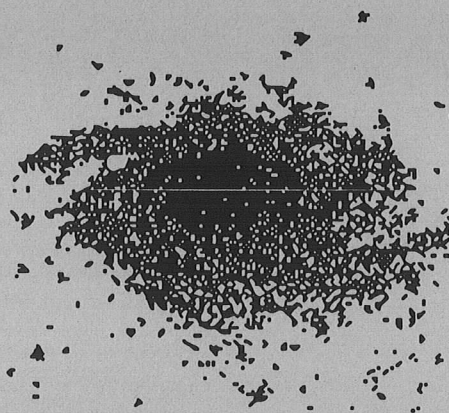


# Cryogénie à très basse température

P. Pari



BRITISH & FOREIGN  
BULLETIN

## CRYOGENIE A BASSES TEMPERATURE ( $T < 10$ K)

### 1/ QUELQUES PROPRIETES SIMPLES DES FLUIDES CRYOGENIQUES

Toute expérience de physique effectuée à une température inférieure à 10K (température classique obtenue avec un cryogénérateur) nécessite l'utilisation de l'hélium liquide comme fluide frigorifique de base. Rappelons que celui-ci existe à l'état naturel sous deux formes isotopiques stables de masse respective 4 et 3 dont le rapport de concentration naturel est de l'ordre de  $10^7$ . L'hélium gazeux se trouve à l'état natif dans des minerais d'uranium dont il est extrait par chauffage et dans le gaz naturel de certains puits de pétrole.

**Avertissement:** Nous ferons fréquemment appel au polycopié **propriétés des solides et des fluides utilisés en cryogénie** noté PSF.

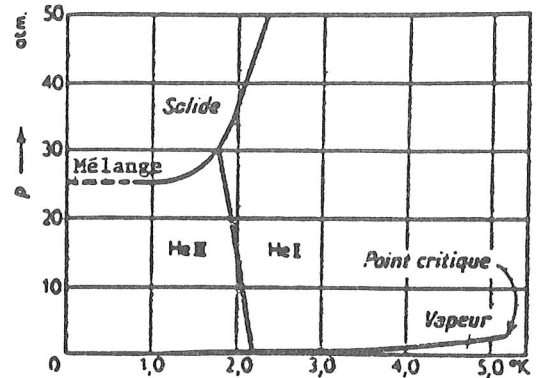
#### L'HELIUM 4 (diagramme de phase Fig1, PSF page31)

L'hélium à basse température est un liquide transparent bouillant sous la pression atmosphérique à 4.2K de densité moyenne  $0.125\text{gr}/\text{cm}^3$ . L'essentiel de ses propriétés remarquables pour  $T < 2.17\text{K}$  provient de la statistique de Bose-Einstein auquel il obéit. W.H Keesom montra que tout comme sa densité et son coefficient de dilatation thermique, sa chaleur de vaporisation sa chaleur spécifique et sa constante diélectrique présente une anomalie pour

2.17K. PSF p:31,32,34 Entre 4.2K et 2.17K ( $\text{He}_I$ ) la conductivité thermique du liquide est pratiquement constante et de l'ordre de  $0.25\text{ mW}/\text{cmK}$  soit 10 fois plus faible que celle de l'acier inox. Dans cette région la puissance transmise peut être calculée à l'aide de la relation de Fourier. Pour  $T < 2.17\text{K}$  ( $\text{He}_II$ ) la conductivité thermique est anormale et dépend des conditions de mesures et de la géométrie. Les résultats de Keesom montrent que la conductivité  $K_{(T)}$  de l'hélium II mesurée à travers des capillaires augmente lorsque le flux de chaleur diminue et passe par un maximum situé à 1.9K. Cet auteur a pu observer des valeurs de  $K_{(T)}$   $5 \cdot 10^6$  fois supérieures à celles de l'hélium I et vérifier que le flux obéit à une loi différente de celle de Fourier. Le modèle des deux fluides élaboré par Tisza traduit que pour  $T < 2.17\text{K}$  une fraction finie de particules se condense dans l'état d'énergie minimum (état superfluide). En dessous de  $T_{(\lambda)}$  ce nombre de particules augmente et par suite l'entropie du liquide s'annule très rapidement d'où le modèle valable pour  $T < T_{(\lambda)}$ :

Densité:  $\rho = \rho_{(N)} + \rho_{(S)}$   
 Entropie:  $S = S_N + S_S$   
 Vitesse :  $V = V_N + V_S$

Fig 1



$T = T_\lambda \rightarrow \rho_s / \rho = 0$   
 $T = 0 \rightarrow \rho_N / \rho = 0$  Fig2

Un gradient thermique engendre un flux superfluide dirigé vers la source chaude tandis qu'un flux inverse de fluide normal se déplace avec dissipation de chaleur par frottement visqueux dans la direction opposée. Un tel mécanisme par transfert de masse convient parfaitement pour transporter des flux de chaleur importants. Le superfluide arrivant à la source chaude se transforme en fluide normal avec absorption d'une quantité de chaleur  $T(S_N - S_S)$  c'est à dire  $TS_N$

alors qu'à l'extrémité froide il y a libération d'une même quantité de chaleur (Fig 3)

