

⑫

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

⑳ Numéro de dépôt: 85420228.0

⑤① Int. Cl.⁴: **F 25 B 23/00**

㉔ Date de dépôt: 16.12.85

③① Priorité: 17.12.84 FR 8419488

⑦① Demandeur: **CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE (CNRS)**, 15, Quai Anatole France, F-75007 Paris (FR)

④③ Date de publication de la demande: 30.07.86
Bulletin 86/31

⑦② Inventeur: **Benoit, Alain Daniel**, 9, Allée des Arcelles, F-38320 Eybens (FR)
Inventeur: **Pujol, Serge**, 56, rue du Moucherotte, F-38320 Poizat (FR)

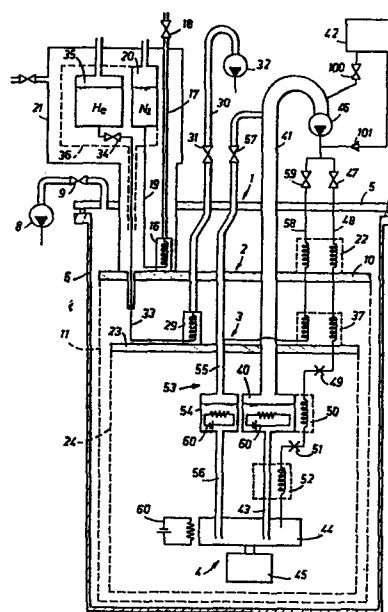
⑧④ Etats contractants désignés: **DE GB NL**

⑦④ Mandataire: **Ropital-Bonvariet, Claude et al**, Cabinet **BEAU DE LOMENIE** 99, Grande rue de la Guillotière, F-69007 Lyon (FR)

⑤④ **Cryostat à dilution.**

⑤⑦ Le cryostat à dilution comprend:
– un circuit de pompage dérivé (53) comportant un évaporateur (54) et une vanne (57) placés entre la chambre de dilution (44) et la pompe de circulation (46) faisant partie du circuit principal de pompage et refoulement,
– et un circuit de refoulement dérivé (58) contrôlé au-delà de la pompe par une vanne d'admission (59), passant par les premier et second étages (2, 3) et aboutissant dans le circuit de pompage dérivé (53) en aval de l'évaporateur par rapport à la chambre de dilution.

Application à l'analyse de matériaux supra-conducteurs.



CRYOSTAT A DILUTION

L'invention est relative aux cryostats à dilution, c'est-à-dire aux appareils ou installations permettant d'atteindre des températures très basses, de l'ordre de 1° Kelvin.

L'invention concerne les appareils du type ci-dessus
5 pouvant être utilisés à des fins de recherche en laboratoire, ou, encore, à des fins industrielles, par exemple pour l'analyse des propriétés physiques de matériaux divers ou, plus particulièrement, de matériaux supra-conducteurs.

L'invention vise, plus spécialement, les appareils ou
10 installations permettant d'atteindre de très basses températures, inférieures à 1° Kelvin.

Les cryostats à dilution peuvent être classés en deux catégories.

La première concerne les appareils ou installations dans
15 lesquels l'échantillon devant être analysé est fixé sur le point froid. En règle générale, ce point froid est constitué par une paroi de la chambre de dilution qui est disposée dans une enceinte étanche. Le principe de fonctionnement de ces cryostats consiste à introduire de l'hélium en phase gazeuse dans l'enceinte étanche
20 afin de réaliser un prérefroidissement préalable au mode de fonctionnement ultérieur en dilution.

La mise en service d'un appareil du type ci-dessus est longue, étant donné que pour chaque échantillon il convient d'ouvrir l'enceinte, d'adapter l'échantillon, de refermer l'enceinte, d'introduire dans cette dernière de l'hélium gazeux afin d'assurer le
25 prérefroidissement de la chambre de dilution jusqu'à environ 4° Kelvin puis, ensuite, de pomper totalement ce gaz avant d'engager le fonctionnement en mode dilution du mélange cryogénique.

