

12

# **DEMANDE DE BREVET EUROPEEN**

21 Numéro de dépôt: **89400289.8**

51 Int. Cl.4: **F 25 B 23/00**

22 Date de dépôt: **02.02.89**

30 Priorité: **03.02.88 FR 8801232**

43 Date de publication de la demande:  
**09.08.89 Bulletin 89/32**

84 Etats contractants désignés:  
**AT BE CH DE ES FR GB GR IT LI LU NL SE**

71 Demandeur: **CENTRE NATIONAL D'ETUDES SPATIALES**  
**2, Place Maurice Quentin**  
**F-75001 Paris (FR)**

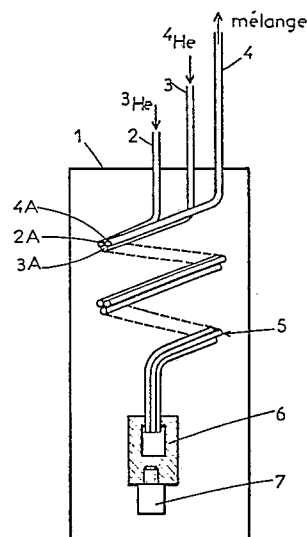
72 Inventeur: **Benoit, Alain**  
**36 Avenue L. Bresson**  
**F-38320 Eybens (FR)**

74 Mandataire: **Colas, Jean-Pierre et al**  
**Cabinet de Boisse 37, avenue Franklin D. Roosevelt**  
**F-75008 Paris (FR)**

## 54 Procédé et appareillage pour l'obtention de très basses températures.

57 Il est proposé de mettre à profit la dissolution endothermique de  $^3\text{He}$  dans  $^4\text{He}$ .

Une boîte de mélange (6) placée dans une enceinte à vide (1) refroidie aux environs de 2°K ou moins reçoit en permanence du  $^3\text{He}$  et du  $^4\text{He}$  liquides par des conduits séparés (2), (3). On en extrait la solution produite dans un troisième conduit (4), à une vitesse telle, compte tenu du diamètre du conduit, que le  $^3\text{He}$  ne puisse pas diffuser à contre-courant dans la solution de façon suffisante pour élever de façon notable la teneur en  $^3\text{He}$  du  $^4\text{He}$  liquide introduit et réduire la dissolution, dans ce  $^4\text{He}$ , du  $^3\text{He}$  liquide introduit simultanément.



## Description

## Procédé et appareillage pour l'obtention de très basses températures

La présente invention est relative à un procédé et un appareillage d'obtention de très basses températures.

Parmi les méthodes d'obtention de très basses températures, une des plus intéressantes fait appel à la dilution de l'isotope  $^3\text{He}$  dans l'hélium ordinaire  $^4\text{He}$ . Au-dessous de  $2,17^\circ\text{K}$  environ, un mélange  $^4\text{He}$  -  $^3\text{He}$  présente deux phases, la teneur limite de  $^3\text{He}$  dans  $^4\text{He}$  étant d'environ 6%.

Pour exposer de façon quelque peu simpliste le principe de procédés connus, supposons que, dans une "boîte de mélange" placée dans une enceinte à vide refroidie à une température de l'ordre de  $2^\circ\text{K}$  ou moins, il y ait du  $^3\text{He}$  et du  $^4\text{He}$  en quantités telles qu'il y ait deux phases, une phase de "solution" et une phase de  $^3\text{He}$  pur, si nous diminuons la concentration en  $^3\text{He}$  de la phase solution, du  $^3\text{He}$  pur va s'y dissoudre pour rétablir la concentration d'équilibre, et l'énergie nécessaire à cette dissolution sera empruntée à la boîte de mélange, qui va par conséquent se refroidir.

Le mot "solution" est employé pour simplifier, on sait que les définitions usuelles s'appliquent mal aux très basses températures.

