 1,22 \cdot 10^{-2} \frac{\dot{Q}}{\dot{n}}$$

Finalement, on obtient :

$$T_{BM}^2 = 6,4 R_{K_m} \frac{\dot{n}}{\sigma} + 1,22 \cdot 10^{-2} \frac{\dot{Q}}{\dot{n}}$$

\dot{n} est exprimé en $\text{mole} \cdot \text{s}^{-1}$, R_{K_m} en $\text{m}^2 \cdot \text{K}^4 \cdot \text{W}^{-1}$ et σ en m^2 .

Cette formule montre que pour obtenir une température minimale dans la boîte à mélange, il faut avoir de très grandes surfaces d'échanges.

C H A P I T R E I I

I - CARACTERISTIQUES GENERALES DU REFRIGERATEUR

I.1 - Cryostat (Fig. 7A et 7B)

Le cryostat que nous utilisons mesure 1,2 m de hauteur et a un diamètre extérieur de 40 cm. Le vase à ^4He et la garde d'azote ont chacun un volume d'environ 20 litres. L'enceinte à vide est garnie sur le plus grand diamètre d'une enveloppe de superisolant de 15 mm d'épaisseur. L'autonomie est de trois à quatre jours. La partie dilution que nous avons conçue est à l'intérieur du cryostat et introduite par le haut, ce qui nous a imposé un diamètre maximum de 83 mm pour la partie haute et seulement 72 mm pour le passage du calorimètre.

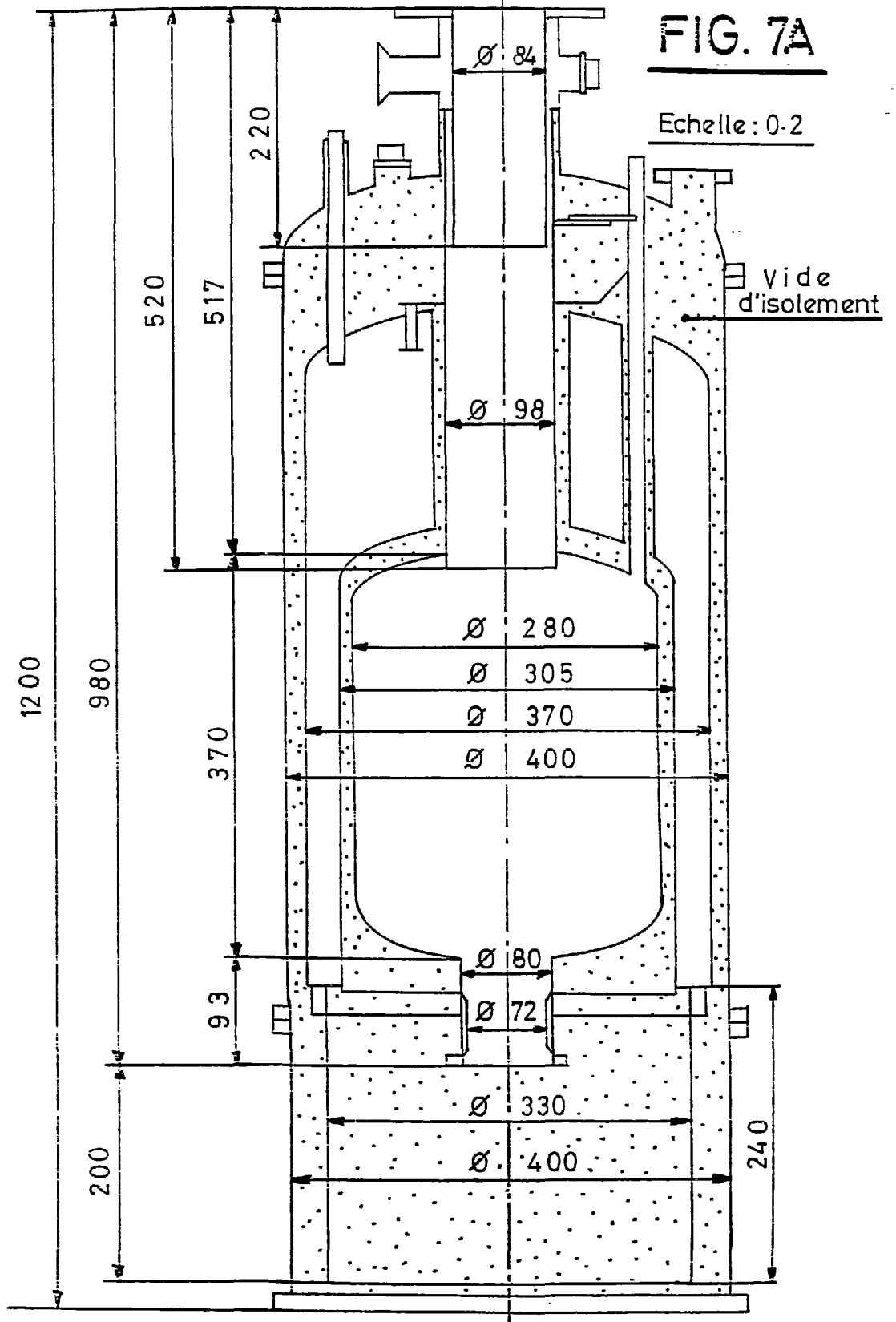
Ce cryostat étant prévu pour être placé devant les faisceaux de neutrons de l'ILL, il fallait laisser suffisamment de place entre la partie inférieure de la dilution et le fond du cryostat afin que les échantillons éventuels se trouvent bien dans l'axe du faisceau. Un échangeur étant posé au-dessus du calorimètre, nous avons réduit sa hauteur au maximum de façon à ce que cet échangeur puisse baigner dans l'hélium lorsque le niveau est très bas.

L'ensemble de la dilution se trouvant à l'intérieur du calorimètre est donc très compacte : 17 cm de hauteur pour 6 cm de diamètre.

I.2 - Fonctionnement - Amorçage de la dilution (fig. 8)

Le circuit est rempli avec un mélange ^3He - ^4He dont les proportions sont calculées de façon qu'à l'équilibre à basse température, l' ^3He occupe tout le côté concentré et que la séparation de phase se trouve dans la boîte à mélange, le côté dilué devant être rempli de mélange ^4He - ^3He dilué jusqu'à un niveau convenable dans l'évaporateur. Pour amorcer la

CRYOSTAT - DIMENSIONS



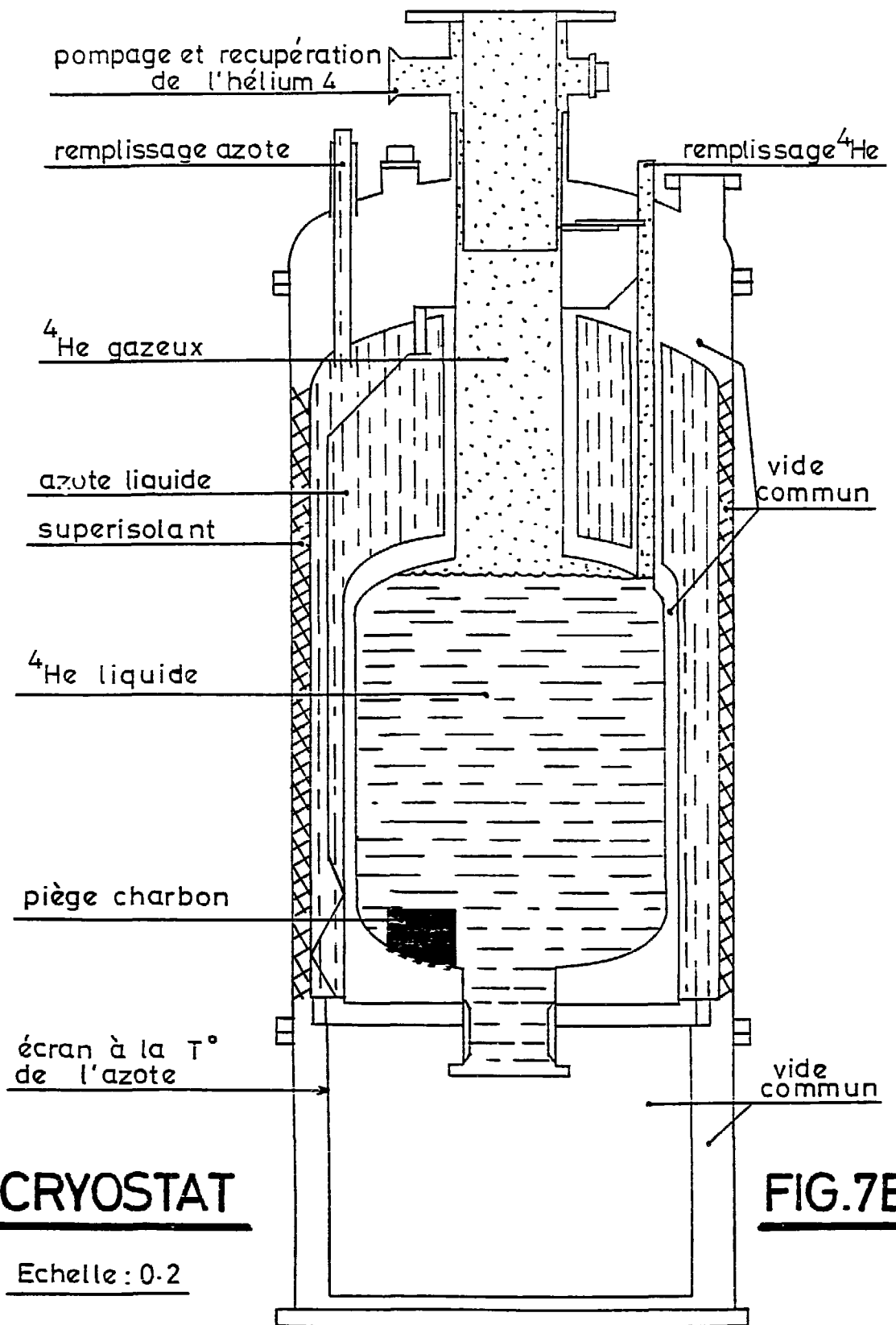
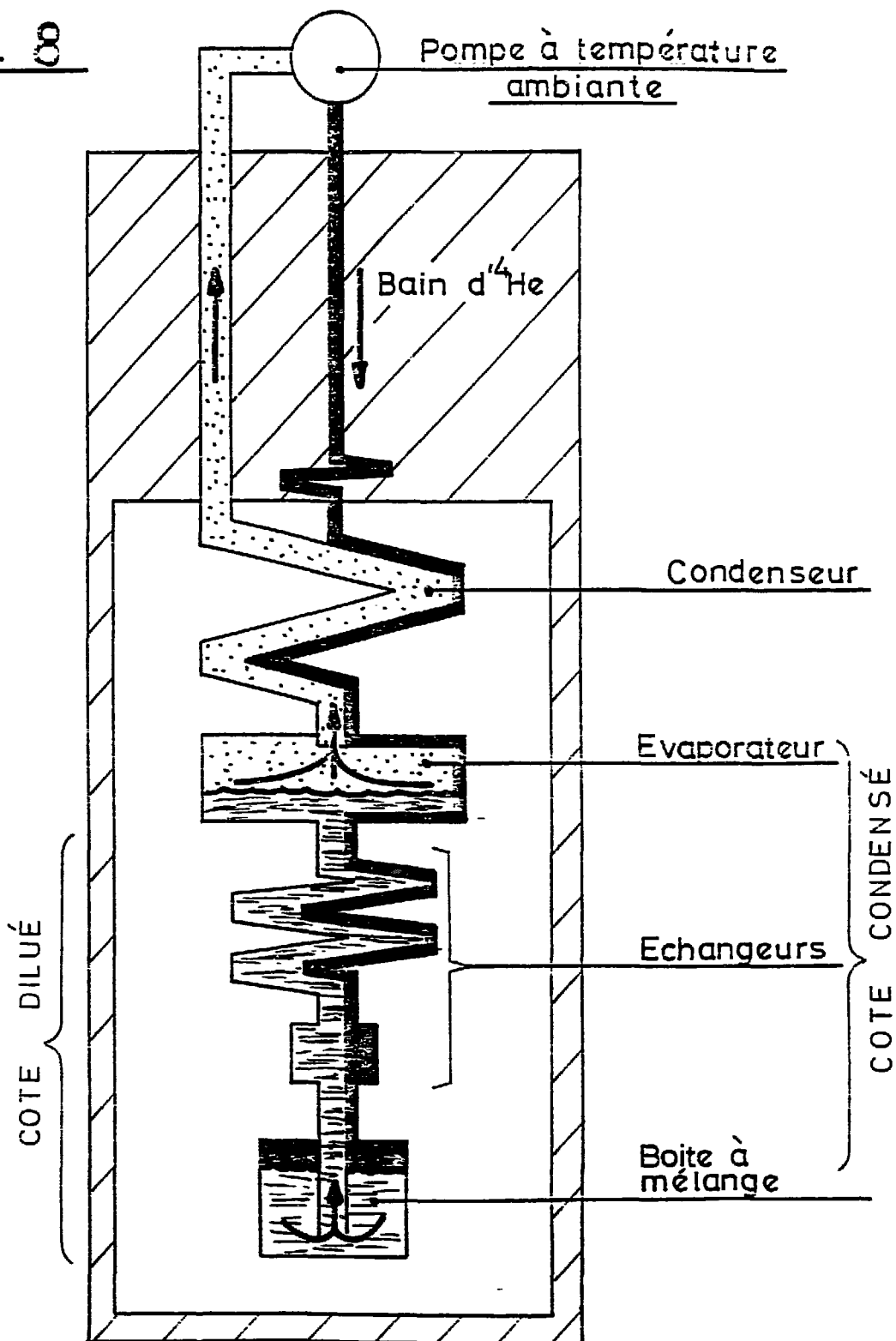