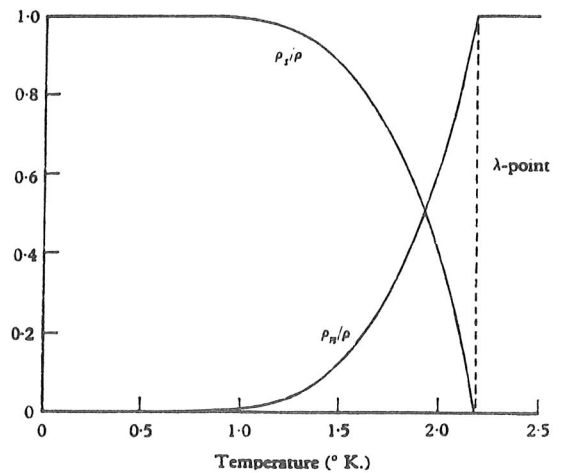
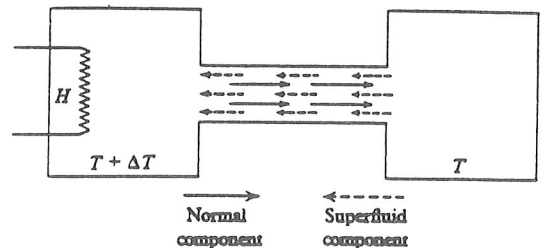


Fig 2

EFFET FONTAINE  
 (effet thermomécanique)

Soit deux réservoirs remplis d'hélium 4 à  $T < 2.17K$  et reliés par une superfuite, on observera qu'en chauffant l'un deux à une température  $T_1 > T_2$  le liquide s'élèvera d'une hauteur  $h$  imposant ainsi une pression hydrostatique  $P_1 > P_2$ . Cette différence de température entraîne un gradient de concentration des deux composantes entre les deux réservoirs. L'écoulement sans dissipation de la composante superfluide ( $S_S = 0$ )



Heat conduction by counterflow of the two components.

Fig 3

pour tenter de rétablir une concentration uniforme, implique qu'il ne peut y avoir de gradient de potentiel chimique entre les deux réservoirs Fig4:

$$d\mu = -SdT + VdP = 0 \quad (1)$$

S=Entropie molaire  
V=volume molaire

$$d'o\grave{u} \quad \Delta P = \frac{1}{V} \int_{T_1}^{T_2} SdT \quad (2)$$

Cette différence de pression n'est autre que la pression osmotique du fluide normal s'écoulant avec frottement visqueux dans la superfuite, la perte de charge par viscosité étant compensée par cette pression osmotique.

Pour de faibles valeurs de la puissance de chauffage le débit est proportionnel à q :

$$\dot{q} = \rho \dot{v} T \Delta S \quad (3)$$

$\rho$  : densité du liquide

$T \Delta S$ : quantité de chaleur absorbée par gramme de liquide en passant de l'état superfluide à l'état normal.

Fig6: Débit d'hélium II et écart de température entre les deux extrémités d'un capillaire en fonction du flux de chaleur

Application

- Pompes thermo-mécaniques (spatial)
- Réfrigérateur à dilution à circulation d'hélium4
- Distillation hélium3-hélium4 pour fabrication d'échantillons de grande pureté de l'un des deux isotopes.

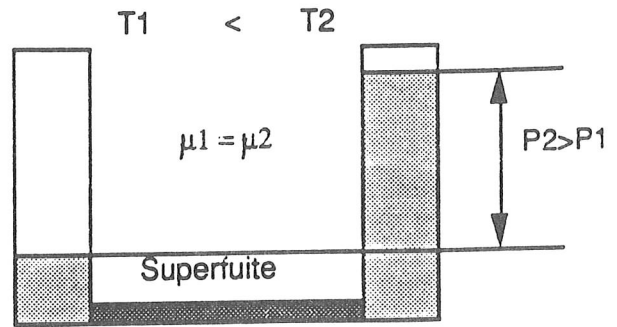


Fig 4

$T_2 = 0.95 K$

$T_1$	Pressure (cm helium)	
	measured	predicted
0.95	—	—
0.90	5.2	5.2
0.85	8.9	8.8
0.80	11.6	11.5
0.75	13.6	13.5
0.70	14.9	14.9
0.60	16.8	16.9
0.50	17.9	18.0
0.40	18.6	18.7
0.20	19.0	19.1

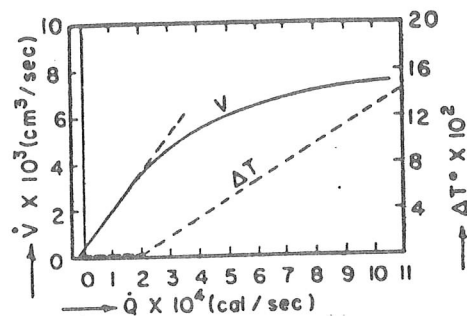


Fig 6

## TRANSPORT DE CHALEUR DANS LES CAPILLAIRES

Bertman et Kitchens ont étudié le transport thermique dans des capillaires remplis avec de l'hélium superfluide et ce pour une gamme de température comprise entre 20mK à 1.2K (PSF Page 36). Ils ont vérifié que pour  $T < 0.7K$  dans des tubes dont le rapport  $l/d$  est très grand, la conductivité thermique est proportionnelle à  $T^3$ . Ce résultat est en accord avec celui donné pour un transfert de chaleur purement phonique d'un "gaz de phonons" dont le libre parcours moyen  $l_p$  est très grand comparé au diamètre du tube. Dans ce cas ( $T < 0.7K$ ) la conductivité peut être décrite par la relation générale:

$$K_T \propto \frac{1}{3} C.V.d \quad (4)$$

C: chaleur spécifique  
V: vitesse du son  
d: diamètre du tube

Pour  $0.7K < T < 1.2K$  l'apparition d'un certain type d'excitations (rotons) contribue à augmenter la conductivité thermique. Une expression est déduite de la figure 9.3 (PSF page 36)

$$K_T \cong 300D.T^3 \quad \text{Wk/K}^4\text{m}^2 \quad (5)$$

formule valable pour  $T < 0.6K$   
D représente le diamètre de la colonne de liquide.