Dans la pratique, la boîte de mélange est associée à une colonne remplie de solution à l'équilibre, et au sommet de laquelle est placé un évaporateur qui permet d'extraire  $^3\text{He}$  de la solution. Il se crée un gradient de concentration dans la colonne, et du  $^3\text{He}$  migre de la boîte de mélange vers l'évaporateur, ce qui entraîne la dissolution de  $^3\text{He}$  pur et le refroidissement de la boîte de mélange.

Pour qu'un tel dispositif, ou cryostat, fonctionne en continu, il suffit d'introduire dans la boîte de mélange du  $^3\text{He}$  liquide, mélangé éventuellement d'un peu de  $^4\text{He}$ , pour compenser les départs.

On pourrait faire fonctionner d'une manière analogue un cryostat dans lequel la boîte de mélange contiendrait une phase solution et une phase de  $^4\text{He}$  pur.

Avec de tels cryostats, la présence d'une installation de distillation nécessite une installation de pompage comportant des tuyaux de gros diamètre et rend difficile, sinon impossible, le fonctionnement dans toutes les orientations ou en apesanteur (utilisation dans l'espace par exemple).

Le but de l'invention est de permettre de s'affranchir de ces contraintes par la réalisation d'un cryostat ne comportant ni distillateur ni ligne de pompage basse pression.

Pour obtenir ce résultat, l'invention fournit un procédé d'obtention de très basses températures selon lequel on crée, dans une boîte de mélange placée dans une enceinte à vide refroidie à une température de l'ordre de  $2^\circ\text{K}$  ou inférieure, un système diphasique comprenant une phase de solution de  $^3\text{He}$  dans  $^4\text{He}$  liquide, et une phase de liquide formée de l'isotope  $^3\text{He}$  pur, on fait passer cet isotope dans la phase de solution, l'énergie de mise en solution étant empruntée à la boîte de mélange pour la refroidir, on extrait  $^3\text{He}$  de la boîte

de mélange à l'état de solution et on introduit dans la boîte de mélange une quantité dudit  $^3\text{He}$  à l'état de liquide pur égale à la quantité de cet isotope qui quitte la boîte de mélange à travers la solution, ce procédé présentant pour particularité qu'on crée le système diphasique en alimentant en continu la boîte de mélange avec du  $^4\text{He}$  et du  $^3\text{He}$  liquides introduits séparément, en ce qu'on extrait la phase solution dans des conditions de vitesse telles que le  $^3\text{He}$  qu'elle contient ne puisse pas diffuser à contre-courant dans la solution de façon suffisante pour élever de façon notable la teneur en  $^3\text{He}$  du  $^4\text{He}$  liquide introduit et réduire la dissolution, dans ce  $^4\text{He}$ , du  $^3\text{He}$  liquide introduit simultanément.

Le procédé de l'invention présente de notables différences avec l'art antérieur. Dans les deux cas, on cherche à avoir un  $^4\text{He}$  à faible teneur en  $^3\text{He}$ , et dans lequel le  $^3\text{He}$  liquide introduit pourra se dissoudre aisément avec production de froid.

Dans l'art antérieur, on abaisse la teneur en  $^3\text{He}$  en faisant diffuser celui-ci à travers la solution en direction d'un évaporateur. Selon l'invention au contraire, on extrait la solution à une vitesse telle que le  $^3\text{He}$  ne puisse par revenir en arrière pour élever la teneur en  $^3\text{He}$  du  $^4\text{He}$  et le rendre par conséquent moins apte à dissoudre le  $^3\text{He}$  liquide. Dans le système de l'art antérieur, on devine instinctivement qu'il faudra préférer un conduit d'évacuation large, où la vitesse de circulation sera faible, en effet, le  $^4\text{He}$  reste pratiquement stagnant. Au contraire, le conduit d'évacuation d'un cryostat selon la présente invention sera, de préférence, étroit, et la vitesse de circulation relativement élevée.

L'invention va maintenant être exposée plus en détail à l'aide d'un exemple pratique illustré à l'aide de la figure unique, qui est en coupe schématique, d'un cryostat expérimental conforme à l'invention.