DIAGRAMME D'UN APPAREIL A DILUTION

FIG. 8



dilution, on abaisse la pression au-dessus du bain d' ^4He de façon à obtenir une température de l'ordre de 2,5 K et on fait circuler le mélange ^3He - ^4He en réduisant la pression dans l'évaporateur grâce à une pompe se trouvant à la température ambiante. La condensation du mélange à réinjecter se fait dans un échangeur qui baigne dans l' ^4He à 2,5 K. L'évaporateur commence à se refroidir dès qu'il se remplit de liquide, provoquant la séparation de phase à ce niveau. La phase riche en ^3He , plus légère se trouve au-dessus, elle est pompée rapidement et réinjectée du côté concentré. Dans la partie se trouvant entre la boîte à mélange et l'évaporateur, il ne reste plus que du mélange pauvre en ^3He . Quand le circuit est entièrement rempli de liquide, la pression partielle de l' ^3He devient très faible et le débit décroît. Il faut alors chauffer l'évaporateur à une température suffisante pour avoir un fort débit, c'est-à-dire une puissance convenable.

On laisse la pression remonter sur le bain d' ^4He jusqu'à la pression atmosphérique, la condensation du gaz réinjecté peut alors se faire dans l'échangeur gazeux.

Le processus de dilution continue dans la boîte à mélange qui se refroidit jusqu'à ce que les apports de chaleur équilibrent la puissance frigorifique.

Temps de mise à froid

Le vide d'isolement est obtenu grâce à une pompe Alcatel ($14 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$), couplée à une pompe à diffusion d'huile.

La pression du gaz résiduel doit être assez basse pour que le libre parcours moyen des molécules soit au minimum de 10 fois la distance entre les parois. La conductivité devient pratiquement nulle lorsqu'on atteint une pression de 10^{-5} torr.

Un piège à charbon à la température de l'hélium permet d'améliorer ce vide pendant le fonctionnement.

Pendant le remplissage de la garde d'azote, le vase à ^4He et le calorimètre sont sous 1 atmosphère d'hélium gazeux. Après 3 heures, l'intérieur du calorimètre est à la température de l'azote.

Le transfert d'hélium liquide dure 1 heure environ, le calorimètre étant à 4 K à la fin du remplissage.

Nous disposons de 30 litres de mélange dont 5,5 litres d' ^3He , qui sont stockés dans un ballon étanche de 37 litres sous une pression de 0,3 Atm. Cette dépression empêche le gaz de s'échapper en cas de fuite. La condensation de tout le mélange se fait en 5 ou 6 heures, c'est-à-dire qu'il faut environ 10 heures pour obtenir la température minimale dans la boîte à mélange.

I.3 - Système de pompage

1) Circuit de vide pour le pompage du calorimètre

Nous utilisons la pompe décrite précédemment. Lorsque le vide est voisin de 10^{-6} torr, le calorimètre est isolé et on arrête le pompage.

L'étanchéité entre les différents éléments est faite avec des joints indium de 1 mm de diamètre, enduits de graisse à vide Apiezon et serrés par vis-écrous.

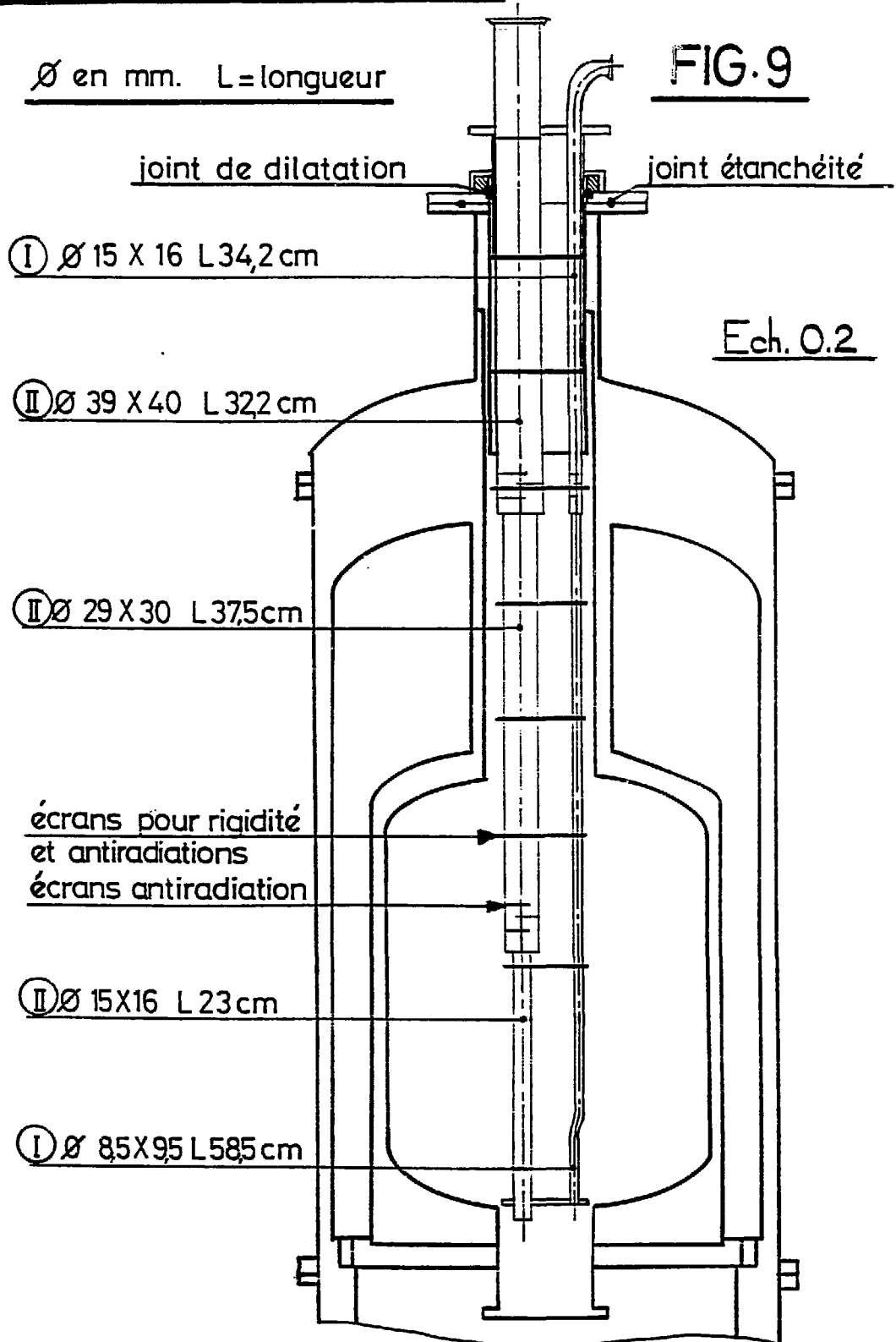
2) Circuit ^3He - ^4He

Ce circuit est entièrement étanche. Nous utilisons une pompe Alcatel dont le débit est de $30 \text{ m}^3 \text{ h}^{-1}$. Le système est constitué de 4 tubes de diamètres croissants depuis les parties les plus froides.