Les manipulations longues, voire délicates, devant être

conduites pour permettre le montage ou le démontage d'un échantillon à traiter, ainsi que la durée préalable de mise en service, s'opposent à une application industrielle d'un tel type d'appareil.

La seconde catégorie concerne des appareils à dilution comportant, dans le but de remédier aux inconvénients ci-dessus, un changeur d'échantillons placé en relation avec le point froid. L'existence d'un changeur d'échantillon, s'il permet de faciliter le changement, ne résoud pas le problème du prérefroidissement assuré par le gaz d'échange en phase gazeuse dans l'enceinte entourant la chambre de dilution.

L'objet de l'invention est de remédier aux inconvénients ci-dessus en proposant un nouveau cryostat à dilution conçu pour permettre une mise en service rapide, à partir des seuls éléments constitutifs dudit appareil ou de l'installation, ainsi qu'un accès rapide pour le changement de l'échantillon.

Pour atteindre les buts ci-dessus, l'objet de l'invention se caractérise en ce qu'il comprend :

- un circuit de pompage dérivé comportant un évaporateur et une vanne placés entre la chambre de dilution et la pompe de circulation faisant partie du circuit principal de pompage et refoulement,
- et un circuit de refoulement dérivé contrôlé au-delà de la pompe par une vanne d'admission, passant par les premier et second étages et aboutissant dans le circuit de pompage dérivé en aval de l'évaporateur par rapport à la chambre de dilution.

Diverses autres caractéristiques ressortent de la description faite ci-dessous en référence au dessin annexé qui montre, à titre d'exemple non limitatif, une forme de réalisation de l'objet de l'invention.

La figure unique est une vue schématique illustrant la structure du cryostat à dilution selon l'invention.

Le cryostat à dilution selon l'invention comprend une

ossature de suspension 1 à laquelle est suspendu un premier étage de prérefroidissement 2 sous lequel est fixé un second étage de prérefroidissement 3 associé à une unité de dilution suspendue 4.

L'ossature 1 comprend, principalement, une platine 5 sous laquelle s'adapte une enceinte étanche 6, par l'intermédiaire d'un joint démontable 7.

L'ensemble permet d'isoler le volume interne que l'on peut mettre sous vide à l'aide de la pompe 8 et la vanne 9.

Le premier étage de prérefroidissement 2 comprend une platine d'échange 10 réalisée en un métal présentant de très bonnes caractéristiques de conductibilité thermique et, par exemple, en cuivre. La platine 10 est suspendue à la platine 5 par les tubes de pompage décrits ci-après et présentant une faible conductivité thermique.

La platine 10 est prolongée vers le bas par une enceinte démontable 11 à fond fermé. Cette enceinte, construite en un matériau conducteur, tel que cuivre ou aluminium, n'est pas étanche et sert uniquement de barrière aux radiations thermiques.

Le premier étage de prérefroidissement 2 comporte un évaporateur 16 porté par la platine d'échange 10. L'évaporateur 16 est relié à une conduite d'évacuation 17 contrôlée par une vanne 18. L'évaporateur 16 est raccordé, également, à son entrée, par une canalisation 19, à un réservoir 20 d'un liquide cryogénique, tel que de l'azote liquide. Le réservoir 20 est enfermé dans un compartiment 21 étanche. Le réservoir 20 est placé en charge par rapport à l'évaporateur 16. La canalisation 17 est chargée d'évacuer, à l'air libre, l'azote vaporisé.

La platine de prérefroidissement 10 supporte, par ailleurs, un échangeur-condenseur 22 à deux circuits indépendants, dont la fonction apparaît dans ce qui suit.

Le second étage de prérefroidissement 3 comprend une platine d'échange 23 qui est suspendue à la platine 10 par les tubes de pompage et de circulation décrits ci-après et présentant une faible conductivité thermique. La platine 23 est réalisée en un métal très bon conducteur de la chaleur et, par exemple, en cuivre. La

platine 23 est prolongée vers le bas par une enceinte démontable 24, à fond fermé. Cette enceinte, construite en un matériau conducteur, tel que cuivre ou aluminium, n'est pas étanche et sert uniquement de barrière aux radiations thermiques.