La partie froide du cryostat est seule représentée sur la figure. L'ensemble est inclus dans une enceinte 1 portée à la température de  $1,8^\circ\text{K}$ . Les deux isotopes  $^3\text{He}$  et  $^4\text{He}$  arrivent respectivement dans l'enceinte par des capillaires 2 et 3, en phase liquide et sous une pression voisine de  $1/2$  atmosphère. Le mélange ressort de l'enceinte par un capillaire 4. Ces trois capillaires ont, dans le cryostat décrit ici, un diamètre intérieur de  $0,3$  mm. Un échangeur de chaleur 5 est constitué par trois capillaires 2A, 3A, 4A en CuNi de  $0,1$  mm de diamètre intérieur et de  $0,5$  mm de diamètre extérieur, soudés ensemble sur toute leur longueur à l'étain et raccordés d'une part aux capillaires 2 à 4, et d'autre part à la boîte de mélange. Le mélange des deux composants se fait dans la boîte de mélange en cuivre 6 d'un volume très faible (quelques millimètres cubes) dont la paroi est revêtue de poudre d'argent frittée pour en augmenter la surface d'échange. Un thermomètre 7, constitué par une résistance de germanium, est vissé à l'extérieur de cette boîte.

Pour tester ce cryostat, on a utilisé deux mon-

tages différents. Le premier consiste en un cryostat classique qui par pompage d'un bain de 4He permet d'obtenir une température voisine de 1,8°K. Dans ce bain d'hélium est immergée une enceinte à vide 1 contenant la partie froide du cryostat précédemment décrite. Les deux isotopes purs d'hélium sont injectés sous forme de gaz dans le cryostat à un débit contrôlé par deux régulateurs de débit. Ces gaz sont liquéfiés à l'aide d'échangeurs dans le bain principal d'hélium avant d'être envoyés dans l'enceinte froide 1.

Le second dispositif est un cryostat tournant fonctionnant par circulation continue de 4He à partir d'un réservoir fixe. La rotation est obtenue à l'aide d'un raccord tournant horizontal sur la ligne d'alimentation en liquide 4He. Ce cryostat permet de refroidir un échangeur à une température voisine de 1,6°K en pompant le 4He et en utilisant une vanne froide de détente. Sur cet échangeur est fixée l'enceinte 1 contenant la chambre de mélange. Les deux isotopes d'hélium sont injectés sous forme gazeuse puis refroidis et liquéfiés dans les vapeurs d'hélium de la circulation principale.

Le fonctionnement d'un tel système nécessite une alimentation continue en 3He. Vu le prix de cet isotope, il est préférable de récupérer le mélange dilué sortant du cryostat et d'en séparer les deux constituants. Pour ce faire, on a utilisé une unité annexe de distillation fonctionnant dans un cryostat séparé et permettant d'obtenir les deux isotopes avec une pureté meilleure que 99% pour le 3He et 99,99% pour le 4He. On n'a pas décrit cette unité qui n'utilise que des techniques bien connues.

Avec le cryostat tel qu'il est décrit, on a obtenu une température stable inférieure à 180 mK et totalement insensible à l'orientation du système par rapport à la verticale.

Il est avantageux d'utiliser, dans l'échangeur, des capillaires de plus petit diamètre dans la partie chaude que dans la partie froide. Dans une autre réalisation, l'utilisation d'un échangeur en deux parties, la partie la plus chaude étant réalisée avec du tube de 0,05 mm et l'autre avec du tube de 0,2 mm, a permis d'obtenir une température de 125 mK avec des débits de 9 ml/mm pour le 3He et de 90 ml/mn pour le 4He (débits en gaz TPN). Cela correspond à des vitesses linéaires de 10 cm/sec environ. Il a été observé que, si le diamètre augmente, la vitesse critique diminue, au moins dans certaines limites. Rien n'empêche dans le principe d'obtenir des températures plus basses, inférieures à 100 mK. Les débits utilisés sont suffisamment faibles pour envisager l'utilisation du système dans un satellite. En effet, dans ces conditions de fonctionnement, la consommation pour un an est de 5 litres de 3He et de 50 litres de 4He (liquide).

Le système a réellement l'air très simple mais à la connaissance de l'inventeur, un tel cryostat n'a jamais été proposé. La raison est que ce système ne fonctionne que hors d'équilibre, à des débits bien définis, correspondant aux diamètres des tubes. La compréhension du fonctionnement de ce système nécessite d'autre part la prise en compte de la friction mutuelle entre le 4He superfluide et le 3He, phénomène qui n'a été mis en évidence que

récemment.

Deux cas très différents d'utilisation peuvent être envisagés :

- l'utilisation d'un tel système dans l'espace semble très prometteuse car la fiabilité du système peut être extrêmement bonne du fait de sa simplicité. En effet, dans une telle application, les deux isotopes sont embarqués au départ sous forme liquide et le mélange est rejeté dans l'espace (il pourrait aussi être stocké tel quel dans le cas d'un engin récupérable). Un tel système ne nécessite donc en principe aucun système de pompage (seul un système de contrôle du débit est nécessaire). L'absence de détente à froid (contrairement aux systèmes classiques) permet en outre de s'affranchir des problèmes de bouchage dus aux impuretés dans l'hélium,

- dans des conditions normales (sur terre), ce dispositif s'applique dans tous les cas où l'on recherche une grande mobilité et un faible encombrement. En effet, d'une part le cryostat est insensible à la gravité (pas de surface de séparation de phases liquide-gaz), d'autre part, les seules liaisons avec l'extérieur sont faites par trois capillaires de moins d'un millimètre de diamètre. En particulier, un tel système peut être monté sur un support orientable dans toutes les directions. Cependant, vu le prix du 3He, il est nécessaire d'utiliser dans ce cas une unité annexe de distillation comme cela a été décrit plus haut.

## Revendications

1. Procédé d'obtention de très basses températures selon lequel on crée, dans une boîte de mélange placée dans une enceinte à vide refroidie à une température de l'ordre de 2°K ou inférieur, un système diphasique comprenant une phase de solution de 3He dans 4He liquide, et une phase de liquide formée de l'isotope 3He pur, on fait passer cet isotope dans la phase de solution, l'énergie de mise en solution étant empruntée à la boîte de mélange pour la refroidir, on extrait l'isotope 3He de la boîte de mélange à l'état de solution et on introduit dans la boîte de mélange une quantité dudit isotope à l'état de liquide pur égale à la quantité de cet isotope qui quitte la boîte de mélange à travers la solution, caractérisé en ce qu'on crée le système diphasique en alimentant en continu la boîte de mélange avec du 4He et du 3He liquides introduits séparément, en ce qu'on extrait la phase solution dans des conditions de vitesse telles que le 3He qu'elle contient ne puisse pas diffuser à contre-courant dans la solution de façon suffisante pour élever de façon notable la teneur en 3He du 4He liquide introduit et réduire la dissolution, dans ce 4He, du 3He liquide introduit simultanément.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on fait circuler la solution de 3He dans 4He à une vitesse de l'ordre de 10 cm/sec pour un conduit d'évacuation pour un conduit d'évacuation de diamètre intérieur de l'ordre de

0,1 mm.

3. Appareillage pour la mise en oeuvre du procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'il comprend, dans une enceinte à vide refroidie (1), une boîte de mélange (6) de faible volume, reliée à deux capillaires d'alimentation (2, 2A; 3, 3A) et un capillaire d'évacuation (4, 4A), soudés ensemble entre la boîte de mélange et l'enceinte à vide pour constituer en échangeur (5).

4. Appareillage selon la revendication 3, caractérisé en ce que, dans l'échangeur, on utilise des capillaires de plus petit diamètre dans la partie chaude que dans la partie froide.

5. Appareillage selon la revendication 3 ou 4, caractérisé en ce qu'il est relié à une unité annexe de distillation permettant de séparer les deux isotopes contenus dans le mélange pour les recycler.

6. Appareillage selon la revendication 3 ou 4 et conçu pour fonctionner dans l'espace, caractérisé en ce qu'il est associé à des moyens pour stocker séparément les deux isotopes, et à des moyens pour rejeter dans l'espace, ou stocker tel que, le mélange de  $^3\text{He}$  et  $^4\text{He}$  produits.

5

10

15

20

25

30

35

40

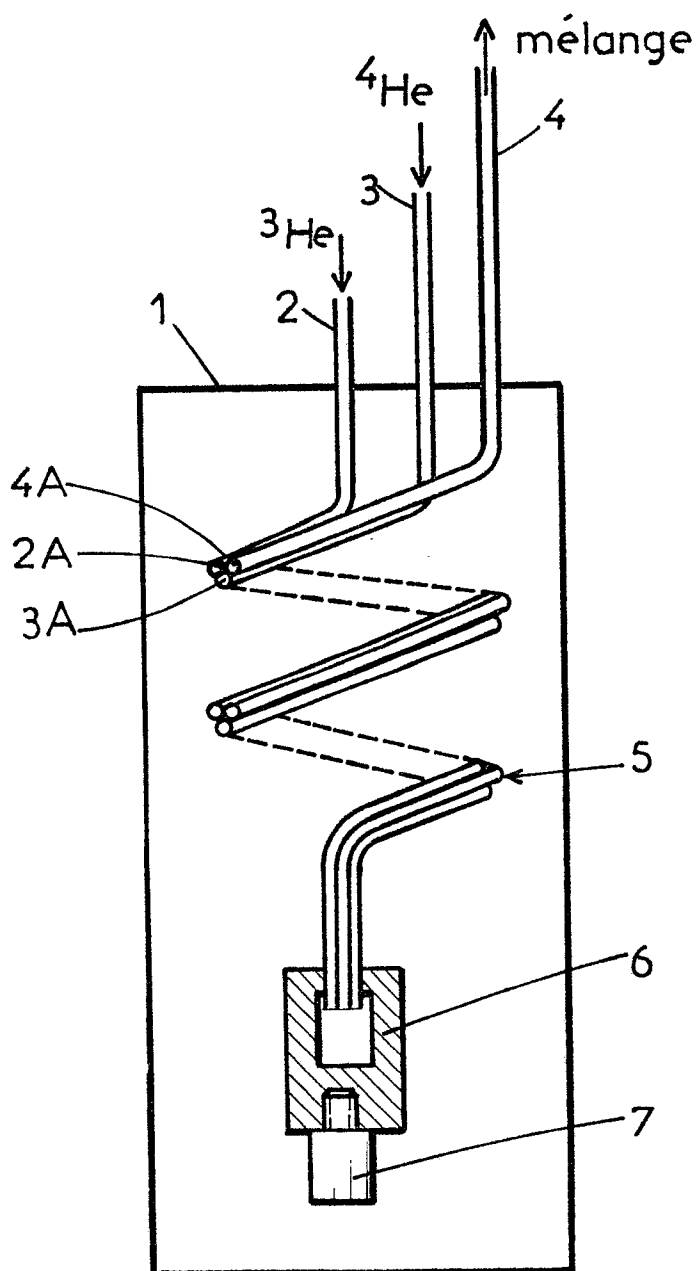
45

50

55

60

65





| 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                                                                                                                                                                                                                                                                       | FR-A-2 176 809 (PHILIPS'<br>GLOEILAMPENFABRIEKEN)<br>* Page 4, ligne 4 - page 5, ligne 36;<br>figure *<br>---                                                                          | 1-3,5                                                                                                                                                                                                                                                                       | F 25 B 23/00                                  |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                       | US-A-3 195 322 (H. LONDON)<br>* Colonne 1, ligne 68 - colonne 6,<br>ligne 33; figures 1-10 *<br>---                                                                                    | 1-3,5                                                                                                                                                                                                                                                                       |                                               |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                       | FR-A-2 010 177 (PHILIPS'<br>GLOEILAMPENFABRIEKEN)<br>* Page 5, ligne 4 - page 7, ligne 38;<br>figures 1,2 *<br>---                                                                     | 1,3,5                                                                                                                                                                                                                                                                       |                                               |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                       | EP-A-0 188 976 (CNRS)<br>* Page 2, ligne 35 - page 8, ligne 6;<br>figure *<br>---                                                                                                      | 1,3,6                                                                                                                                                                                                                                                                       |                                               |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                       | EP-A-0 089 391 (INTERNATIONAL BUSINESS<br>MACHINES)<br>* Page 4, ligne 8 - page 8, ligne 10;<br>figures 1-3 *<br>---                                                                   | 1,3                                                                                                                                                                                                                                                                         |                                               |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                       | CRYOGENICS, vol. 20, no. 3, mars 1980,<br>pages 115-121, IPC Business Press; A.P.<br>SEVERIJNS: "A novel He3 - He4 dilution<br>refrigerator with superfluid He4<br>circulation"<br>--- |                                                                                                                                                                                                                                                                             | DOMAINES TECHNIQUES<br>RECHERCHES (Int. Cl.4) |
| A                                                                                                                                                                                                                                                                       | PHYSICS LETTERS, vol. 53A, no. 4, 30<br>juin 1975, pages 327-328; F.A. STAAS et<br>al.: "A dilution refrigerator with<br>superfluid injection"<br>---<br>-/-                           |                                                                                                                                                                                                                                                                             | F 25 B                                        |
| Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications                                                                                                                                                                                                          |                                                                                                                                                                                        |                                                                                                                                                                                                                                                                             |                                               |
| Lieu de la recherche<br>LA HAYE                                                                                                                                                                                                                                         |                                                                                                                                                                                        | Date d'achèvement de la recherche<br>02-05-1989                                                                                                                                                                                                                             | Examineur<br>BOETS A.F.J.                     |
| CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES<br>X : particulièrement pertinent à lui seul<br>Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un<br>autre document de la même catégorie<br>A : arrière-plan technologique<br>O : divulgation non-écrite<br>P : document intercalaire |                                                                                                                                                                                        | T : théorie ou principe à la base de l'invention<br>E : document de brevet antérieur, mais publié à la<br>date de dépôt ou après cette date<br>D : cité dans la demande<br>L : cité pour d'autres raisons<br>.....<br>& : membre de la même famille, document correspondant |                                               |



| 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                                                                                                                                                                                                                                   | CRYOGENICS, vol. 20, no. 3, mars 1980, pages 153-157, IPC Business Press; W. VAN HAERINGEN: "On the choice of tube lengths and diameters in a He3 - He4 dilution refrigeration system"<br>----- |                                                                                                                                                                                                                                                                          |                                            |
|                                                                                                                                                                                                                                     |                                                                                                                                                                                                 |                                                                                                                                                                                                                                                                          | DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.4) |
|                                                                                                                                                                                                                                     |                                                                                                                                                                                                 |                                                                                                                                                                                                                                                                          |                                            |
| Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications                                                                                                                                                                      |                                                                                                                                                                                                 |                                                                                                                                                                                                                                                                          |                                            |
| Lieu de la recherche<br>LA HAYE                                                                                                                                                                                                     |                                                                                                                                                                                                 | Date d'achèvement de la recherche<br>02-05-1989                                                                                                                                                                                                                          | Examineur<br>BOETS A.F.J.                  |
| <b>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</b>                                                                                                                                                                                                |                                                                                                                                                                                                 |                                                                                                                                                                                                                                                                          |                                            |
| X : particulièrement pertinent à lui seul<br>Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie<br>A : arrière-plan technologique<br>O : divulgation non-écrite<br>P : document intercalaire |                                                                                                                                                                                                 | T : théorie ou principe à la base de l'invention<br>E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date<br>D : cité dans la demande<br>L : cité pour d'autres raisons<br>.....<br>& : membre de la même famille, document correspondant |                                            |