Les liaisons cryostats-pompe sont faites par raccords Leybold et vannes Vat en aluminium. Les diamètres et longueurs des tubes sont donnés sur la figure 9.

① Pompage du calorimètre

② Aspiration ^3He - ^4He



étanches par une soudure étain. Le volume intérieur disponible est de 22 cm^3 et la surface libre du liquide de 17 cm^2 . D'après ce qui a été dit précédemment, on voit que cette surface est surdimensionnée, mais elle permet de garder une bonne stabilité malgré les variations dues aux changements de régimes d'une part, d'autre part elle doit avoir une capacité calorifique suffisante pour refroidir la phase concentrée qui descend vers la boîte à mélange.

La partie inférieure filetée permet la fixation d'un écran de thermalisation. Des fentes latérales permettent le passage de divers capillaires et fils de mesure à l'intérieur de cet écran. Pour limiter le débit du film d' ^4He superfluide, nous avons placé un diaphragme en laiton de $1,25 \text{ mm}$ de diamètre.

La résistance de chauffage est constituée par un fil de constantan de $0,3 \text{ mm}$ de diamètre et de 10 m de long, torsadé et enroulé entre deux plaques de cuivre soudées à l'évaporateur et baignant dans le liquide. La valeur de la résistance est de 65Ω . Une deuxième résistance de chauffage de 650Ω est collée sur l'évaporateur. Un trou central permet de fixer le bouilleur sur la bride supérieure du calorimètre par l'intermédiaire d'un tube de fibre de verre de $0,5 \text{ mm}$ d'épaisseur et 6 cm de long. Ce montage très souple permet d'amortir les vibrations vers les parties plus froides fixées sous l'évaporateur. Ce tube est collé avec de la stycast.

II.2 - Boîte à mélange

Elle est fixée à l'évaporateur par un tube de kapton graphité de $0,5 \text{ mm}$ d'épaisseur. La conduction thermique de ce matériau étant très faible, l'apport de chaleur depuis l'évaporateur est négligeable. Pour un diamètre extérieur de 3 cm , la boîte à mélange contient 11 cm^3 d'hélium. L' ^3He réinjecté arrive par le haut. Un tube plongeant au fond permet aux atomes d' ^3He dilués de remonter vers l'évaporateur.

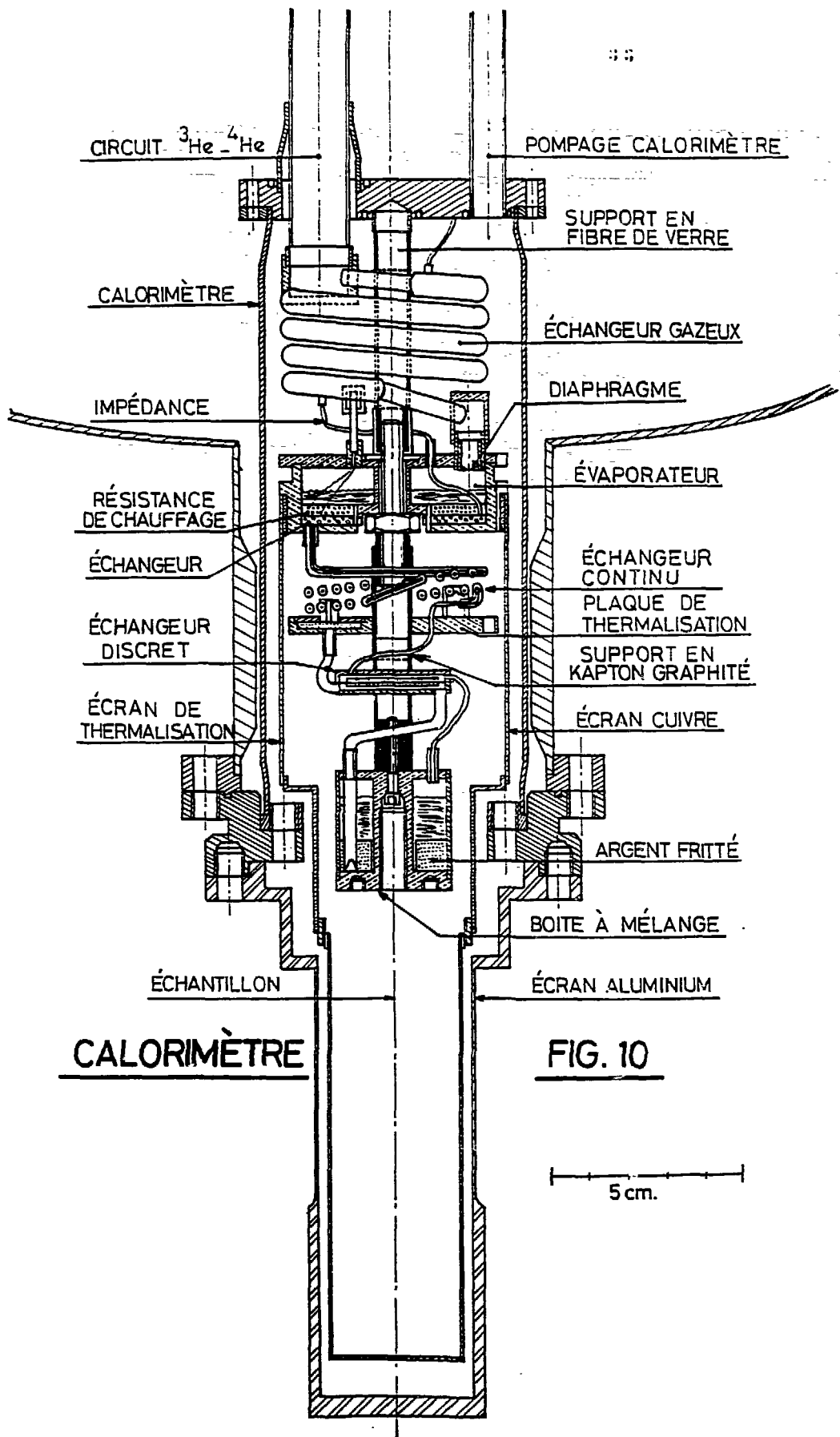


FIG. 10

5 cm.

Le fond de la boîte à mélange a été argenté et fritté avec de la poudre d'argent compacté à 50 %. La taille des grains est de 700 \AA , ce qui donne une surface d'échange de l'ordre de $1,8 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$.

II.3 - Circuit de réinjection - Impédance

Le gaz réinjecté doit être liquéfié et refroidi jusqu'à la température de l'évaporateur avant d'entrer dans les échangeurs situés avant la boîte à mélange. Ces différentes opérations ont lieu dans les éléments suivants :

- 1) un échangeur à 4,2 K servant de prérefroidisseur
- 2) un condenseur où le gaz est liquéfié
- 3) une impédance pour détendre le liquide
- 4) un échangeur de chaleur lié à l'évaporateur

Pour abaisser la température de l'ambiante à 4,2 K, nous avons simplement enroulé un tube de laiton au-dessus du calorimètre. Ce tube de diamètre $1,5 \times 2 \text{ mm}$ a une longueur de 1,5 mètre.

II.3.1 - Echangeur gazeux - Condenseur

Nous avons remplacé la boîte de condensation à 1 K traditionnelle par un échangeur placé dans le haut du calorimètre. Pour des raisons évidentes, nous l'avons appelé échangeur gazeux. Ce montage permet de supprimer un groupe de pompage et une sortie sur le cryostat.

Cet échangeur est constitué de deux tubes concentriques en Cu-Ni, enroulés sous forme d'hélice et fixés d'une part et l'évaporateur et à la bride supérieure d'autre part. Cet échangeur mesure 5,5 cm de diamètre, sa hauteur est de 4 cm, la longueur des surfaces en contact est de 58 cm. Le gaz pompé depuis l'évaporateur passe dans le tube intérieur de diamètre $5 \times 5,5 \text{ mm}$. Il refroidit et liquéfie le gaz réinjecté qui arrive à 4,2 K dans le tube extérieur à contre courant. Ce tube a un diamètre de $6 \times 6,5 \text{ mm}$. La surface d'échange est de 100 cm^2 environ.

Efficacité de l'échangeur

On peut écrire le débit sous la forme :

$$\dot{Q} = \rho v S \text{ mole s}^{-1}$$

v est la vitesse d'un atome dans le tube, S la section du tube et ρ la masse volumique du gaz.

Pour franchir la longueur L , un atome met un temps t tel que :

$$t = \frac{L}{v} = \frac{L S}{\dot{Q}}$$

Le temps de transit d'une molécule vers une paroi est :

$$\tau = \frac{\ell^2}{D}$$

ℓ est la distance à parcourir

$D = \frac{k}{\rho C}$ est la diffusivité thermique en $\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$.

C = chaleur spécifique, k = conductivité thermique, ρ est exprimée en mole cm^{-3} .

Des calculs fait par M. Brochier pour un tube donne :

$$\tau = \frac{\left(\frac{r}{2,4}\right)^2}{D}, \text{ r est le rayon du tube}$$

Pour l' ^3He concentrée : $k = 2,27 \cdot 10^{-5} \text{ T}^{0,745} \text{ Wcm}^{-1} \text{ K}^{-1}$

$$C_p = \frac{5}{2} R = 20,8 \text{ Jmole}^{-1} \text{ K}^{-1}$$

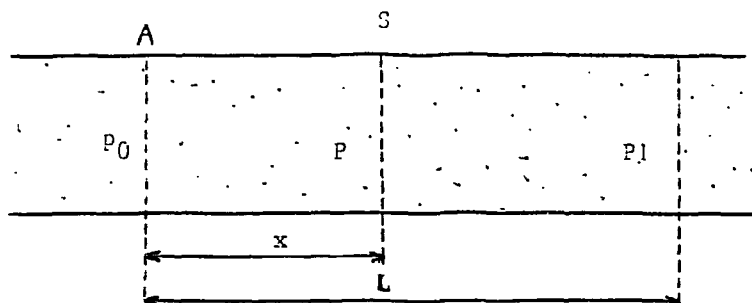
L'efficacité de l'échangeur peut être défini par :

$$\frac{t}{\tau} = \frac{L k 2,4^2 \pi}{\dot{Q} C}$$

Pour un débit de $30 \mu\text{mole s}^{-1}$ et une longueur L de 58 cm, on trouve :

$$\frac{t}{\tau} \approx 60.$$

Perte de charge



Si on désigne par p la pression dans une section S à une distance x de l'entrée A, la perte de charge au voisinage de S pour le gaz est donnée par la formule de Poiseuille :

$$- \frac{dp}{dx} = \frac{128}{\pi d^4} \eta Q \text{ en cgs}$$

Q est le débit en volume dans la section S.