5 La platine 23 supporte un évaporateur 29 comprenant une canalisation de refoulement 30 traversant la platine 10 et la platine 5 et comportant, à l'extérieur de cette dernière, une vanne 31 placée en amont d'une pompe d'extraction 32. L'évaporateur 29 est raccordé, par une canalisation 33 incluant une vanne 34, à un réservoir 35 con-
10 tenant un produit cryogénique, tel que de l'hélium liquide. Le réservoir 35 est enfermé dans le compartiment étanche 21. Un écran 36, relié au réservoir d'azote liquide 20, le protège des radiations thermiques.

 Les canalisations 17, 19 et 33 traversent la platine 5
15 par une gaine d'isolation thermique 21a formée par le compartiment 21.

 La platine 23 supporte, également, un échangeur-condenseur 37 à deux circuits internes indépendants, dont la fonction apparait dans ce qui suit.

20 L'unité de dilution 4 comprend, selon l'invention, un évaporateur-distillateur 40 principal, suspendu à la platine 23 par un circuit de pompage principal 41 s'élevant verticalement et traversant les platines 10 et 5 successivement. L'évaporateur-distillateur principal 40 est raccordé à sa base par une canalisation 43
25 à une chambre de dilution 44 constituant le point froid de l'unité de dilution 4. La chambre de dilution 44 est conformée pour que son fond représente un support de fixation d'un échantillon 45 à analyser.

 Le circuit de pompage principal 41 comporte une pompe
30 46 dont la sortie est raccordée, par une vanne 47, à un circuit principal de refoulement 48 constitué par une canalisation de faible section traversant les échangeurs-condenseurs 22 et 37. Le circuit 48 comporte, au-delà de l'échangeur-condenseur 37, un restricteur de détente 49 au-delà duquel il traverse un échangeur 50 placé en
35 relation avec l'évaporateur-distillateur principal 40. A la sortie

de l'échangeur 50, le circuit 48 comprend un deuxième restricteur de détente 51 au-delà duquel il traverse un échangeur 52 entourant concentriquement le tube 43. Le circuit 48 débouche, ensuite, dans la partie haute de la chambre de dilution 44.

5 Le cryostat à dilution comprend, par ailleurs, un circuit de pompage dérivé 53 comportant un évaporateur-distillateur 54 suspendu à la platine 23 par une colonne 55 traversant, également, les platines 10 et 5. La colonne 55 est contrôlée par une vanne 57 au-delà de laquelle elle est raccordée au circuit principal 41.

10 L'évaporateur 54 est relié, par une canalisation 56, à la chambre de dilution 44.

Le cryostat à dilution comprend, encore, un circuit de refoulement dérivé 58 également raccordé à la sortie de la pompe 46 par une vanne 59. Le circuit 58 traverse l'échangeur-condenseur 22, 15 puis l'échangeur-condenseur 37 au-delà duquel il est raccordé à la colonne 55 dans la partie de cette dernière située au-dessus de la platine 23 du second étage de prérefroidissement 3.

A l'extérieur du cryostat se trouve une réserve 42 contenant les quantités de 3 He et 4 He nécessaires au fonctionnement 20 et mélangées sous forme gazeuse. Une vanne 100 permet de vider la réserve à l'aide de la pompe 46, une soupape 101 permettant le retour du mélange 3 He, 4 He dans la réserve en fin d'utilisation.

La structure décrite ci-dessus présente l'avantage de permettre une mise en place et un retrait faciles de l'échantillon 25 45. En effet, pour toutes ces opérations, il suffit d'établir la pression normale dans l'enceinte 6 par la vanne 9, puis de démonter successivement les enceintes 6, 11 et 24.

Pour que cet avantage d'accessibilité soit effectivement pratique, la structure du cryostat est aussi choisie pour que la 30 mise en service effective de l'appareil puisse intervenir rapidement. En d'autres termes, la structure de l'appareil est choisie pour que la phase de prérefroidissement préalable s'effectue plus simplement et plus rapidement que selon la technique antérieure.

En effet, selon l'invention, après adaptation d'un échan- 35 tillon 45 et montage des différentes enveloppes 24, 11 et 6, une

phase de pompage et de mise sous vide peut intervenir simultanément à un prérefroidissement qui est assuré de la façon suivante.