### Exemple d'application:

Le remplissage d'une cellule en hélium superfluide dans un cryostat à dilution ( $T < 0.1K$ ) nécessite une thermalisation des capillaires à différents étages de froid disponible. Par exemple

- Pot à 1K: ordre de grandeur de la puissance disponible  $4.5mW/10^{-4}$  moles/s dans le cas d'un pot continu. Celui-ci prendra en compte la recondensation du film de Rollin ainsi que le refroidissement du liquide vers 1.5K.

- Distillateur: dans les systèmes classiques le distillateur est tout indiqué comme point de thermalisation car il est toujours nécessaire de le chauffer pour maintenir sa température vers 0.8K

( quelques milliwatts). Il faut être prudent dans les systèmes sans pots ou tout apport de chaleur supplémentaire important ( $>1\text{mW}$ ) entraîne une trop forte élévation de température de ce dernier.

- Echangeur continu: Ce troisième point de thermalisation est très important. Il doit se situer à une température inférieure à  $500\text{mK}$  pour s'affranchir du régime "rotons". Le dilué dans les échangeurs du fait de sa forte enthalpie supporte bien cet apport de chaleur supplémentaire. Un échangeur de chaleur à grande surface est en général nécessaire pour minimiser le gradient entre dilué et superfluide. Ordre de grandeur: Un capillaire de  $0.3\text{mm}$  remplie de superfluide à  $500\text{mK}$  apporte  $4.3 \cdot 10^{-6} \text{ W}$  à  $0\text{K}$ .

### FILM DE ROLLIN (courbe 11 et 12 PSF page 37)

La viscosité de l'hélium superfluide étant nulle, les forces de Van Der Walls deviennent prépondérantes. Il s'établit ainsi un film d'hélium stable compensant par sa très haute mobilité son évaporation pour  $T > 2.17\text{K}$ .

-Caractéristiques moyennes du film:  $e \approx 3 \cdot 10^{-6} \text{ cm}$ ,  $v \approx 20\text{cm/s}$

Le débit de film est proportionnel au périmètre réel solide rencontré par le fluide lorsqu'il s'écoule au dessus du liquide à condition qu'il puisse s'évaporer en toute liberté. Dans le cas d'une recondensation forcée à la surface du liquide dans un tube de faible diamètre, son débit est limité par la perte de charge visqueuse de la vapeur circulant à contre courant du film.

Au dessous de  $1.5\text{K}$  le débit devient pratiquement indépendant de la température. Il est de l'ordre de  $1$  à  $2 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^3/\text{cms}$  soit  $4$  à  $8 \cdot 10^{-6} \text{ moles/s}$ . Sa conductivité varie comme  $T^3$  (phonons). Elle est voisine de  $9\text{mW/cmK}$  à  $0.5\text{K}$  et  $0.19\text{mW/cmK}$  à  $2\text{K}$ . L'ordre de grandeur pour un tube de  $1 \text{ cm}$  de diamètre entre  $1$  et  $2.17\text{K}$  est de  $1$  à  $2 \text{ mW}$  d'apport thermique. C'est le principal facteur limitatif à l'abaissement de la température par pompage sur le bain d'hélium. Pour mémoire à  $T_{\text{ev}} = 0.7\text{K}$ ,  $P_{\text{ev}} = 3 \cdot 10^{-3}\text{mb}$ . Pour obtenir des températures aussi basses sur l'hélium4 il est nécessaire d'utiliser des pompes à charbon actif.

### HELIUM 3

L'hélium 3 est fabriqué à partir de réactions nucléaires par irradiation du lithium. Deux propriétés le rende intéressant à basses températures

- Son absence de superfluidité jusqu'à des très basses températures ( $1\text{mK}$  à  $P=0$ ,  $2.7\text{mK}$  à  $P=34\text{b}$  ).
- Sa tension de vapeur plus élevée que celle de l'hélium4 à la même température (il bout à  $3.2\text{K}$  sous la pression atmosphérique)

à titre de comparaison à  $T=0.7\text{K}$   $\left\{ \begin{array}{l} {}^3\text{He} \approx 1.8\text{mb} \\ {}^4\text{He} \approx 3 \cdot 10^{-3}\text{mb} \end{array} \right.$

En dessous de  $T=0.32\text{K}$  le liquide possède une entropie inférieure à celle du solide. Cette augmentation de l'ordre du liquide se traduit par un minimum de la courbe de solidification et par une chaleur latente de fusion négative. Cette propriété est utilisée comme principe de refroidissement par compression adiabatique du liquide en solide ainsi que comme thermomètre à pression d'équilibre liquide-solide. A très basses températures  $T < 100\text{mK}$  la viscosité suit une loi en  $1/T^2$  et la conductivité thermique une loi en  $1/T$  propre aux liquides de Fermi PSF page 56, 57. Ceci a pour conséquences de limiter les performances des réfrigérateurs à dilution vers 2 à 3 mK à cause de la dissipation de chaleur par frottement visqueux dans la phase diluée et concentrée ( $Q \approx \dot{n}^2$ ) ainsi que la conduction de chaleur au sein de la colonne de liquide.

### LES MELANGES HELIUM 3-HELIUM 4

Pour  $T > 0.86\text{K}$  tout mélange hélium3-hélium4 forme une seule phase liquide à toute concentration. 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 hélium3 et l'autre la phase diluée ou phase riche en hélium4. La phase concentrée plus légère flotte au-dessus de la phase diluée. Soit  $X$  la concentration en hélium 3 liquide. On remarque sur le diagramme de phase de la figure 7 que par exemple à  $T=1\text{K}$  le mélange est superfluide pour une concentration  $X < 62\%$  et normal pour toute concentration supérieure. A plus basse température, par exemple à  $T=0.5\text{K}$  il se sépare en deux phases: une phase concentrée à 90% et une phase diluée à 23%. La concentration en hélium 3 du dilué tend vers une limite finie quand  $T$  tend vers  $0\text{K}$ . On se trouve alors en présence d'un mélange dont la phase diluée est à 6.4% et la phase concentrée à 100%.

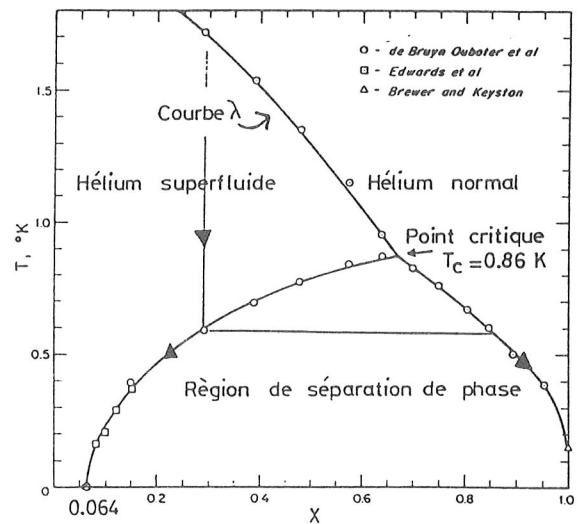


Diagramme de phase des mélanges  ${}^3\text{He} - {}^4\text{He}$

$$X = \frac{n_3}{n_3 + n_4} : \text{concentration en } {}^3\text{He}$$

Fig 7



En dessous de 0.5K, l'He<sub>4</sub> est dans son état fondamental et son entropie est négligeable. Dans la phase diluée il se comporte comme un vide vis à vis de l'He<sub>3</sub> ce qui confère à ce dernier un comportement de quasi gaz en équilibre avec l'He<sub>3</sub> de la phase concentrée. Le passage d'un atome d'He<sub>3</sub> 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. 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'hélium 3 aussi basse que puisse être la température de dilution. Nous verrons dans la description du cycle de fonctionnement d'un réfrigérateur à dilution quel est le "moteur" de ce flux d'atomes d'He<sub>3</sub> et sous quelles conditions d'équilibre thermodynamique il s'effectue. Notons que l'on trouve dans le PSF de la page 50 à la page 61 les principales propriétés des mélanges He<sub>3</sub>-He<sub>4</sub>.

## 2/ OBTENTION DE TEMPERATURES INFERIEURES A 4.2K

Le problème de l'obtention des très basses températures va être abordé du point de vue technique. Tout ne peut pas être dit! Nous nous focaliserons donc sur quelques points importants. Quelques exemples commerciaux serviront d'illustration. Nous aborderons successivement la réfrigération par:

- pompage sur l'He<sub>4</sub>
- pompage sur l'He<sub>3</sub>
- dilution He<sub>3</sub>-He<sub>4</sub>

### POMPAGE SUR L'HE<sub>4</sub>, CRYOSTATS HE<sub>4</sub>

Depuis l'époque la plus reculée c'est à dire très précisément en l'an 1908 on sait obtenir des températures voisines de 1K par abaissement de la pression de vapeur. Rappelons que celle-ci décroît de façon exponentielle dans tout l'intervalle de température où la chaleur latente peut être considérée comme constante c'est à dire en dessous de 4K . Elle a pour expression:

$$P \approx e^{-\frac{L_v}{RT}} \quad L_v=80 \text{ j/mole} \quad (6)$$

La puissance frigorifique disponible chutera évidemment exponentiellement elle aussi avec la température, cela pose le problème de la taille des tuyaux et des pompes. Exemple :

Une pompe primaire de 30m<sup>3</sup>/h à 1mb (T<sub>ev</sub>=1.3K) passera un débit de l'ordre de 300 micromoles/s c'est à dire qu'elle évacuera une puissance voisine de 25mW. Avec la même pompe à 1K ces valeurs deviennent 10 fois plus faibles et 100 fois plus faibles à 0.8K. Ces performances ultimes ne peuvent être obtenues qu'avec des "pots

continus" dont un des inconvénients est de perdre la moitié du volume après le passage du point lambda (pic de chaleur spécifique). Il était de bon ton autrefois lorsque l'on dimensionnait une installation performante en He4 de calculer soigneusement les pertes de charges dans les tubes. A cet effet quelques formules pratiques sont données ici.

Détermination du régime d'écoulement donnée par le libre parcours moyen moléculaire:

$$l_p = 8.6 \frac{\eta_{(T)}}{P} \sqrt{\frac{T}{M}} \quad (7)$$

$l_p$ : libre parcours moyen en cm

$\eta_{(T)}$ : viscosité en poise

P: pression en Torr

M: masse molaire en gramme

T: température en Kelvin

Régime laminaire pour  $l_p/d_m < 0.1$        $d_m$ =diamètre moyen

La perte de charge en régime laminaire (écoulement à la Poiseuille) s'exprime par une expression analogue à la loi d'Ohms:

$$dP = - \frac{128dl}{\pi d^4} \cdot \eta_{(T)} \cdot \dot{V} \quad (8)$$

$\eta_{(T)}$ : viscosité cinématique en Poiseuille

$\dot{V}$ : débit volumique en m<sup>3</sup>/s

Rappelons que seul les grandeurs molaires sont conservatives, la relation (8) est facilement intégrable en exprimant le débit volumétrique en débit molaire:

$$\dot{V} = \dot{n} \cdot \frac{T}{P} \cdot \frac{P_N V_N}{T_N}, \quad (9) \quad \frac{P_N V_N}{T_N} \text{ les conditions NTP}$$

$\dot{n}$  le débit molaire

La viscosité de l'He4 ainsi que celle de l'He3 peut être exprimée avec une bonne précision par l'expression ( $4 < T < 300K$ ):

$$\eta_{(T)} = 5 \cdot 10^{-7} \cdot T^{0.65} \quad (\text{Poiseuille}) \quad (10)$$

Toutefois l'expression (8) linéarisée donne un bon ordre de grandeur pour de faibles pertes de charge ( $\Delta P/P \ll 1$ ) sur des portions isothermes.

Pour une canalisation de section annulaire la situation est assez catastrophique, la même formule pourra être appliquée en utilisant le diamètre équivalent:

$$D_{eq} = \left( D^4 - d^4 + \frac{(D^2 - d^2)^2}{\ln d/D} \right)^{1/4} \quad (11)$$

grand diamètre  $d$  = petit diamètre

La plupart des réfrigérateurs modernes à He4 pompés sont sans prétention au niveau de la performance en température ( $T > 1.2K$ ). Les pots fonctionnent tous en régime continu alimentés soit par une perte de charge, soit une par une vanne froide réglable.

Le gaz détendu dans une perte de charge, produit un effet frigorifique (effet Joule-Thomson) important notamment lorsque le gaz est très dense c'est à dire au voisinage de son point critique.

Cette évolution thermodynamique est à enthalpie constante. A savoir ni chaleur ni travail échangé avec l'extérieur:

$$\Delta H = \Delta(U + PV) = 0$$

Comme nous l'avons dit plus haut la puissance frigorifique disponible avec un pot continu est voisine de  $4.5mW/100 \cdot 10^{-6}$  moles/s. La température limite n'excède pas 1.2K. Parmi les cryostats à He4 pompés très répandus dans les laboratoires, citons le cryostat I.L.L où "cryostat orange" dont nous reproduisons ici le schéma de principe. Ce cryostat de faible consommation ( $< 100$  l/h de gaz) permet de refroidir de échantillons dans un puits central de gaz d'échange en contact thermique avec un pot alimenté en continu par une vanne réglable. L'ajustement des débits de vapeurs froides entre les événements de respiration et le puits central qui joue le rôle d'échangeur à contre courant, permet de minimiser les pertes thermiques. Un écran thermique à 77K intercalé

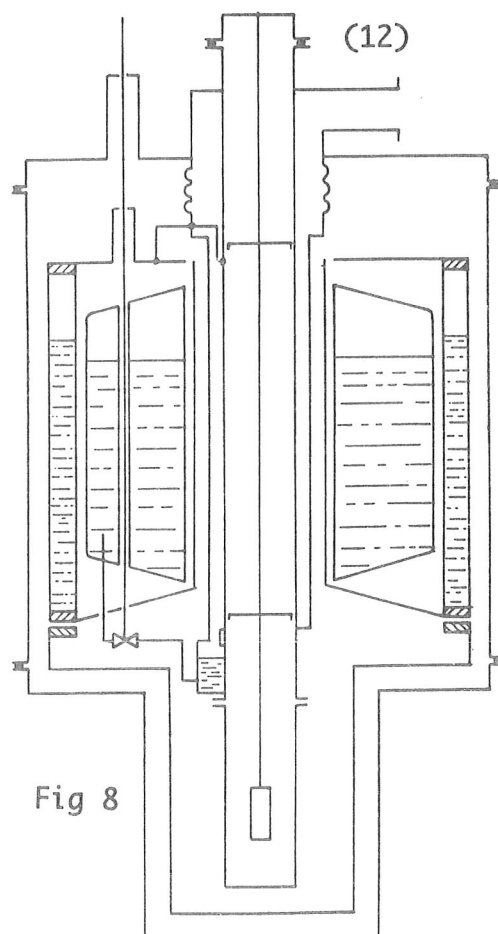


Fig 8

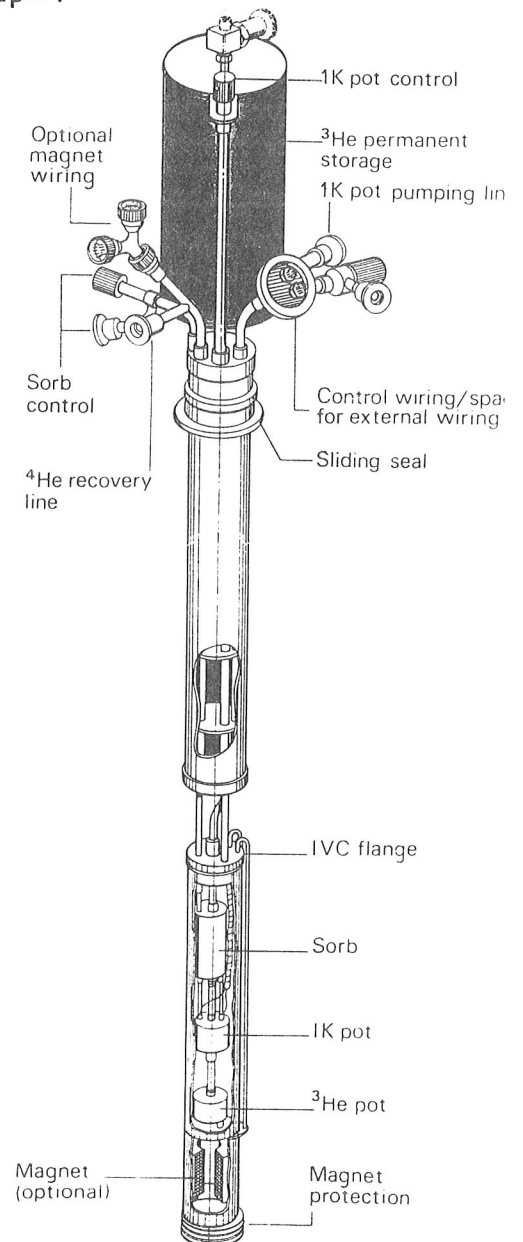
entre le réservoir hélium et l'échangeur central permet à condition d'interrompre le débit d'He4 de réguler la température d'un échantillon jusqu'à 300K. La partie inférieure démontable permet l'adaptation de queues de différentes tailles ainsi que des adaptations plus complexes tel que vase froid pour bobine supra. Notons enfin qu'avec un tel système, il est possible de faire fonctionner dans le puits central un réfrigérateur à dilution. Le contact à 4.2K par l'intermédiaire du gaz froid est excellent même pour des pressions très faibles. Typiquement quelques millibars.

### PERFORMANCES AVEC L'HE3, UN EXEMPLE MODERNE DE CRYOSTAT

Tension de vapeur plus faible, absence de superfluidité aux températures utilisables avec ce fluide seul font que la performance limite se situe entre 0.3 et 0.4K  $2.5 \cdot 10^{-3} < P_V < 4.5 \cdot 10^{-2}$  mb

Dans cette gamme de température le libre parcours moyen devient de l'ordre de la taille des tubes à froid,  $l_p \approx T^{1/2}$ .

Nous sommes en régime moléculaire. La perte de charge devient le principal facteur limitatif. D'autre part la conductivité thermique du liquide devenant très faible et les résistances de contact (résistance de Kapitza) importantes, l'effet frigorifique produit à la surface du liquide à du mal à se propager au fond du pot froid. Il est nécessaire d'inclure un échangeur métallique type fritté cuivre ou argent. L'hélium3 étant très cher, ces appareils fonctionnent soit en ONE-SHOT avec la récupération du gaz pompé dans un bidon à l'ambiante, soit en continu avec recondensation sur un étage He4. Dans ce cas la température est limitée vers 0.5K. Le cryostat OXFORD type "HELIOX" dont nous reproduisons une vue commerciale! est un bon exemple pour illustrer ce type d'appareil. Celui-ci fonctionne en ONE-SHOT à l'aide d'une pompe à charbon actif refroidie par du gaz froid en provenance du bain à 4.2K. Autonomie 30 heures à vide, 3.5 heures avec  $100 \cdot 10^{-6}$  Watt à 0.4K. Le facteur limitatif pour la température est probablement la perte de charge imposée par le tube entre le pot He3 et la pompe à charbon. Lorsque la pompe est saturée il suffit d'interrompre la circulation de gaz froid et de lachauffer vers 10K pour recondenser l'He3 au contact du pot à 1K.



### LES APPAREILS A DILUTION HE3-HE4

Le besoins en matière de détection à très faible niveau énergétique nécessite des températures de plus en plus basses. Le réfrigérateur à dilution est parfaitement adapté pour remplir cette fonction. Un fonctionnement en continu à une température voisine de 10mK ne pose en effet pas de problèmes particuliers. A titre de comparaison et pour fixer les idées, dans un appareil à He3 pur, une pompe Roots de 350m<sup>3</sup>/h accouplée à une pompe primaire de 60m<sup>3</sup>/h circule un débit de 10 10<sup>-6</sup>moles/s à 0.3K sous une pression de 0.25Pa délivrant une puissance frigorifique de 250 10<sup>-6</sup>Watt. La même puissance à la même température pourra être fournie par un petit réfrigérateur à dilution circulant un débit d'He3 de 35 10<sup>-6</sup>moles/s. Une simple pompe primaire est alors suffisante pour engendrer ce débit sous une pression de pompage de 4.4Pa!.

Dans un réfrigérateur à dilution l'effet frigorifique est produit dans la boîte à mélange (a) par le passage à l'interface d'un atome d'He3 de la phase riche à la phase diluée. Le moyen utilisé pour extraire des atome d'He3 dilués dans l'He4 superfluide est la distillation sous vide dans un évaporateur (c) dont la température est suffisamment faible ( $0.6 < T < 0.9K$ ) pour que le gaz pompé soit principalement de l'He3. A  $T=0.7K$   $X_{4v} > 96\%$ . La chambre de mélange et le distillateur sont reliés par un où plusieurs échangeurs de chaleur (b). Si la distillation est parfaite l'He4 ne participe pas à la circulation. En régime dynamique la colonne de diluée est soumise à une perte de charge osmotique en pratique très faible comparée à la pression osmotique à saturation. Le mélange ainsi pompé est réinjecté dans le cryostat, prérefroidit à 4.2K puis liquéfié vers 1.5K(d) sous une pression égale où supérieure à la tension de vapeur du mélange.

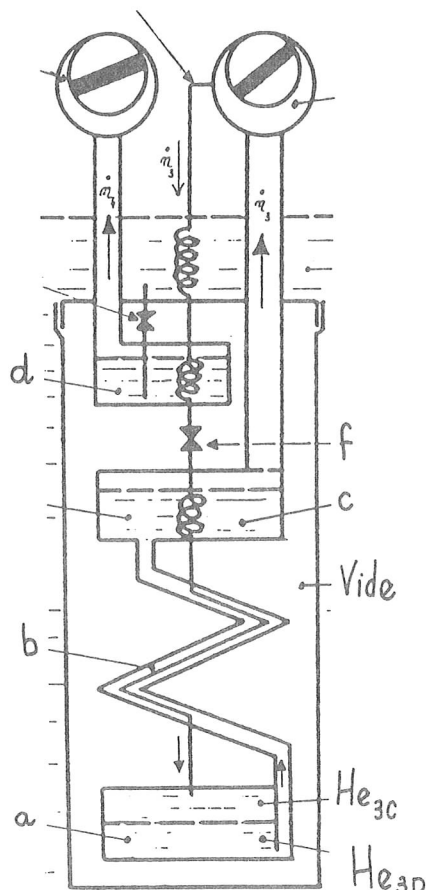


Fig 10

Cette condition de pression est obtenue par une impédance de condensation (f)

Le mélange est ensuite refroidi dans l'échangeur(b) avant d'être introduit dans la chambre de mélange(a). La quantité de mélange est calculée de façon à ce que l'interface He3-He4 se situe à peu près au milieu de la chambre de mélange. Côté dilué l'interface liquide/vapeur doit s'établir dans le distillateur. L'ajustement des volumes s'appuie sur la connaissance des paramètres suivants:

- Volume molaire de l'He3 liquide : 27.6 cm<sup>3</sup>/mole
- Volume molaire de l'He4 liquide : 36.8 cm<sup>3</sup>/mole
- Dans la phase concentrée le rapport He3/He4 est donné par le rapport des tensions de vapeur à la température d'évaporation dans le distillateur auquel dans le cas des très faibles débits il faut ajouter la contribution du film d'He4 superfluide.

\_ Le dilué est pris égal à 6% dans la boîte à mélange et à 1% dans les échangeurs et le distillateur. (PSF Page25, 43, 45 51, 52, 54)

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  $\mu_4$  reste constant dans toute la colonne. Il en découle (on l'admettra) que la pression osmotique totale reste elle aussi constante, c'est à dire:

$$\Pi + P_F = C^{\text{TE}} \quad (13)$$

$\Pi$ : pression osmotique due à l'He3

$P_F$ : pression fontaine due à l'He4 superfluide

Dans la boîte à mélange ( $T_M < 0.1K$ ) 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:

$$\Pi_M(T) = 2209 + 1.04410^5 T^2 \quad \text{Pa} \quad (14)$$

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

$$\Pi_M(0) = 2209 \quad \text{Pa} \quad (15)$$

En s'éloignant des conditions d'équilibre 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:

$$\Pi = \frac{X}{V_4^0} RT \quad (\text{Loi de Van'T Hoff}) \quad (16)$$

$V_4^0$ : volume molaire de l'He4 pur:  $27.5\text{cm}^3/\text{mole}$   
 R: constante des gaz parfait:  $8.314\text{J/K mole}$

Dans le distillateur la pression fontaine n'est plus négligeable:

$$(\Pi_M - P_F) = \frac{X}{V_4^0} RT_s \quad (17)$$

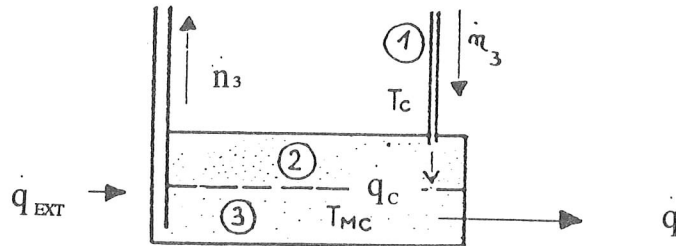
$$\left. \begin{array}{l} \text{en connaissant } T_M \rightarrow \Pi_M \\ \text{en connaissant } T_s \rightarrow P_F \end{array} \right\} \rightarrow X$$

exemple:

$$\left. \begin{array}{l} T_M = 20\text{mK} \rightarrow \Pi_M \approx 2250 \text{ Pa} \\ T_s = 1.3\text{K} \rightarrow T_s \approx 2240 \text{ Pa} \end{array} \right\} X \rightarrow 0$$

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 nous verrons un exemple plus loin.

Notons enfin que la partie la plus importante de la perte de charge osmotique dans l'échangeur se situe près du distillateur. Le volume molaire atteint  $\approx 3000\text{cm}^3/\text{mole}$ , donc la vitesse d'écoulement de l'He3 devient maximum. Exemple:  $100 \cdot 10^{-6}$  moles/s dans un tube 1mm équivaut à une vitesse de 35cm/s. Le même débit dans un tube de 4mm nous ramène à une vitesse de 2cm/s.

BILAN THERMIQUE

Bilan de chaleur au niveau de la boîte à mélange:

$$\dot{q} = \dot{q}_c + \dot{q}_{EXT} \quad (19)$$

Evolution réversible:

$$\dot{q} = \dot{n}_3 T \left[ S_{d(T)} - S_{c(T)} \right] \quad (20)$$

Equilibre des potentiels chimiques des deux phases:

$$\eta_{3D} = \eta_{3C} \quad (21)$$

Enthalpie définie par:

$$H = n_3 \mu_3 + TS \quad (22)$$

Puissance frigorifique disponible:

$$\dot{q}_{EXT} = \dot{n}_3 \left[ H_{d(Td)} - H_{c(Tc)} \right] \quad (23)$$

Chaleurs spécifiques pour  $T < 50mK$  (liquides de Fermi)

- concentré:  $C_{3C} = 25T$  (J/mole K)  $H_3^c = H_{3(0)} + 12.5T^2$  (24)

- dilué:  $C_{3d} = 108T$  (J/mole K)  $H_{3d}^{osm} = H_{3(0)} + 54T^2$  (25)

des équations (20) (21) (22) (23) (24) on en déduit la puissance utile de réfrigération:

$$\dot{q}_{EXT} = \dot{n}_3 \left[ 94.5T_d^2 - 12.5T_c^2 \right] \text{ (W)} \quad (26)$$



A partir de cette relation deux approximations simples peuvent être effectuées:

- Le cas des échangeurs parfaits ( $T_d = T_c$ )

$$\dot{q}_{EXT} = 82 \dot{n}_3 T_d^2 \quad (27)$$

exemple: 0.1K,  $50 \cdot 10^{-6}$  moles/s, puissance  $40 \cdot 10^{-6}$  W

- Le cas de pertes thermiques nulles ( $\dot{q}_{EXT} = 0$ )

$$T_c/T_d = 2.75 \quad (28)$$

La relation (27) permet de dimensionner grossièrement une installation, la relation (28) permet d'estimer l'ordre de grandeur du gradient de température entre les deux phases à fuite thermique nulle. Exemple: dilué 10mK, concentré 26mK, cette estimation peut avoir son importance dans le cas d'un mauvais positionnement de l'interface où une température mesurée au mauvais endroit.

#### PERFORMANCES ULTIMES D'UN REFRIGERATEUR A DILUTION

Les pertes par conduction et par viscosité deviennent importantes à très basses températures. On est alors obligé d'augmenter la taille des canaux dans les échangeurs ainsi que le diamètre des tubes. L'effet de perte par viscosité dans le dilué définit une limite intrinsèque en température qui ne dépend que du diamètre du tube tel que :

$$T_{MINI\_INTRINSEQUE} \geq 5 \cdot 10^{-4} D^{-1/3} \quad (29)$$

T en mK, D en mm.

ordre de grandeur:

diamètre:	1mm	5mm	100mm
température limite:	5mK	3mK	1.1mK

Les plus basses températures obtenues en dilution continue sont inférieures à 2mK (Frossati). Une température de 1mK ne semble pas réaliste.

TRANSFERT DE CHALEUR A L'INTERFACE LIQUIDE SOLIDE

Quelques définitions générales:

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 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 thermique est purement phonique donc en  $1/T^3$  à basses températures. Dans ce processus le flux de chaleur s'exprime par:

$$\dot{q} = \alpha A (T_c^4 - T_D^4) \quad \alpha: W/m^2K^4 \quad (30)$$

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

Z: impédance acoustique des matériaux:

$$Z = \rho v$$

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

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

$\alpha$  est d'autant plus faible que le désaccord est grand

$$\Delta T \ll T \quad \dot{q} = A\Delta T / R_K \rightarrow R_K \approx 1 / 4\alpha T^3 \quad (31)$$

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

$$\dot{q} = A T^3 \Delta T / R \quad (32)$$

exemple:  $10^{-6} W$  à  $100 \text{ mK}$  pour  $A = 100 \text{ cm}^2$   $\Delta T = 10 \text{ mK}$ .

Ceci pose un réel problème dans les réfrigérateurs à dilution. En dessous de 30mK il est nécessaire de discrétiser les échangeurs de chaleur. Des températures inférieures à 10mK s'obtiennent avec 4 à 5 échangeurs discrets dont la surface d'échange par étage est de l'ordre du  $m^2$ . De telles surfaces sont possibles avec des matériaux frittés tel que cuivre et argent. Voir PSF page 62:  $R\kappa T^3/T$

Parmi les quelques réalisations commerciales nous citerons l'exemple de la canne à dilution commercialisée par T.B.T. Celles-ci fonctionnent 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 1bar 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 détente il est complètement liquéfié dans ce dernier par récupération de la chaleur latente d'évaporation. Un tel appareil permet d'obtenir des températures inférieures à 10mK. La puissance est toutefois faible ( $20 \cdot 10^{-6}W$  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 ( $T < 5mK$ ), 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. La remarque faite précédemment au sujet de la température du distillateur s'applique donc à ce

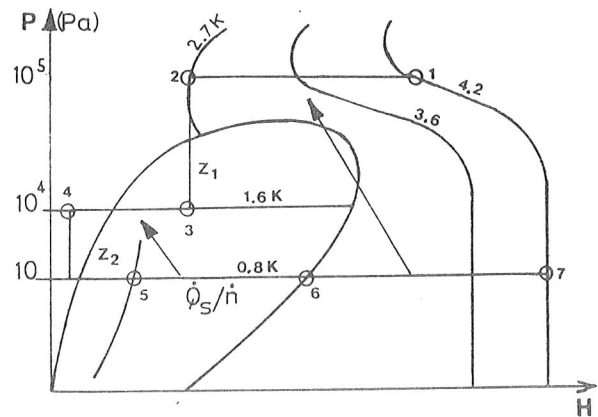
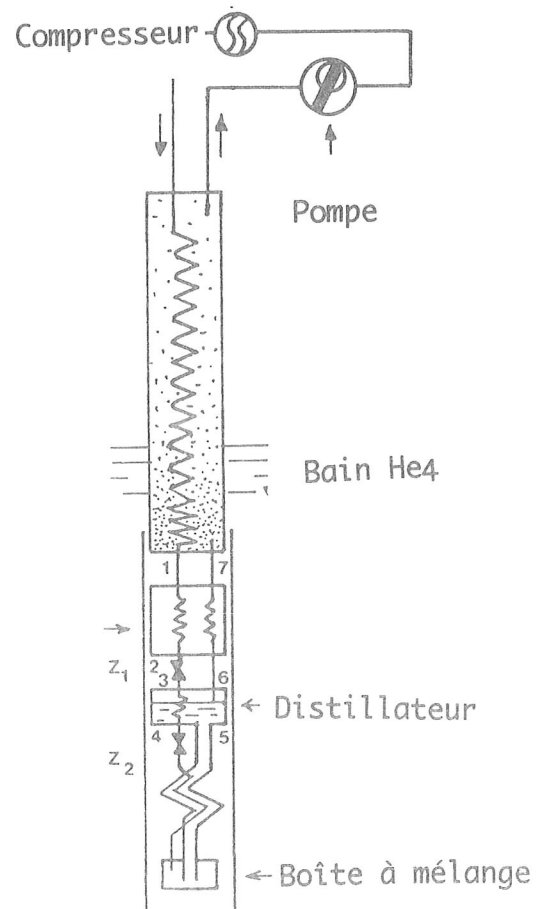


Diagramme enthalpique





cas, il est donc indispensable d'avoir un très bon point de thermalisation à 4.2K pour toutes les amenées de chaleur supplémentaires ( fils, coax etc..).

Une autre conséquence de la température de distillation trop élevée (exemple pour  $T_S=1.15K$ ,  $X_{4V}=60\%$ ) est que l'échangeur continu sera soumis à une charge thermique supplémentaire due à la séparation de phase prématurée du mélange se qui impose une température d'entrée du mélange  $T_C$  plus élevée dont la partie diluée est à très forte enthalpie ( $\approx 94.5T^2$ ).