L'écoulement étant assez lent, on peut le supposer isotherme.

Si Q_m est le débit du gaz à la pression moyenne $\frac{p_0 + p_1}{2}$, la loi de Mariotte permet d'écrire :

$$\frac{Q}{Q_m} = \frac{p_0 + p_1}{2p}$$

La formule de Poiseuille devient :

$$- p \frac{dc}{dx} = \frac{128}{\pi d^4} \eta Q_m \frac{p_0 + p_1}{2}$$

η est indépendant de la pression, l'intégration d'une extrémité du tube à l'autre donne :

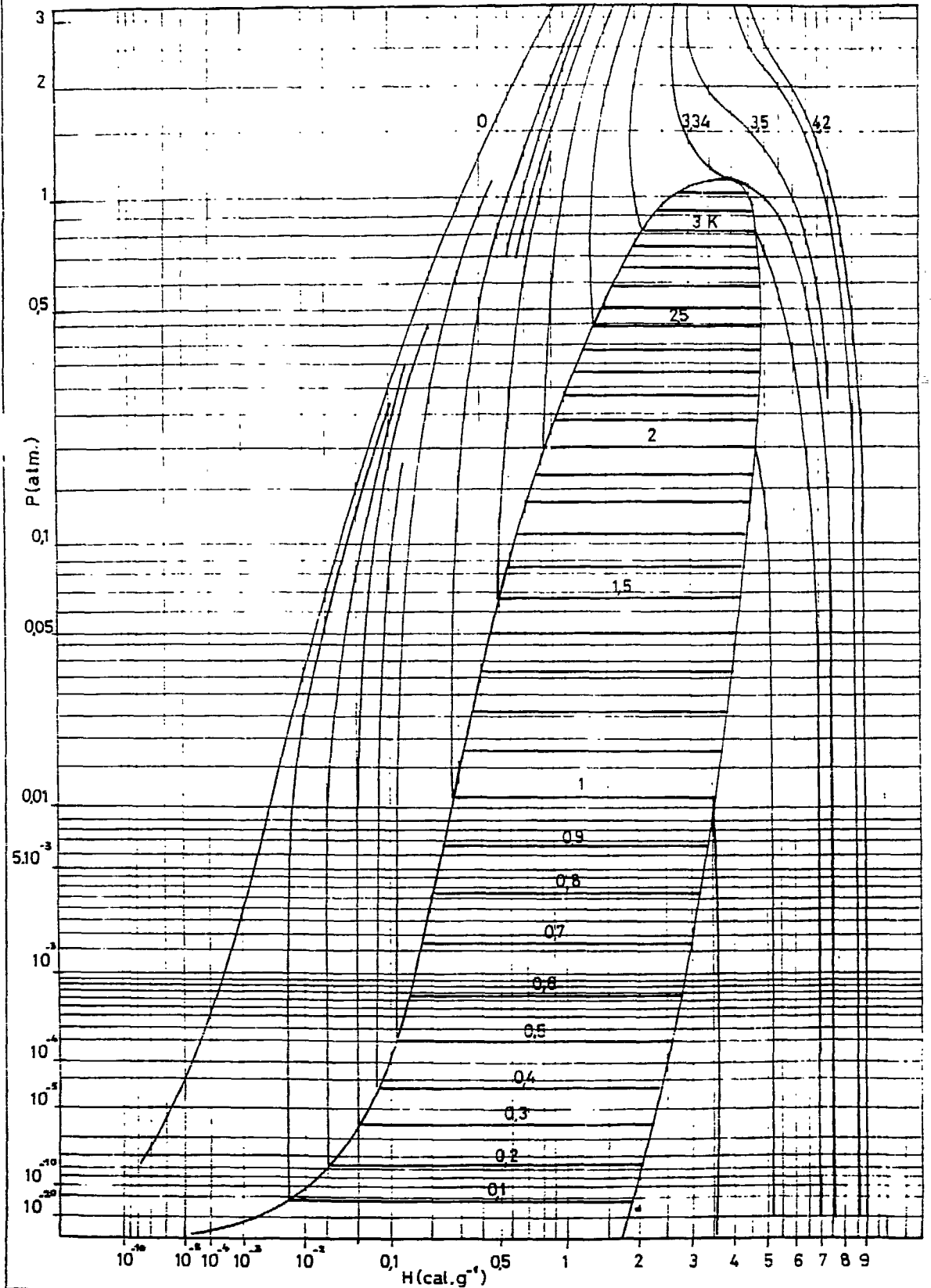
$$p_0^2 - p_1^2 = \frac{128L}{\pi d^4} \eta Q_m (p_0 + p_1)$$

c'est-à-dire :

$$\Delta p = \frac{128L}{\pi d^4} \eta Q_m$$

En fonctionnement normal, la température du gaz à la sortie de l'échangeur est voisine de 2,5 K. Pour une température moyenne $T = 2$ K, le coefficient de viscosité vaut : $\eta = 25 \cdot 10^{-6}$ poise. $L = 64$ cm et $Q_m = 30 \cdot 10^{-6}$ mole s^{-1} ou $0,672$ cm³ s⁻¹. On trouve $\Delta p = 0,7$ barye ou $5 \cdot 10^{-4}$ torr. La perte de charge est très faible. L'efficacité de cet échangeur pourrait être améliorée en augmentant sa longueur mais nous sommes limités par les dimensions du calorimètre.

FIG. 11 — Diagramme -P.H- de l'Hélium 3 —
(d'après Roubeau)



Nous avons vu que, pour échanger la puissance nécessaire, il faut augmenter la surface d'échange tout en minimisant le volume et les pertes de charge afin de ne pas provoquer de réchauffement du fluide par frottement visqueux. Il faut aussi une faible section du flux pour ne pas favoriser les effets de conductivité thermique à travers la colonne d'hélium.

On résoud ces impératifs presque opposés en employant des métaux sous forme de poudre frittée qui procure des surfaces maximales par unité de volume.

a) Les échangeurs discrets

Le type le plus classique est constitué d'un bloc de cuivre contenant un volume pour chaque phase. Chaque volume est rempli de poudre frittée. On peut mettre plusieurs échangeurs en série reliés entre eux par des tubes de faible conduction.

b) Les échangeurs continus

Ces échangeurs sont à contre courant. De géométrie variée, ils peuvent être en plastique, à poudre frittée ou formés de 2 tubes concentriques. Les meilleures performances sont atteintes avec des échangeurs à poudre d'argent. La taille des canaux et des grains de poudre est ajustée en fonction de la température. Les surfaces d'échanges sont de plusieurs centaines de m^2 .

Entre l'évaporateur et la boîte à mélange, nous avons placé deux échangeurs.

Un premier échangeur continu est fixé au bouilleur et constitué de 2 tubes de Cu-Ni concentriques, enroulés sous forme d'une double spirale plate de telle façon que les sorties se trouvent toutes deux sur le diamètre extérieur.

(fig.13), réalisé avec de la poudre d'argent dont la taille des grains est de 1 μ . Cette poudre est frittée à la presse à 750 kg cm⁻², ce qui donne un compactage de l'ordre de 60 %. On obtient ainsi deux plaques d'argent de 3,5 g que l'on fait adhérer à une feuille d'argent de 0,1 mm d'épaisseur en les maintenant pressées dans un four à 200°C sous une atmosphère d'hydrogène pendant une heure.

L'ensemble est ensuite placé entre deux couvercles en laiton, l'étanchéité étant obtenue par une soudure à l'étain.

De dimensions réduites (3x1,5x0,6 cm), cet échangeur offre une surface d'échange voisine de 3500 cm².

Thermalisation des échantillons

Deux circuits constitués par des capillaires de Cu-Ni de 0,1 mm de diamètre intérieur permettent d'introduire de l'⁴He gazeux depuis le haut du cryostat afin de thermaliser les échantillons isolants ou sous forme de poudre.

Cet ⁴He est d'abord liquéfié dans le bain principal, il est ensuite thermalisé sur les éléments suivants :

1) A la température de l'évaporateur où il passe dans un tube rempli de poudre de cuivre frittée. Ce tube de diamètre 1,5x2 mm est placé dans une gorge pratiquée sur l'évaporateur, sa longueur est de 20 cm.

2) Dans une plaque en cuivre placée entre l'échangeur continu et l'échangeur discret. Cette plaque a été argentée et comporte 3 volumes de poudre d'argent frittée de 0,3 cm³. Elle est refroidie par l'³He dilué qui remonte vers l'évaporateur.

3) L'⁴He est enfin refroidi dans des tubes remplis de poudre de cuivre frittée fixés sur la boîte à mélange avant de pénétrer dans l'échantillon.

Du fait de la très grande vitesse de propagation de chaleur dans l' ^4He superfluide, les différents points de thermalisation sont séparés par 2 m de capillaire enroulé en hélice. La longueur de chaque circuit est de l'ordre de 6 à 7 m.