La vanne 18 est ouverte, de manière que l'azote liquide transite par gravité dans l'évaporateur 16, en vue d'assurer le refroidissement de la platine 10. Simultanément, les vannes 31 et 34 sont ouvertes et la pompe 32 est mise en marche, de manière à créer une circulation d'hélium dans l'évaporateur 29 chargé de refroidir la platine d'échange 23.

La vanne 57 est ensuite fermée, de même que la vanne 47, alors que la vanne 59 est, au contraire, ouverte. La pompe 46 est mise en marche, de manière à refouler du mélange cryogénique extrait de la réserve 42 dans le circuit de refoulement dérivé 58. Le mélange cryogénique sous phase gazeuse se refroidit par traversée de l'échangeur-condenseur 22, puis de l'échangeur-condenseur 27, avant d'être introduit dans la colonne 55 où il arrive à basse température. Le mélange froid emprunte alors la canalisation 56, traverse la chambre de dilution 44 et remonte par le circuit de pompage principal 41, avant d'être recyclé par la pompe 46.

Cette circulation a pour effet de refroidir l'unité de dilution par circulation interne, alors que les cryostats à dilution, du type connu, assurent une phase de prérefroidissement par circulation externe d'un produit cryogénique en phase vapeur, tel que l'hélium.

Lorsque la température la plus basse est atteinte par la phase de circulation décrite ci-dessus, par exemple aux environs de 4° Kelvin, les vannes 47 et 57 sont ouvertes, alors que la vanne 59 est fermée.

La pompe 46 refoule alors du mélange cryogénique dans le circuit principal 48. Après s'être refroidi dans l'échangeur 22, le mélange se condense dans l'échangeur-condenseur 37, avant de se détendre à travers les restricteurs 49 et 51. Le liquide ainsi obtenu s'accumule dans les parties basses de l'appareil jusqu'à remplir complètement la chambre de mélange 44, puis le tube 56, ainsi que l'échangeur 52, enfin, partiellement, les évaporateurs 40 et 54 où les niveaux s'équilibrent.

A ce moment, la réserve 42 étant vide, commence la distillation du mélange dans les deux évaporateurs. La fraction 4 He reste au fond du cryostat et la fraction 3 He est pompée par la pompe 46. La fraction 3 He pure ainsi obtenue est refoulée alors par la
5 vanne 47, refroidie dans l'échangeur 22, condensée dans l'échangeur 37, détendue en 49, refroidie encore en 50, détendue en 51 et, pour finir, refroidie par l'échangeur 52, avant de se diluer dans la fraction 4 He contenue dans la chambre de dilution 44 en refroidissant ainsi l'échantillon. La fraction 3 He remonte vers les deux évapora-
10 teurs en diffusant dans la fraction 4 He, refroidissant au passage l'échangeur 52 et empêchant toute chaleur de descendre le long des tubes 56 et 43.

Ainsi, la structure du cryostat à dilution selon l'invention permet, en utilisant le même mélange cryogénique, d'assurer
15 un prérefroidissement par circulation du mélange en phase gazeuse à l'intérieur des éléments constitutifs de l'unité de dilution 4, puis d'entretenir le fonctionnement en mode dilution par circulation du même mélange en phase liquide, le passage d'un mode de fonctionnement à l'autre s'effectuant par la commande des vannes 47, 59 et 57. Il
20 devient ainsi possible de mettre en service rapidement un tel appareil et de bénéficier ainsi pleinement des avantages de changement rapide d'échantillons dus à la structure des enveloppes concentriques démontables 6, 11 et 24. Il devient aussi possible d'appliquer à l'échantillon 45 toutes les gammes de températures souhaitées, étant donné
25 que celle-ci dépend uniquement du mode de circulation et non de la température des réserves de liquide cryogénique 20 et 35.