II.5 - Mesure de températures (figs. 14, 15, 16, 17)

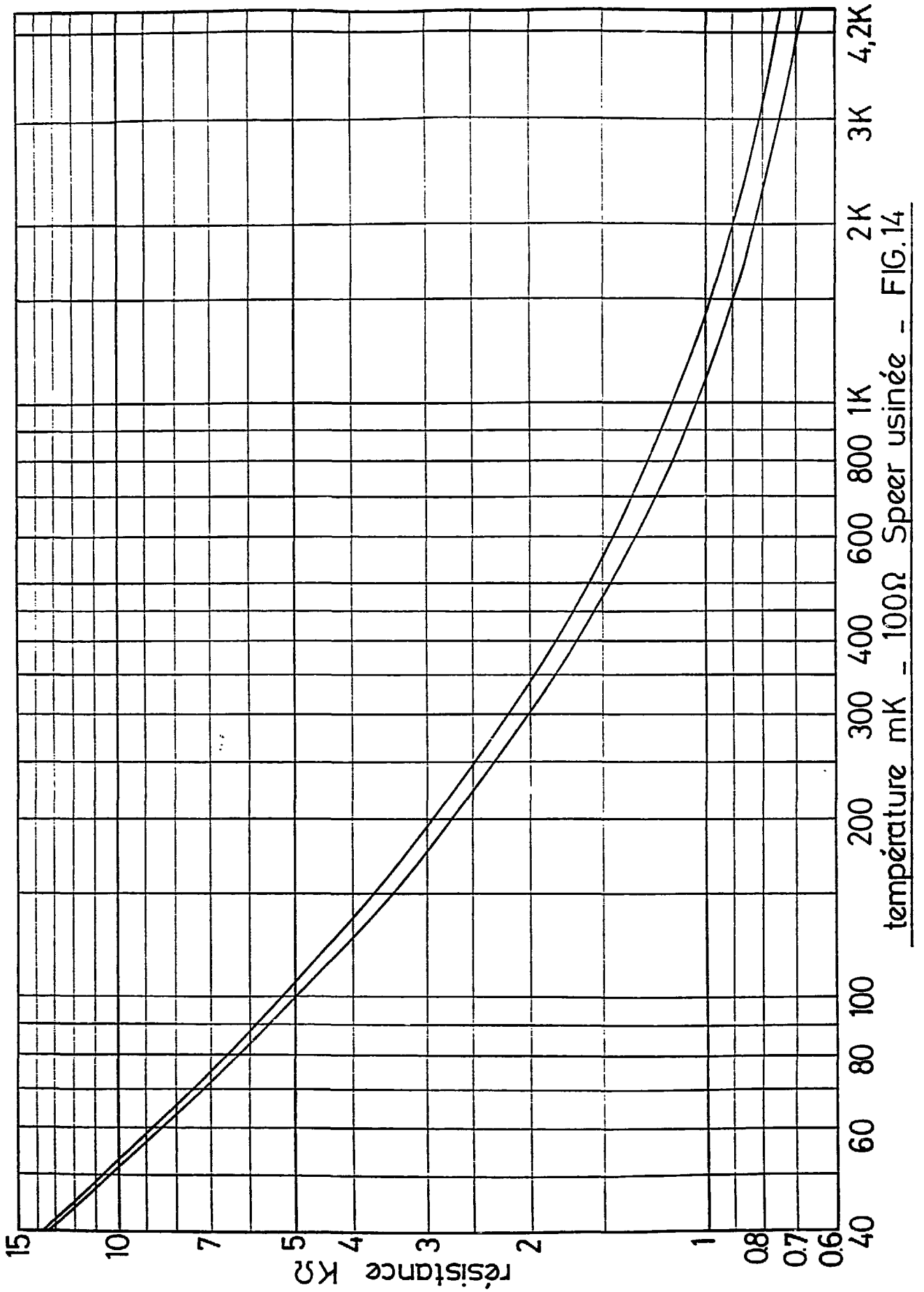
Thermomètres à semi-conducteurs

La variation de la résistance d'un semi-conducteur donne un moyen simple de mesure de température. Nous utilisons des résistances au carbone dont la résistance croît quand la température diminue.

Ces résistances ont une faible capacité calorifique. Leur temps de réponse rapide les rend très sensibles aux variations de températures.

Afin d'avoir une bonne thermalisation, nous enroulons la résistance d'un fil de cuivre très fin et nous la collons directement sur l'élément à mesurer à l'aide de vernis General Electric. Pour des températures voisines de 1 K, nous utilisons des résistances de 10 et 47 Ω Allen-Bradley (Echangeur gazeux et évaporateur).

Les températures plus basses sont mesurées à l'aide de résistances speer de 100 Ω , dont le temps de réponse et le contact thermique sont améliorés par usinage sur une polisseuse. On obtient une résistance plate de 0,33 mm d'épaisseur environ. Sa valeur est multipliée par 6 ou 7. Ces résistances ont été étalonnées jusqu'à 5 mK. Elles sont collées comme précédemment. Une feuille de kapton de 10 μ permet de les isoler.

température mK - 100Ω Speer usinée - FIG.14

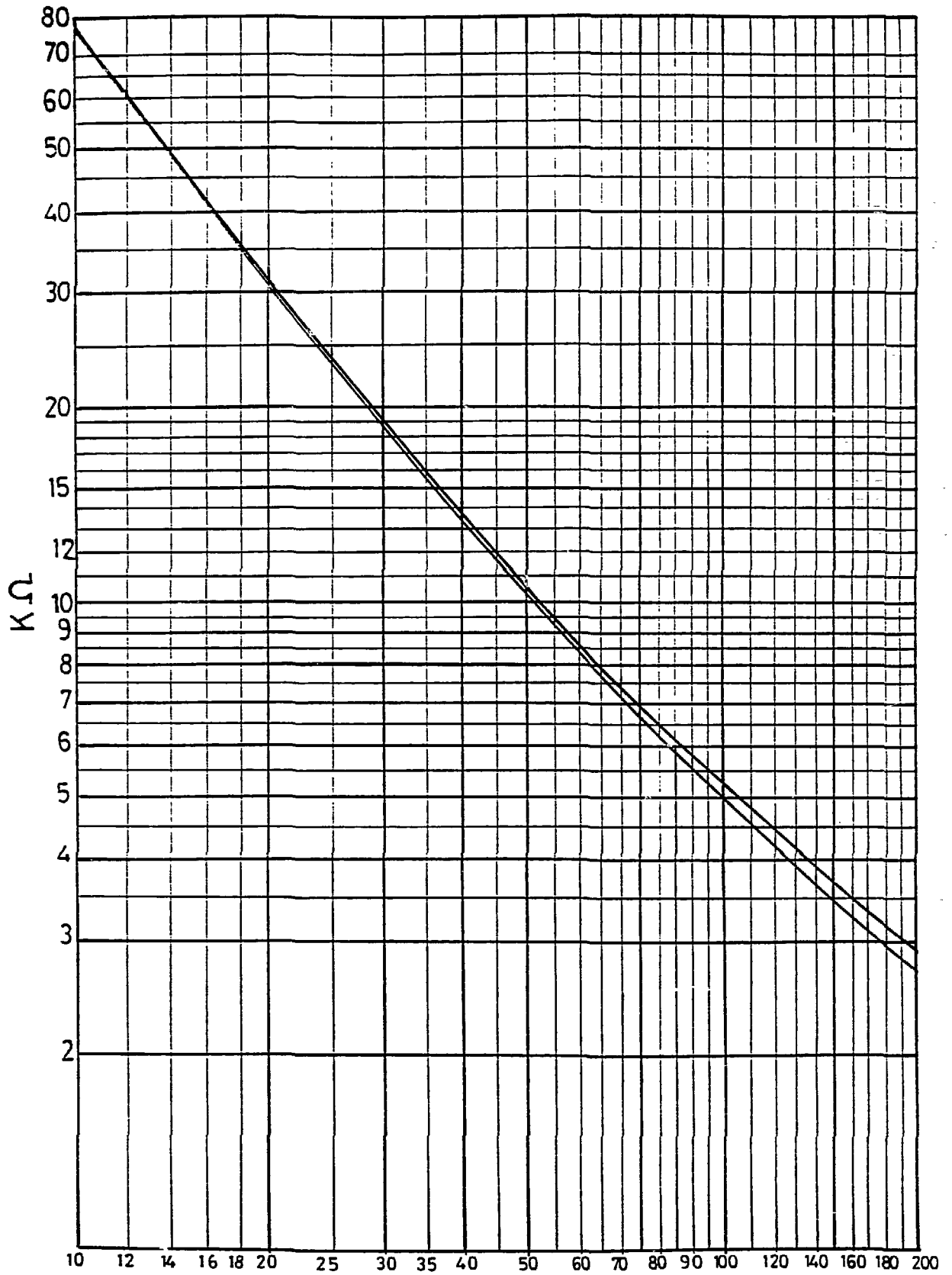
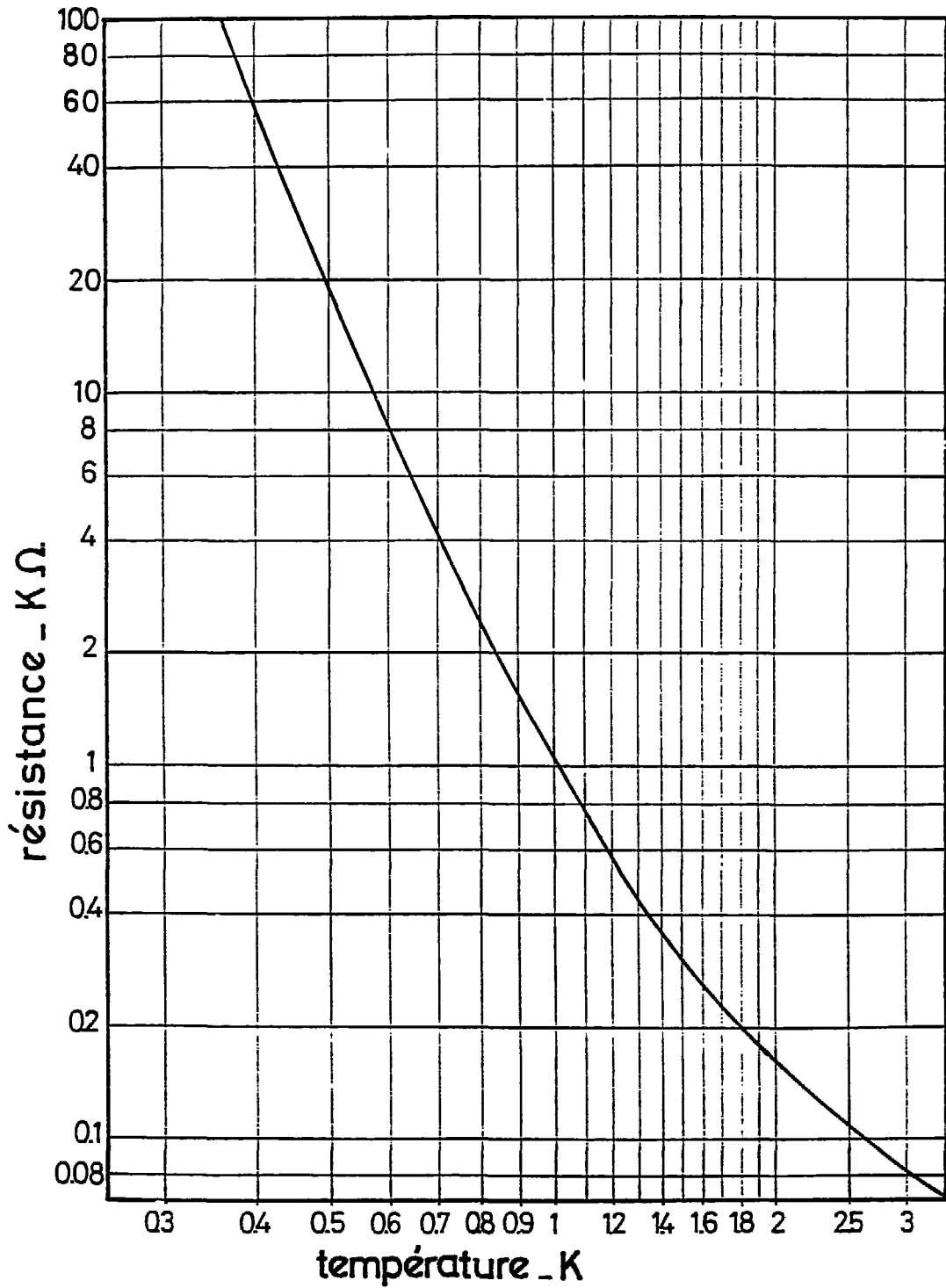
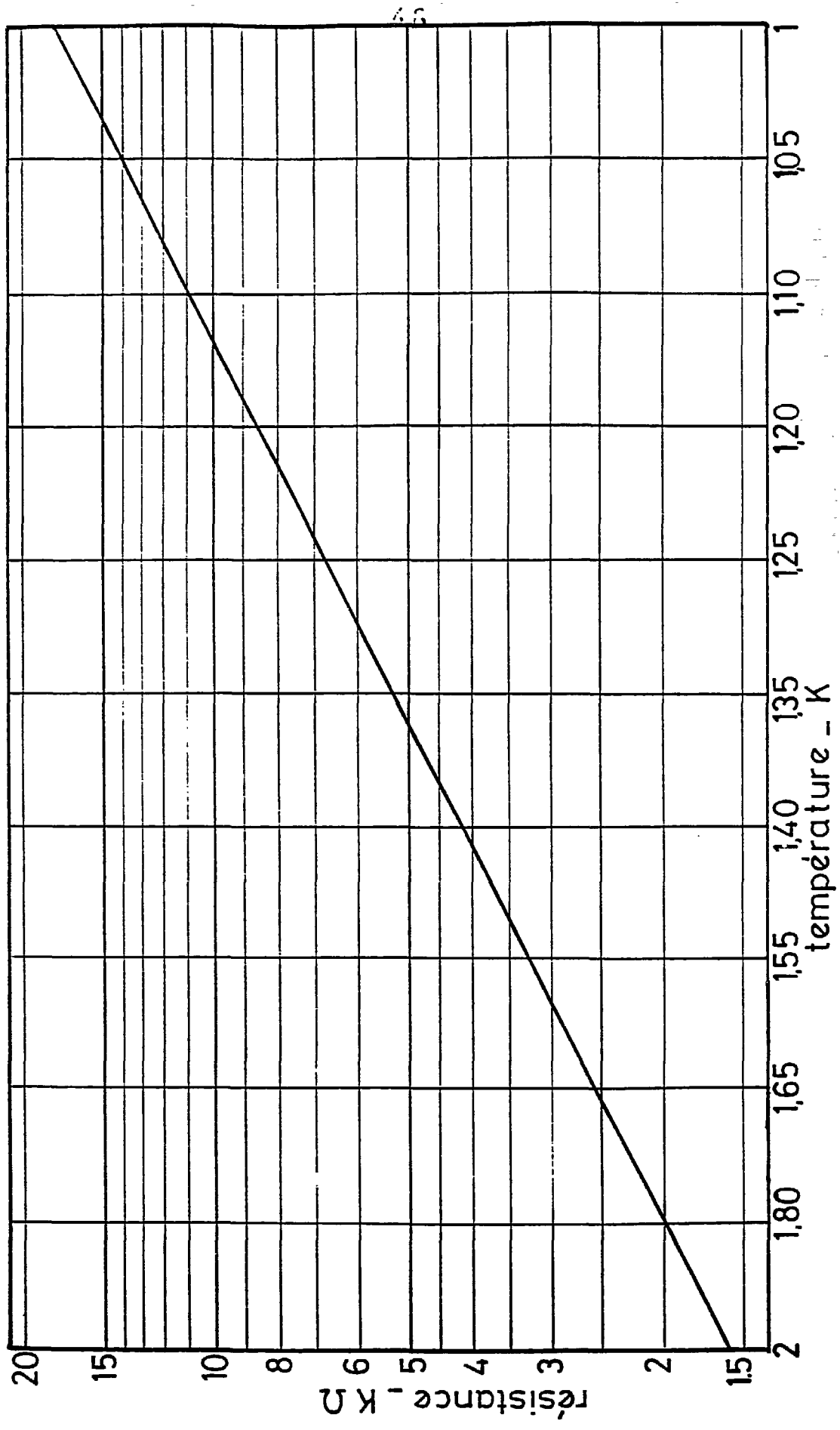


FIG. 15

mK - 100Ω usinée -

10 Ω Allen_Bradley - FIG.16

RÉSISTANCE 47Ω ALLEN-BRADLEY - FIG. 17 -



I - ESSAI AVEC IMPEDANCE $Z = 1,4 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-3}$ - Durée 27 heures

Temps (heure)	Pression du bain helium (g)	P. d'injection (g)	P. d'aspiration (torr)	10 Ω échangeur gazeux (Ω)	10 Ω Bouilleur (Ω)	Chauffage bouilleur (mA)	100 Ω Boite à mélange (K Ω)	Tempé- rature B.M (mK)
0	1000	640	0,06	49	54	0	0,9	4000
1,5	200	600	0,2	192	310	-	1,55	650
3	1000	500	0,16	227	830	-	3,5	200
4,5	-	460	0,15	543	685	8	5,9	110
6	-	450	0,2	348	409	-	8,3	80
7	-	480	-	375	480	9	8,7	75
8	-	-	-	371	453	-	11,6	57
10	-	380	-	365	464	5	12,8	52
11	-	320	-	355	458	-	13,4	50
12	-	330	-	350	454	-	-	-
13	-	340	-	349	460	0	13,5	-
14	-	350	-	346	459	-	13,4	-
0	150	1000	0,4	214	303	0	1,55	650
0,3	140	-	0,1	193	557	0	1,55	650
0,5	-	950	0,2	202	1156	0	1,7	580
0,7	-	770	-	200	1054	8	1,8	520
1	-	680	-	206	964	8,6	1,9	430
2	120	550	-	378	487	8,6	8	80
2,5	400	460	-	378	487	8,6	10,6	60
3	1000	400	-	370	455	8,6	9,7	67
3,3	-	380	-	367	454	9	12	55
3,5	-	370	-	360	451	9	12	55
3,7	-	360	-	362	450	9	12	55
4	-	360	-	354	448	12,2	12,5	53
4,3	-	400	-	351	431	12,2	13,1	51
5,3	-	430	-	356	428	10	13,4	50
6	-	450	-	349	438	10	13,4	50
8	-	500	-	320	434	10	13,5	50
9	-	-	-	318	435	8	13,7	50
21	-	880	0,25	69	358	8	8,3	80
22	-	900	-	68	356	8	8,2	80
22,5	400	760	-	150	384	11	9	73
23	300	670	0,22	180	405	11	10	65
23,5	280	650	-	192	410	12,5	10,1	64
24	260	660	-	320	420	12,5	9,6	70
24,5	250	630	-	325	449	5	10,1	64
25	250	610	-	328	458	5	10,5	63
26	190	560	0,2	341	428	12,5	9	73
27	120	480	-	363	438	12,5	10,3	63

IMPEDANCE $Z = 6,5 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-3}$ - 1er essai, durée 24 heures

Soupe de sécurité sur injection réglé à 1000 g

Heure	Jour	Pression du bain	Pression d'injection	Pression d'aspiration	Chauffage Bouilleur	100 Ω B.M.	Température B.M.
(h.mm)		(g)	(g)	(torr)	(mA)	(K Ω)	(mK)
3,45	0	300	-	0,4	0	2,6	300
4,15		250	500	0,3	"	9,9	65
5		200	460	0,25	"	12	55
8,45		100	370	"	"	12,3	54
11		1000	440	"	"	14,4	47
12		"	480	"	"	13,3	50
12,30		"	"	"	"	12,8	51
14		"	520	0,3	"	13	"
14,45		"	"	0,22	"	"	"
15		"	750	0,25	"	14,4	47
15,15		"	820	0,3	"	15,9	42
15,30		"	760	"	"	12	55
16		"	570	"	"	12,5	52
16,30		"	"	"	"	12,7	51
16,45		"	"	"	"	12,4	"
17		"	580	"	"	12,7	"
17,15		"	590	"	"	11,8	52
17,30		"	"	"	"	"	"
17,45		"	600	"	"	11,3	58
17,50		"	700	"	"	11,7	53
18,15		"	900	"	"	12,6	52
18,30		"	840	"	"	12,4	53
21		"	1000	Ouverture soupape	"	12,7	52
23		500	740	0,25	"	12,8	"
23,50		200	520	0,2	"	12,9	51
0		180	540	"	"	13	50
0,10		160	570	0,17	"	12,8	51
0,30		150	590	0,18	"	"	"
0,45		140	620	"	10	15	44
1		120	520	0,17	"	15,9	42
1,10		110	500	"	"	16,7	41
1,25		"	480	0,2	"	17	40
1,40		320	"	"	"	17,4	39
2		850	"	0,22	"	18	37
2,15		1000	"	0,25	"	18,8	36
2,30		"	"	0,2	"	12,6	52
2,45		"	"	"	"	12,8	"
3	1	"	500	0,25	"	"	"

IMPEDANCE $Z = 6,5 \cdot 10^{11} \text{ cm}^{-3}$ - 2ème essai, durée 100 heures

Soupape de sécurité réglée à 1500 g

Heure	Jour	Pression du bain (g)	Pression d'injection (g)	Pression d'aspiration (torr)	Chauffage Bouilleur (mA)	100 Ω B.M. (K Ω)	Température B.M. (mK)
11,35	0	1000	1000	0,3	6	2,5	300
13,35		"	450	"	10,3	13,1	51
14,40		"	455	"	"	13,8	50
15,15		"	470	"	"	"	"
15,30		"	475	"	"	13,5	"
16,15		"	490	"	"	"	"
19		"	545	"	"	12,5	52
19,15		"	550	0,4	"	12,2	54
19,55		"	1000	0,3	"	7,2	90
21,30		230	560	"	"	11	60
21,45		175	"	0,25	"	12,8	52
0		70	480	0,2	"	12,5	"
1		"	230	"	"	14,7	45
1,15		"	220	"	"	15	"
1,30		"	"	"	9	16	42
1,45		"	"	"	"	15,4	44
2		"	240	"	"	15,6	42
2,15		"	260	"	"	15,7	"
2,30		120	290	0,18	8	15,8	"
2,45		400	300	"	"	15,6	"
3		750	"	"	0	"	"
3,15		1000	320	"	"	15,7	"
3,45		"	390	"	"	17	40
4		"	420	0,2	"	17,4	39
5,30		"	520	0,3	"	12	55
11		"	1000	0,5	"	7,2	90
11,20	1	"	970	"	10,3	"	"
12,20		"	980	0,45	"	8,5	76
13,35		"	1120	"	"	10,9	60
14,40		"	1300	"	"	11	"
15,05		"	1400	0,4	"	"	"
15,20		"	1410	0,4	0	11,6	57
15,35		"	1460	0,38	"	12,1	55
15,45		"	1490	"	"	12,6	53
15,55		"	1500	Ouverture soupape	"	"	"
16,10		600	1430	0,38	0	12	55
17		1000	800	0,3	"	8	80
17,30		"	"	0,2	11	11	60
9,15	2	"	820	0,38	"	11,7	57
10,15		"	850	"	"	"	"
12		"	870	"	0	11,5	58
13		"	1030	"	"	"	"
13,30		"	1200	0,2	"	14	47
17,30		"	1400	0,4	"	10,5	62
0	3	"	1500	0,5	"	9,7	67
8	4	"	1510	Ouverture soupape	-	-	-

Impédance $Z = 9,10^{11} \text{ cm}^{-3}$ - Durée 35 heures
 Ouverture de la soupape de sécurité à 1500 g
 Chauffage du bouilleur avec la résistance extérieure (650 Ω)

Temps (h)	P. injection (E)	P. aspiration (torr)	10 Ω Echangeur gazeux (Ω)		Pression du mélange dans le ballon (g)	10 Ω Bouilleur (Ω)	100 Ω B.M (K Ω)	Température B.M (mK)	Chauffage Bouilleur (mA)
			Dilué côté chaud	Concentré côté froid					
0	1300	0,2	237	170	170	712	1,5	500	17,5
0	1220	"	205	145	"	650	1,7	410	"
1	1180	"	180	120	"	625	"	"	"
1,5	1100	0,18	155	101	"	590	1,9	340	"
2	1090	"	136	92	"	582	2,2	280	"
3	960	"	122	81	"	570	2,4	250	"
3,5	890	"	110	74	"	564	3	190	"
5	840	0,16	110	72	"	552	4,1	135	"
7	1360	0,25	111	71	50	469	4,8	110	"
9	1100	0,18	107	69	"	482	5,3	95	"
9,5	1250	0,25	113	74	0	456	6,2	85	25
14	1100	"	114	76	"	420	7,5	70	"
14,5	1080	"	117	"	"	423	9	57	"
21	1090	"	115	"	"	428	9,9	54	"
21,5	1080	"	"	"	"	436	"	"	"
22	1100	"	113	75	"	439	"	"	"
22,5	"	"	"	"	"	446	10,1	51	"
25	1080	0,22	"	76	"	451	10,3	50	"
26	1100	0,25	111	75	"	474	10,1	51	"
28	"	"	114	"	"	"	10	"	"
34	"	"	"	76	"	"	10,2	"	"
35	"	"	"	75	"	476	"	"	"

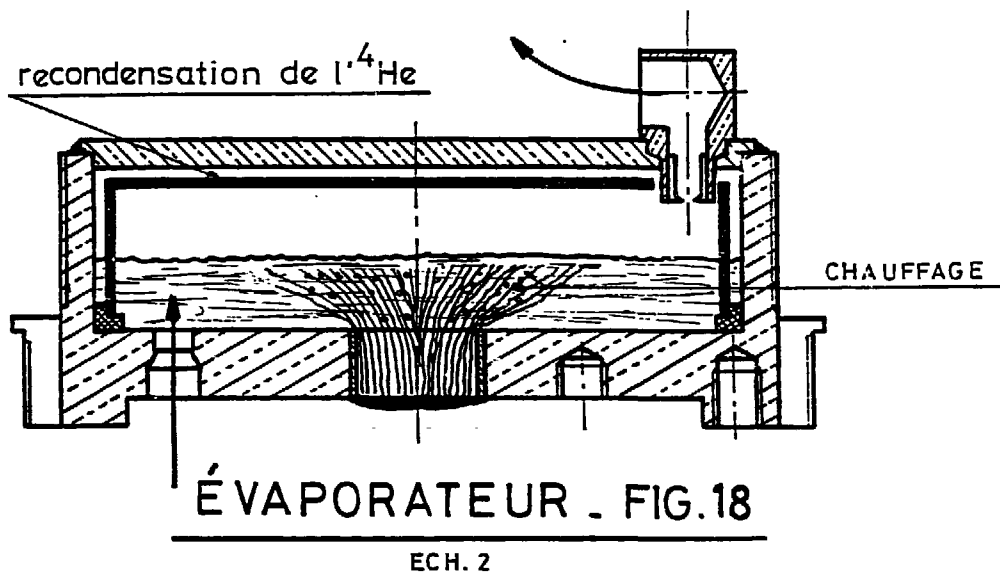
En fonctionnement normal, la pression d'injection est de l'ordre de 1100 g, la température du mélange réinjecté étant de 3,2 K, à la sortie de l'échangeur gazeux.

II - AMELIORATIONS

a) Evaporateur (Fig. 18)

La température du liquide réinjecté à l'entrée de l'évaporateur est suffisamment élevée pour réchauffer le corps du bouilleur et une partie du film d' ^4He superfluide est vaporisé avant d'atteindre le diaphragme. Cet ^4He est réinjecté dans le circuit en pure perte car il ne participe pas à la réfrigération et le débit diminue d'autant.

Nous avons construit un évaporateur dont le volume intérieur et la surface d'évaporation sont à peu près identiques au précédent (fig. 18).



Le liquide réinjecté est thermalisé dans un capillaire de diamètre $0,5 \times 1 \text{ mm}$ enroulé à l'extérieur du bouilleur dans une gorge en hélice et maintenu par une soudure étain. Cette géométrie permet de ne pas réchauffer les vapeurs pompées.

Afin d'optimiser le chauffage, nous avons compacté un ensemble de fils de cuivre très fins sur un diamètre de 1 cm . Ces fils sont chauff-

fés par une résistance fixée sous l'évaporateur.

. Une cage en cuivre à la température du liquide isole thermiquement le gaz évaporé du corps de l'évaporateur. Le film superfluide qui se vaporise sur le haut du bouilleur est recondensé sur cette cage et retourne dans le bain.

b) Echangeur

Le débit étant de l'ordre de $30 \mu\text{mole s}^{-1}$, nous avons refait un échangeur continu en Cu-Ni dont les diamètres optimaux pour une longueur de surface en contact de 2 m sont :

$$D_d = 2 \times 2,5 \text{ mm pour la phase diluée}$$

$$D_c = 0,8 \times 1 \text{ mm pour la phase concentrée}$$

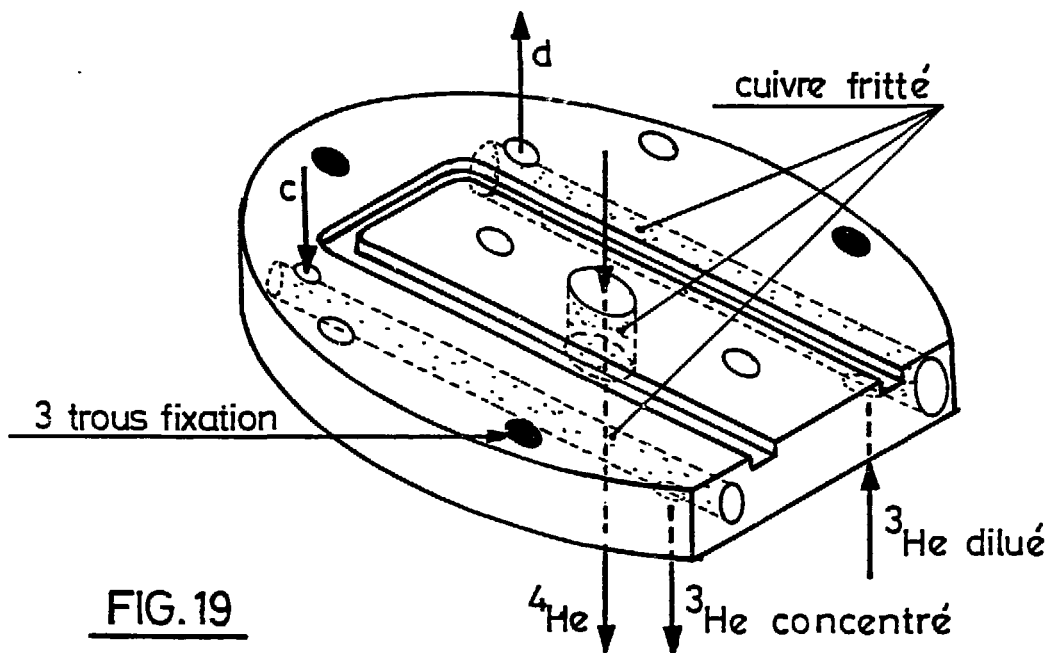
La surface d'échange est de 63 cm^2 .

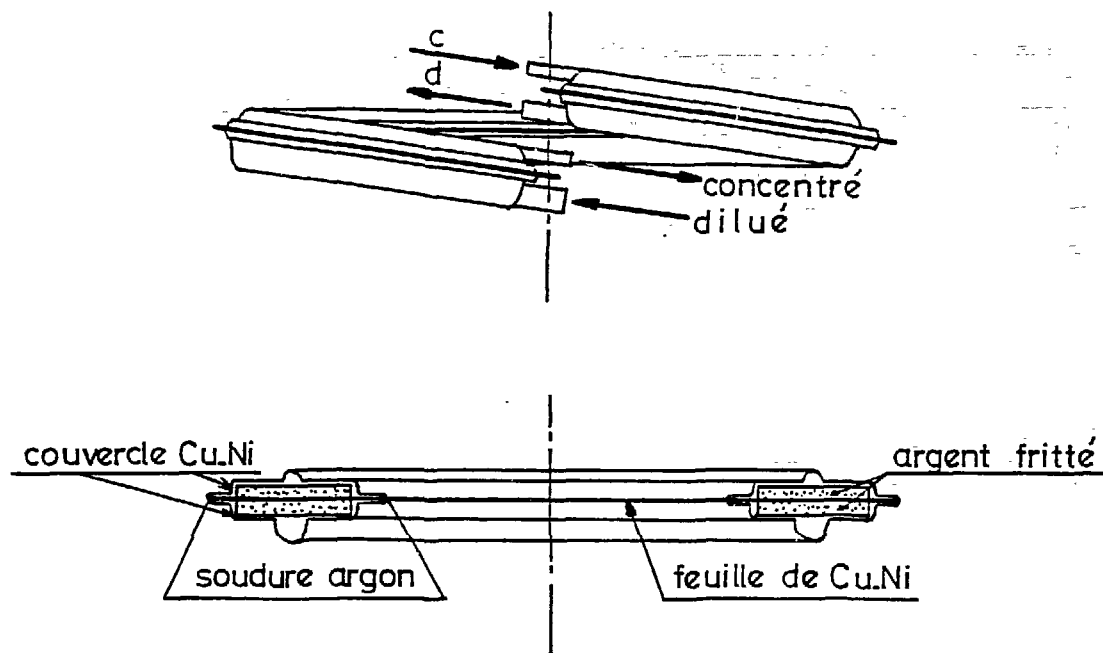
Cet échangeur ayant une longueur supérieure au précédent, nous avons supprimé l'échangeur à poudre d'argent fritté. L'échange de chaleur se fait dans la plaque de thermalisation. La phase diluée passe dans un canal de 6 mm rempli de poudre de cuivre fritté dont la taille des grains est de 1μ . Un trou central de 2 mm permet au liquide de circuler plus facilement. La phase concentrée se refroidit dans un second canal de 3 mm de diamètre également rempli de poudre de cuivre. Cette poudre est légèrement tassée, le frittage se fait dans un four à 550°C pendant 4 heures sous 1 atmosphère d'hydrogène. La surface d'échange est de l'ordre de 1500 cm^2 (Fig. 19).

III - ECHANGEURS CONTINUS A POUUDRE D'ARGENT FRITTEE

Ces échangeurs conçus et réalisés par G. Frossati au CRTBT de Grenoble permettent d'obtenir des températures de quelques mK dans la boîte à mélange.

Ils sont constitués d'une feuille d'argent ou de Cu-Ni argentée sur laquelle on fixe deux couronnes d'argent fritté. Cet ensemble est

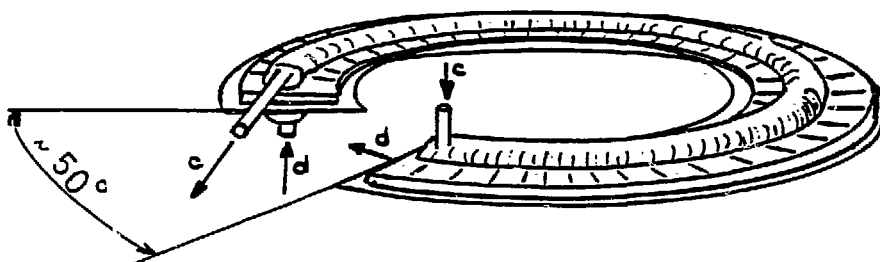
PLAQUE DE THERMALISATION - CuFIG. 19



est ensuite placé entre deux coquilles en Cu-Ni et soudé sous argon.

Ces échangeurs circulaires ont la forme d'une hélice afin de faciliter la fixation des tubes de raccordement pour un montage en série.

Une parfaite étanchéité aux très basses températures étant très difficile à réaliser, nous avons construit des échangeurs du même type, mais nous avons supprimé la forme d'hélice. Une ouverture de 50° permet de raccorder les tubes. La surface d'échange est donc légèrement plus petite.



Ces échangeurs ont un diamètre extérieur de 9,5 cm et un diamètre intérieur de 5,5 cm. Les dimensions des canaux variant en fonction de température, les épaisseurs des échangeurs sont comprises entre 8 et 15 mm.

La poudre est frittée dans un moule en laiton constitué de 3 parties. Les faces latérales sont enduites de graphite afin de faciliter le démoulage. Le moule est rempli de 23 g. de poudre de 1μ ou 700 \AA suivant la température de l'échangeur qui est pressée à :

- 1) $0,75 \text{ Tonne cm}^{-2}$ pour les grains de 1μ
- 2) 1 Tonne cm^{-2} pour le grain de 700 \AA .

La pression est maintenue quelques secondes. On obtient des couronnes de diamètres $61 \times 89 \text{ mm}$ et $1,6 \text{ mm}$ d'épaisseur, compactées à 50 %. Le démoulage dure quelques secondes.

Ces couronnes sont ensuite placées dans un moule en laiton, séparées par une feuille de Cu-Ni de $0,3 \text{ mm}$ d'épaisseur, dorée et argentée. Pour éviter le collage de l'argent sur le laiton, on intercale une feuille de kapton. L'ensemble est serré par vis-écrous et placé dans un four à 200°C pendant 1 heure sous 1 atmosphère d'hydrogène afin de faire adhérer les couronnes sur la feuille de Cu-Ni.

Un dégazage sous vide pendant une demi-heure permet d'obtenir une meilleure étanchéité lors de la soudure entre les coquilles. La surface d'échange est comprise entre 2,3 et 40 m² suivant la taille des grains.

C O N C L U S I O N

La réfrigération par dilution d' ^3He dans ^4He est actuellement la seule méthode qui permet d'obtenir d'ultra-basses températures de façon continue.

La facilité d'emploi de ces appareils ne met pas en évidence les difficultés rencontrées au cours de leur montage, en particulier la parfaite étanchéité des différents circuits et des échangeurs de chaleur. Si on tient compte des nombreux fils de mesure thermalisés en divers points, on voit que ces réfrigérateurs sont assez fragiles et que les éventuelles modifications demandent beaucoup de précautions.

Il faut noter aussi que les appareils très performants nécessitent des groupes de pompage et des dispositifs anti-vibrations très volumineux qui n'autorisent pas de déplacements fréquents.

Le réfrigérateur que nous faisons fonctionner sans boîte de condensation permet d'atteindre une température voisine de 40 mK. L'ajustement des échangeurs en fonction du débit, l'emploi du nouvel évaporateur et une boîte à mélange où la surface d'échange Cu-He est plus importante devraient abaisser la température limite aux environs de 20 mK.

La faible puissance frigorifique disponible et le châssis anti-vibrations peu efficace aux très basses températures n'autorisent pas des performances comparables à celles des appareils à forts débits. L'emploi d'échangeurs continus à poudre d'argent frittée pourrait éventuellement améliorer les performances.

Notre appareil a déjà fonctionné dans le cadre de l'I.L.L. sur le spectromètre DLB, il s'est avéré très maniable.

R E F E R E N C E S

- 1 - H. LONDON (1951), Proceeding of the International Conference on Low Temperature Physics, Oxford.
- 2 - G.K. WALTERS et W.M. FAIRBANK (1956), Phys. Rev. 103, 262.
- 3 - H. LONDON, G.R. CLARKE et E. MENDOZA (1962), Phys. Rev. 128, 1992.
- 4 - R. RADEBAUGH (1967), U.S. National Bureau of Standards Technical-Note 362.
- 5 - J.C. WEATLEY (1968), Phys. Rev. 165, 304.
- 6 - J.C. WEATLEY, O.E. VILCHES et W.R. ABEL (1968), Physics 4, 1.
- 7 - R. RADEBAUGH et J.D. SIEGWARTH (1970), Proc. U.T. Symp. U.S. Naval R. Laboratory n° 7133.
- 8 - R. RADEBAUGH et J.D. SIEGWARTH (1971), Cryogenics 11, 368.
- 9 - T.D. NINIKOSKI (1971), Cryogenics.
- 10 - R. CONTE, T.A. KITCHENS et T. OVERLUISEN (1972), Cryogenics 12, 2.
- 11 - A.C. ANDERSON et W.L. JOHNSON (1972), J.L.T. Phys.
- 12 - Y. LAUMONT (1972) Thèse, Université de Grenoble.
- 13 - G. FROSSATI, G. SCHUMACHER et D. THOULOZE (1975), Proceedings Low Temperature 14.
- 14 - D.S. BETTS (1976), Refrigeration and Thermometry Below one Kelvin.
- 15 - G. FROSSATI, H. GODFRIN, B. HEBRAL, G. SCHUMACHER et D. THOULOZE (1977), Proc. U.L.T.
- 16 - G. SCHUMACHER (1978), Thèse Université de Grenoble.
- 17 - G. FROSSATI (1978), Thèse Université de Grenoble.
- 18 - B. HEBRAL (1978), Thèse Université de Grenoble.

BRIDE D'ÉTANCHEITE _INOX_ PARTIE INFÉRIEURE ECH.1