Etant donné que les phases de prérefroidissement et de refroidissement interviennent par circulation interne, il devient possible de procéder rapidement au changement de l'échantillon 45.
30 Il suffit, en effet, de rétablir la pression et la température ambiante à l'intérieur de l'enveloppe 24 pour permettre un démontage des enceintes. A cette fin, il suffit de provoquer la vaporisation de la phase liquide du mélange cryogénique occupant les évaporateurs 40 et 54 et la chambre de dilution 44. Dans ce but, ces trois éléments
35 constitutifs sont associés à des résistances électriques 60.

Il convient de noter, également, que les réserves de liquide cryogénique, nécessaires au prérefroidissement par l'intermédiaire des platines 10 et 23, sont totalement indépendantes des enveloppes 6, 11 et 24 et de l'unité de dilution 44 qui peut donc
5 ainsi être rapidement réchauffée à température ambiante lors de la phase de changement d'un échantillon 45.

L'invention n'est pas limitée à l'exemple décrit et représenté, car diverses modifications peuvent y être apportées sans sortir de son cadre.

REVENDICATIONS :

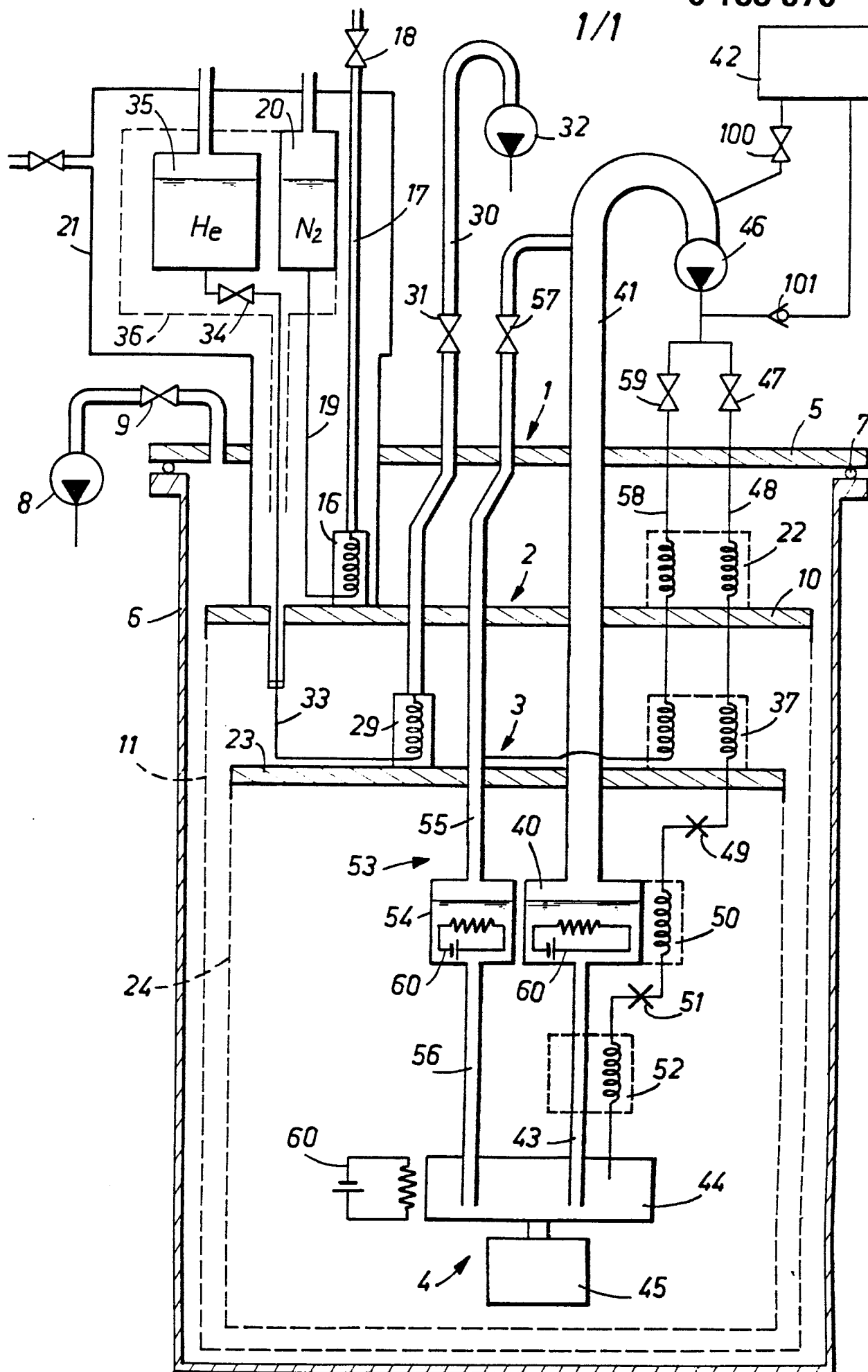
- 1 - Cryostat à dilution, du type comprenant au moins un étage de prérefroidissement (2, 3), associé à au moins une réserve de liquide cryogénique indépendante, un réservoir de mélange cryogé-
5 nique de refroidissement (42), une chambre (44) de dilution dudit mélange et un circuit de refoulement (48) et de pompage (41) comprenant, entre la réserve et la chambre, une pompe (46), un évaporateur (40) placé sur le circuit de pompage et des condenseurs (22, 37) placés sur le circuit de refoulement,
10 caractérisé en ce qu'il comprend :
- un circuit de pompage dérivé (53) comportant un évaporateur (54) et une vanne (57) placés entre la chambre de dilution (44) et la pompe de circulation (46) faisant partie du circuit principal
15 de pompage et refoulement,
- et un circuit de refoulement dérivé (58) contrôlé au-delà de la pompe par une vanne d'admission (59), passant par les premier et second étages (2, 3) et aboutissant dans le circuit de pompage
20 dérivé (53) en aval de l'évaporateur par rapport à la chambre de dilution.
- 2 - Cryostat à dilution selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'évaporateur (54) du circuit de pompage dérivé (53) est placé entre la chambre de dilution (44) et le second étage
25 de prérefroidissement (3).
- 3 - Cryostat à dilution selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que l'évaporateur (54) du circuit de pompage dérivé (53) est placé sensiblement dans le même plan que l'évaporateur (40) du circuit de pompage principal (41) et constitue avec ce
30 dernier et la chambre de dilution (44) une unité de dilution (4) enfermée dans une enveloppe étanche (6).
- 4 - Cryostat à dilution selon la revendication 3, caractérisé en ce que l'unité de dilution (4) est incluse à une enveloppe (24) suspendue au second étage de prérefroidissement (3) qui est
35 disposé en-dessous d'un premier étage (2) auquel est suspendue une

enveloppe intermédiaire (11) entourant l'enveloppe (24) de l'unité de dilution et elle-même entourée par une enveloppe extérieure (6) suspendue à une ossature de support (1), lesdites enveloppes étant en relation avec une unité de pompage et de mise sous vide (8, 9).

5 5 - Cryostat à dilution selon la revendication 4, caractérisé en ce que les circuits de pompage et de refoulement principaux et dérivés traversent les premier et second étages de prérefroidissement.

10 6 - Cryostat à dilution selon la revendication 4, caractérisé en ce que les enveloppes (6, 11, 24) sont concentriques et adaptées aux étages (2, 3) et à l'ossature (1).

15 7 - Cryostat à dilution selon la revendication 4, caractérisé en ce que les moyens de refroidissement (20, 21 et 35, 36) des premier et second étages sont portés par l'ossature de support.





DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl. 4)
A	US-A-4 459 828 (R.L. ROSENBAUM) * Résumé; colonne 4, ligne 43 - colonne 5, ligne 44; figures 1,2 *	1	F 25 B 23/00
A	--- EP-A-0 015 728 (AIR PRODUCTS AND CHEMICALS) * Résumé; figure 1; page 4, dernier alinéa - page 5, alinéa 1 *	6,7	
A	--- DE-A-2 744 346 (G. BINNIG) * Page 4, "Aufgabe der Erfindung" - page 6, "a. Zeit für den Probenwechsel"; figures 2-4 * -----		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl. 4)
			F 17 C F 25 B
Le présent rapport de recherche a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 18-03-1986	Examineur SIEM T.D.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant			