

MATERIEL CRYOGENIQUE

par

Louis LEGER, Jean JAVELLAUD, Claude CARO,

Roger GILGUY et Olivier TESTARD

Rapport CEA - R 3008

CEA-R 3008 - LEGER Louis, JAVELLAUD Jean, CARO Claude,
GILGUY Roger, TESTARD Olivier

MATERIEL CRYOGENIQUE

Sommaire. - De nombreuses expériences utilisant les basses températures, nécessitent l'emploi d'un matériel cryogénique complexe n'existant pas dans le commerce.

Les cryostats présentés ici ont été réalisés à partir d'éléments standard, ce qui permet, malgré la diversité des appareils, de réaliser un ensemble à moindre frais. Les réservoirs d'azote et d'hélium liquides ont été conçus de façon à limiter les pertes et à conférer au cryostat la plus grande autonomie possible. L'enceinte expérimentale située en général dans la partie inférieure de l'appareil nécessite dans tous les cas une étude spéciale.

D'autre part des ensembles complets tels que les cannes de transfert, piège isolé, robinet pour vide secondaire, ont été conçus dans le même souci de rentabilité et de standardisation.

./.

CEA-R 3008 - LEGER Louis, JAVELLAUD Jean, CARO Claude,
GILGUY Roger, TESTARD Olivier

CRYOGENIC EQUIPMENT

Summary. - Many experiments carried out at low temperatures require the use of complicated cryogenic equipment which does not exist commercially.

The cryostats presented here have been built from standard parts ; this makes it possible to construct a great variety of apparatus at minimum cost. The liquid nitrogen and helium reservoirs have been designed so as to reduce losses to a minimum, and so as to make the cryostats as autonomous as possible. The experimental enclosure which is generally placed in the lower part of the apparatus requires a separate study in every case.

Furthermore, complete assemblies such as transfer rods, isolated traps and high vacuum valves, have been designed with a similar regard for the economic aspects and for the need for standardization.

./.

Ce matériel peut donc répondre à un grand nombre d'exigences expérimentales, il est facilement adaptable, et les consommations d'hélium et d'azote liquide sont très réduites.

1966

43 p

Commissariat à l'Energie Atomique - France

This equipment thus satisfies a great variety of experimental needs it is readily adaptable and the consumptions of helium and liquid nitrogen are very low

1966

43 p

Commissariat à l'Energie Atomique - France

- RAPPORT CEA -R 3 008. -

G T E / F A B

MATERIEL CRYOGENIQUE

par

Louis LEGER, Jean JAVELLAUD, Claude CARO

Roger GUILGUY, Olivier TESTARD

Les rapports du COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE sont, à partir du n° 2200, en vente à la Documentation Française, Secrétariat Général du Gouvernement, Direction de la Documentation, 16, rue Lord Byron, PARIS VIIIème.

The C.E.A. reports starting with n° 2200 are available at the Documentation Française, Secrétariat Général du Gouvernement, Direction de la Documentation, 16, rue Lord Byron, PARIS VIIIème.

Juin 1966

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

L'étude et la fabrication du matériel cryogénique décrit dans le catalogue ont été rendues possibles par la collaboration des techniciens des Ateliers Centraux et ceux de différents laboratoires utilisant les basses températures, en particulier, les laboratoires du Service de Physique des Solides.

- Le matériel auxiliaire d'emploi courant : piège isolé, cannes et siphons de transfert, raccords divers, robinetterie de mise sous vide statique avec soupapes de sécurité, qui se retrouve dans tous les appareils cryostatiques, a été standardisé puis mis en fabrication dans l'Industrie Privée, sous le contrôle technique des Ateliers Centraux.
- Les composants des différents appareils utilisés par les Physiciens ont été également standardisés : dimension et épaisseur de parois, fonds, prises, en fonction des volumes de cryostats et des températures de service souhaités. L'appareillage nécessaire aux tests en cours de fabrication existe également aux Ateliers Centraux (gamma-graphie, détecteur de fuites à helium etc...). La superisolation, l'argenture ou la dorure des parois internes, se font également aux Ateliers Centraux.
- Le matériel expérimental comporte le maximum d'éléments standard chaque ensemble étant adapté au fonctionnement souhaité à l'aide d'éléments spéciaux raccordés par soudure ou par tout autre moyen.

Il s'ensuit que l'étude d'un cryostat est avantageusement effectuée par le Bureau d'Etudes des Ateliers Centraux, en fonction des besoins exprimés par l'utilisateur, par l'utilisation du matériel en place. La fabrication des composants sera ensuite confiée soit aux Ateliers Centraux soit à des Entreprises privées sélectionnées par les soins des Ateliers Centraux.

Dans l'état actuel de ces techniques avancées l'assemblage définitif et le contrôle seront réalisés par les Ateliers Centraux jusqu'à ce que l'Industrie privée soit effectivement en mesure d'assurer la construction.

On donne ici quelques plans schématiques, des prises de vue faites en cours de montage, des photographies d'appareils couramment exécutés aux Ateliers Centraux.

ASPECT TECHNIQUE

Les appareillages cryogéniques présentent le bilan thermique suivant :

- pertes par conduction dans les gaz,
- pertes par conduction dans les jonctions métalliques,
- pertes par rayonnement thermique entre les parois,
- pertes propres expérimentales.

L'ensemble de ces pertes doit être absorbé par l'incorporation du ou des fluides cryogéniques stockés. L'autonomie est fixée par les exigences expérimentales.

1) Pertes par conduction dans le gaz

Elles doivent être fixées par la considération suivante : il est impossible de maintenir de l'hélium, par exemple, dans un récipient qui est isolé par une pression $\geq 10^{-5}$ mm. Hg de gaz non condensable.

En supposant qu'un volume de 1 litre se remplisse à cette pression, la quantité NTP de gaz introduit est alors :

$$10^3 \cdot 10^{-5} \frac{1}{760} = 1,3 \cdot 10^{-5} \text{ cm}^3 \text{ NTP}$$

Il s'ensuit qu'une fuite de 10^{-10} cm³ NTP par seconde (appréciable au détecteur de fuite à hélium) permet d'atteindre cette pression limite en 10^5 secondes environ, c'est-à-dire un jour.

Pour éviter cela, tous les composants sont dégraissés, étuvés et sont soumis à des chocs thermiques 77° K/100 C. avant d'être testés.

2) Pertes par conduction dans les jonctions métalliques

La nature du matériau utilisé, l'épaisseur minimale (on a choisi 8/10 mm pour les corps et fonds pour permettre une soudure aisée et éviter le risque de porosité, et 5/10 pour les tuyauteries) normalisent les pertes par conduction.

3) Pertes par rayonnement

L'acier inoxydable Z3 CN 18.10 est utilisé pour la fabrication des appareils cryogéniques en raison de sa mauvaise conduc-

tibilité thermique, de sa bonne soudabilité, de son dégazage extrêmement faible, De façon à améliorer son coefficient d'émissivité, l'acier inoxydable est poli, puis nickelé et enfin doré par dépôt électrolytique. L'ensemble est aussitôt soudé puis mis sous vide.

On obtient un coefficient d'émissivité $\epsilon = 4,10^{-2}$

ADAPTATION

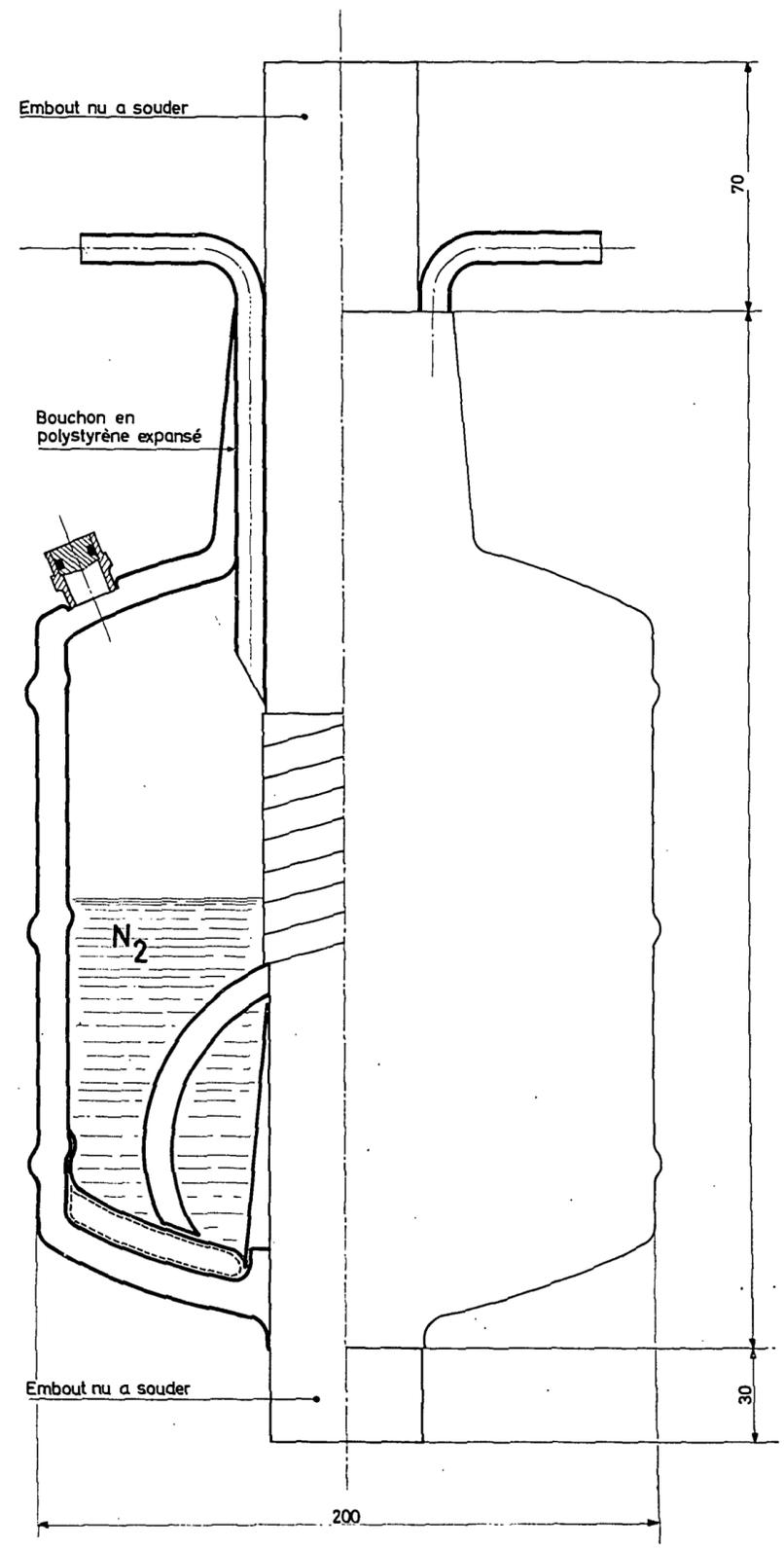
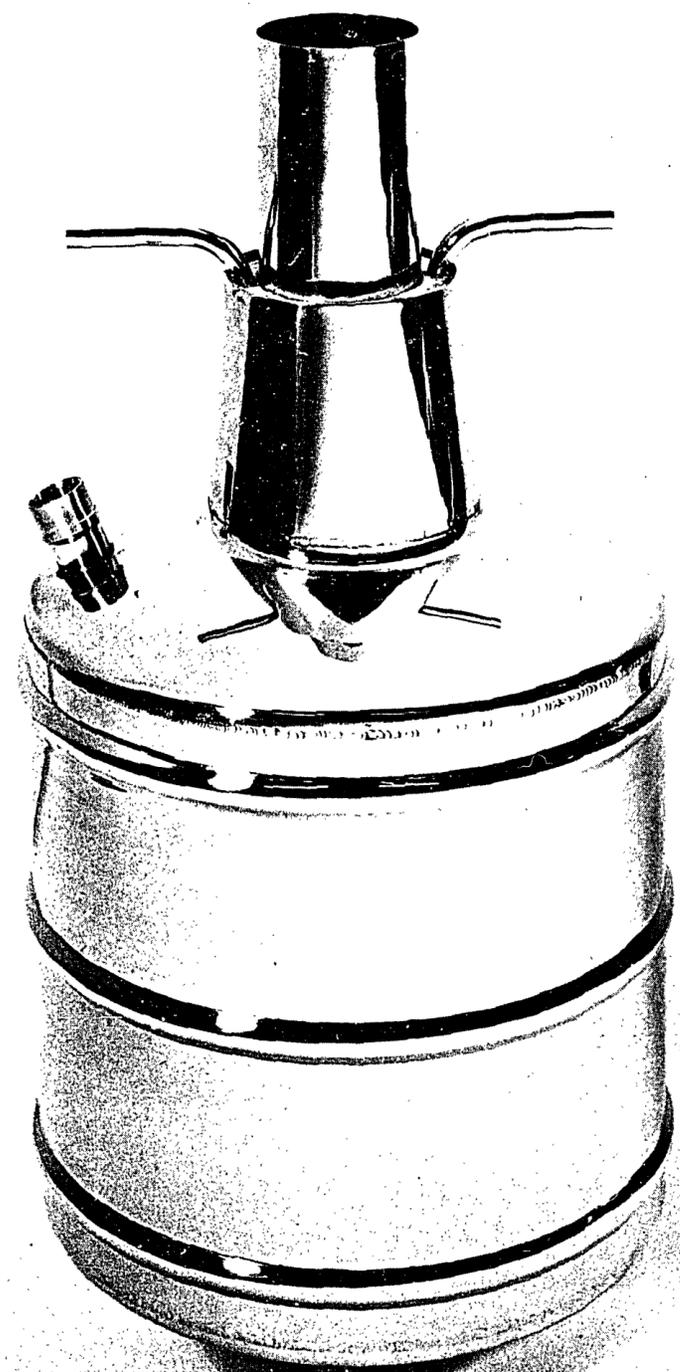
Ces appareils cryogéniques peuvent être adaptés en fonction des exigences expérimentales des utilisateurs. Après une étude préalable qui fixe les formes et les fonctions, des plans de fabrication sont exécutés en tenant compte des considérations citées plus haut.

PIEGE ISOLE

Il est isolé par un vide statique entretenu par un adsorbant, ses parois sont traitées comme celles du matériel cryogénique classique, ses pertes thermiques sont donc du même ordre que celles d'un récipient de stockage - et son autonomie n'est plus du tout de l'ordre de grandeur de celle des pièges classiques.

Il a été développé à la demande du Service de Physique du Solide et de Résonance Magnétique pour piéger des vides moyens sur des calorimètres à He3, son isolement thermique devant donc être indépendant du vide traité.

Adapté sur des installations à vide classique, il permet d'éviter d'avoir recours aux installations de remplissage automatique, car son budget N₂ liquide est de l'ordre de 1/20 des pièges courants. Ceci est dû au fait qu'il est insensible aux fluctuations du vide traité ainsi qu'aux impuretés piégées qui, dans le cas général, affectaient le pouvoir émissif des parois froides.



Piège isolé à Azote liquide.
pertes thermiques indépendantes de la pression du vide traité.

CRYOSTAT HELIUM 4 - 300° K
Type Températures intermédiaires

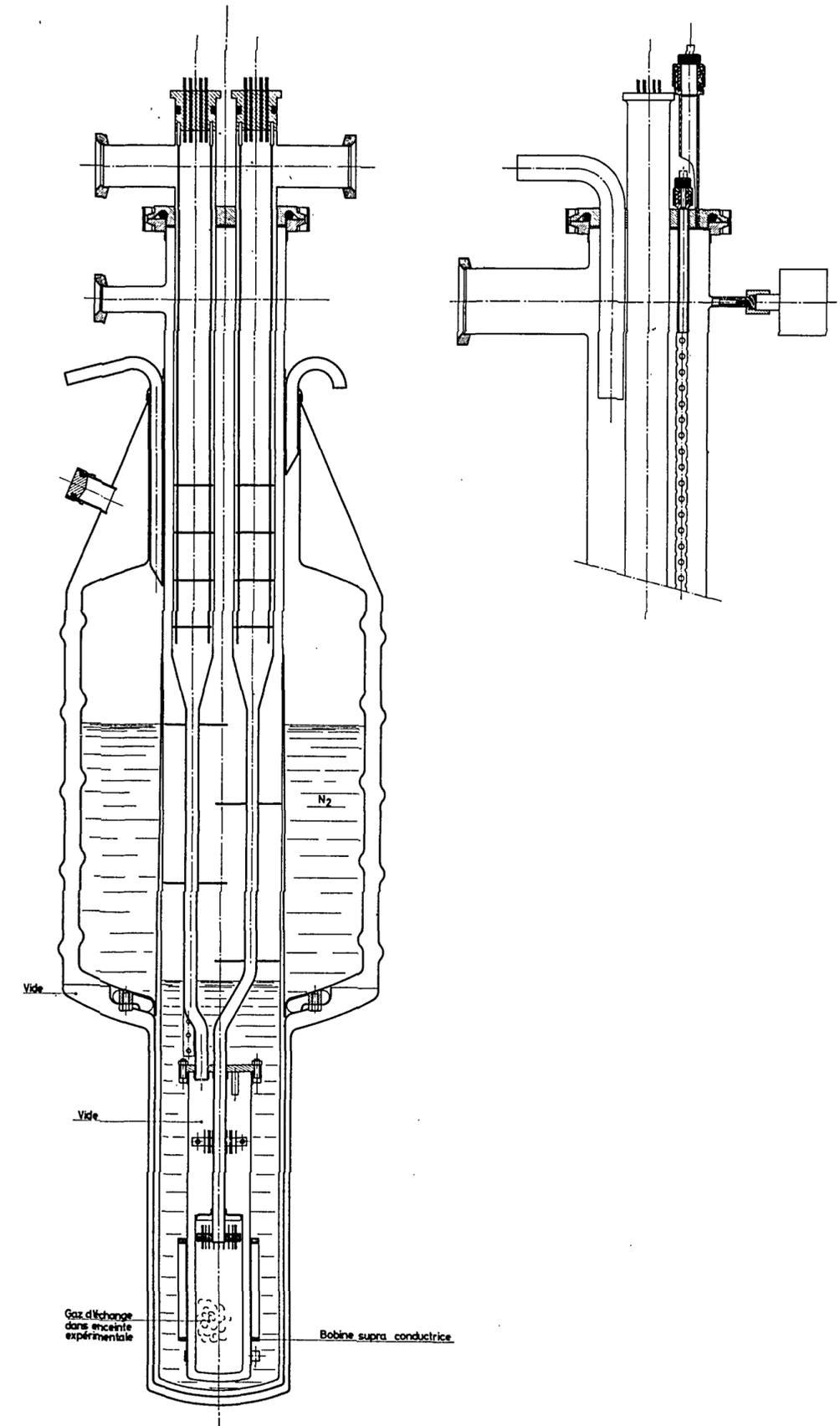
Ce cryostat a été conçu pour faire des mesures d'effet Hall sur des échantillons de Si dans une source de rayonnements gamma de 10.000 Cu.

L'échantillon a la forme d'une croix de Lorraine de dimensions : 18 mm. de long, 8 mm. de large et 1,5 mm. d'épaisseur environ. Cet échantillon est fixé sur un support perpendiculaire à l'axe du cryostat dans une enceinte dans laquelle il est possible de faire le vide ou d'introduire un gaz d'échange. Cette première enceinte est, elle-même, dans une deuxième enceinte sous vide et l'ensemble plongé dans l'hélium liquide.

Une bobine supraconductrice fixée autour de la deuxième enceinte, dans l'hélium liquide, fournit un champ magnétique de 5 000 gauss.

Une régulation électrique permet de porter l'échantillon à des paliers de températures situées dans la gamme de 4°K-60°K environ.

La capacité d'hélium et d'azote liquide sera respectivement de 3,5 l. et 5,5 l. environ.



Cryostat Hélium (4- 300° K) type températures intermédiaires pour étude effet Hall sous irradiation. 8

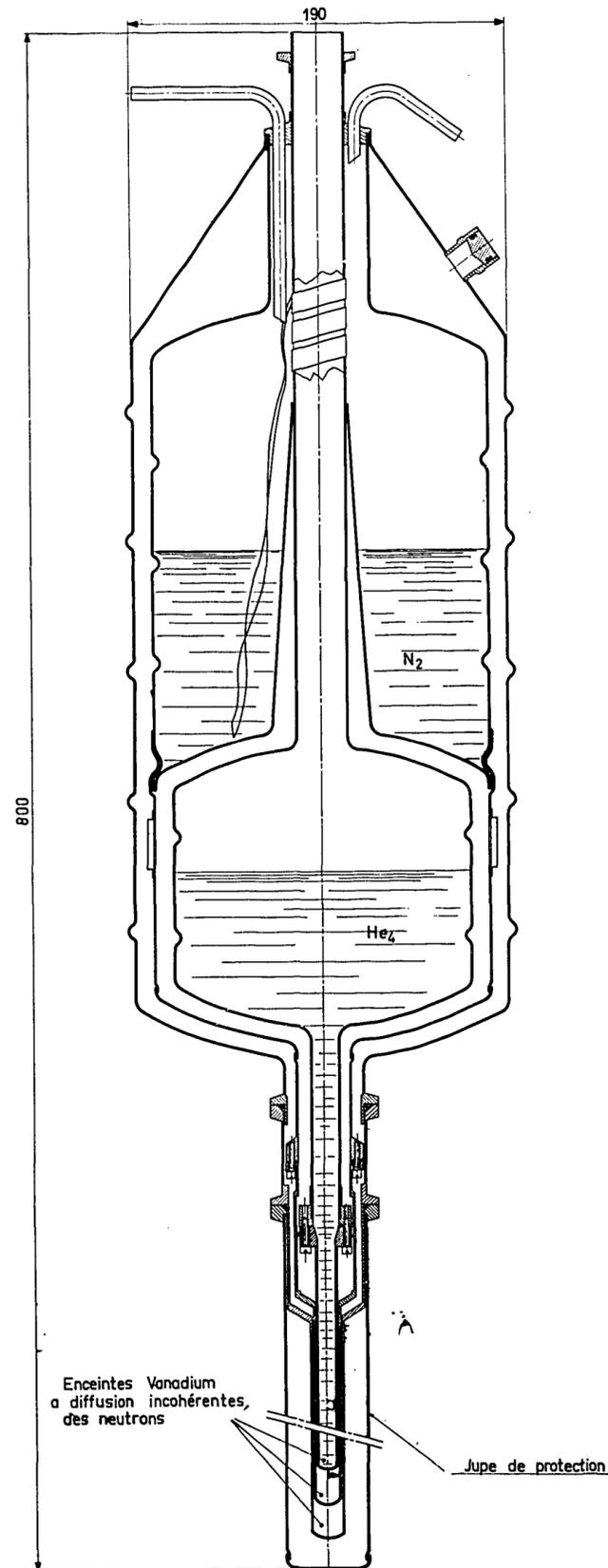
CRYOSTAT pour NEUTRO -CRISTALLOGRAPHIE

entre 1,2 et 4,2° K

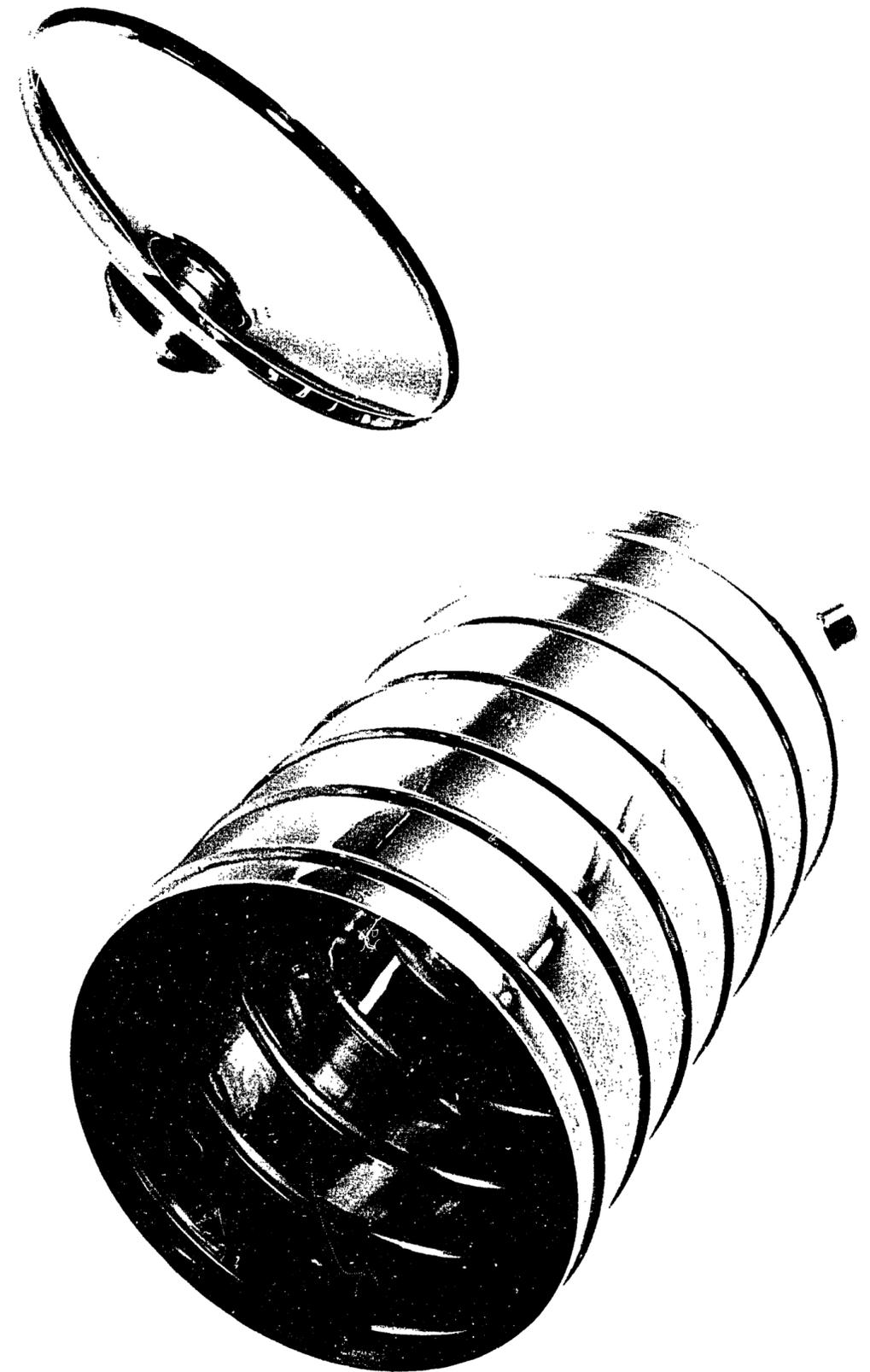
Les particularités de ce cryostat qui le rendent apte à ce type d'étude sont les suivantes :

- 1) L'échantillon placé à la partie inférieure du tube interne est baigné par l'hélium liquide. La température (qu'on peut abaisser à 1,2°K par pompage) est donc bien uniforme.
- 2) Le faisceau de neutrons ne traverse, outre l'échantillon lui-même, que des parois de Vanadium. Il n'y a donc pas de raies de diffraction en dehors de celles données par l'échantillon.
- 3) La queue mince du cryostat peut être placée dans l'entrefer d'un électro-aimant (étude des Substances magnétiques).



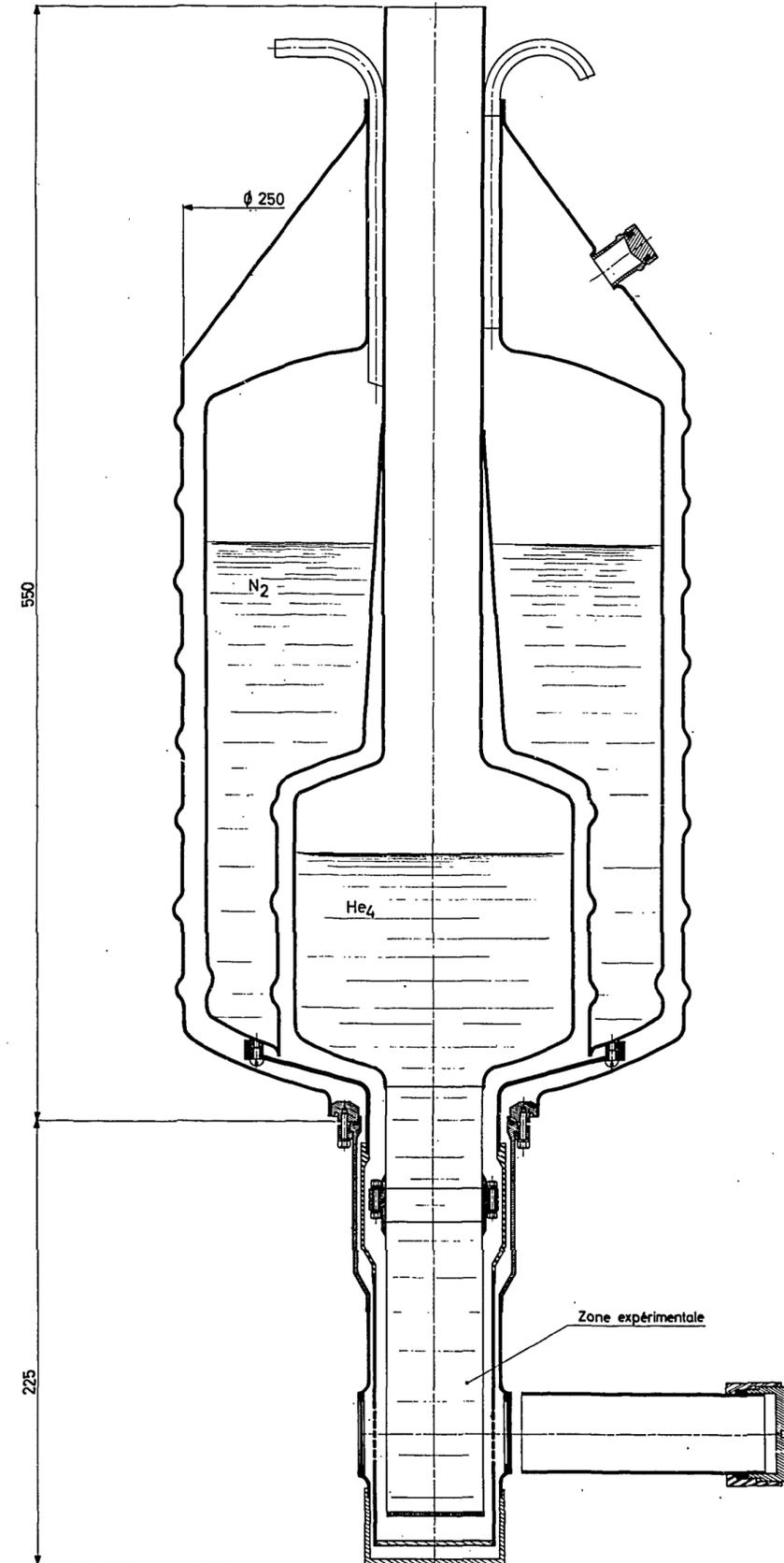


Cryostat standard (1,2- 4,2°K) pour neutro - cristallographie



CRYOSTAT 1,2 - 4,2°K pour l'étude
de la diffusion inélastique des neutrons

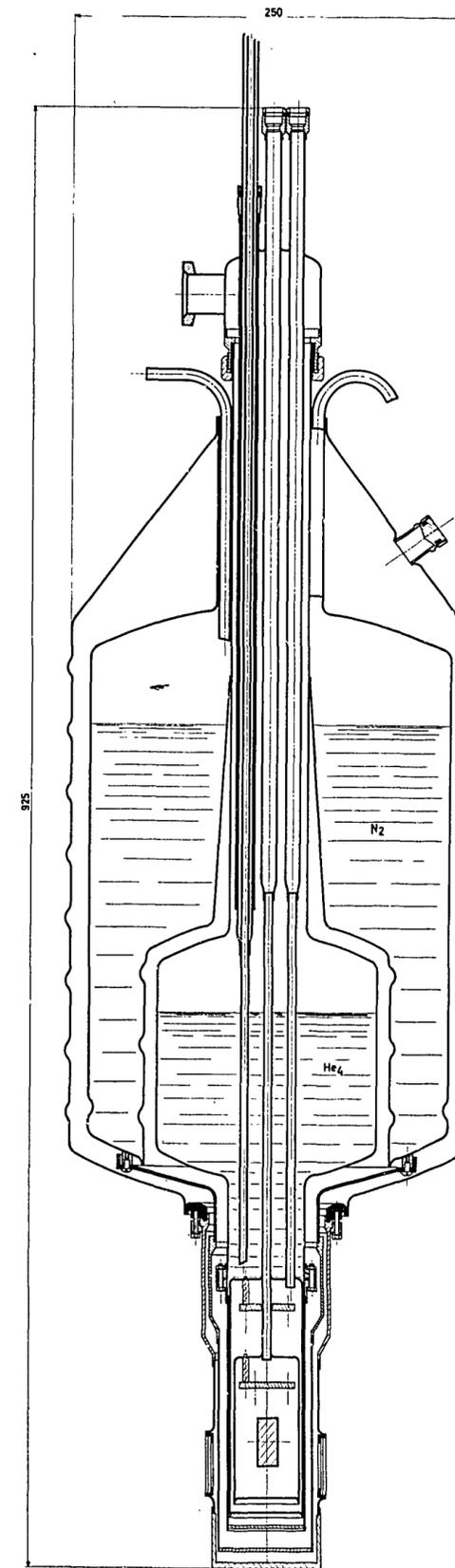
Cryostat à l'hélium permettant l'étude de la diffraction des neutrons lents par les lignes de Vortex dans les substances supraconductives de 2ème espèce (niobium) à la température de l'hélium liquide.



Cryostat Hélium (1,2 - 4,2°K) pour étude diffusion inélastique des neutrons

CRYOSTAT 4 - 300°K pour l'étude de
la diffusion inélastique des neutrons

Ce cryostat à hélium a été conçu de façon à pouvoir étudier la diffusion critique des neutrons lents par les substances magnétiques dont les températures de curie ou de Néel se situent aux alentours de 70°K.



Cryostat hélium(4-300°K) type températures intermédiaires pour étude de la diffusion inélastique des neutrons

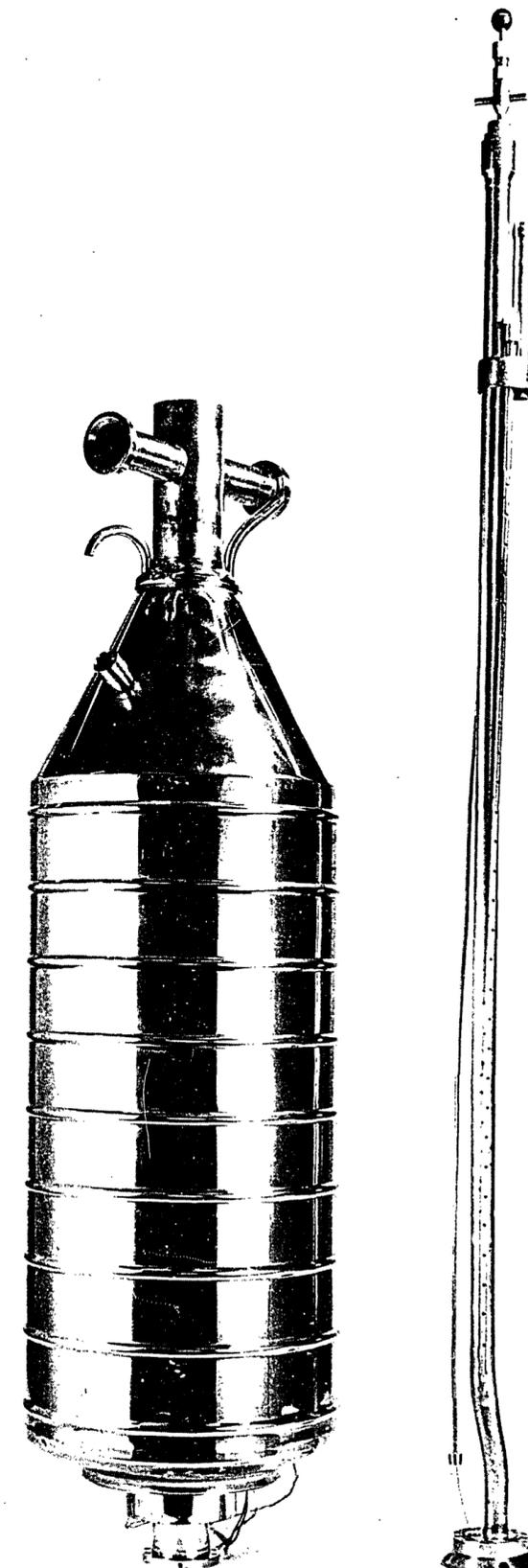
CRYOSTAT pour SPECTROMETRE

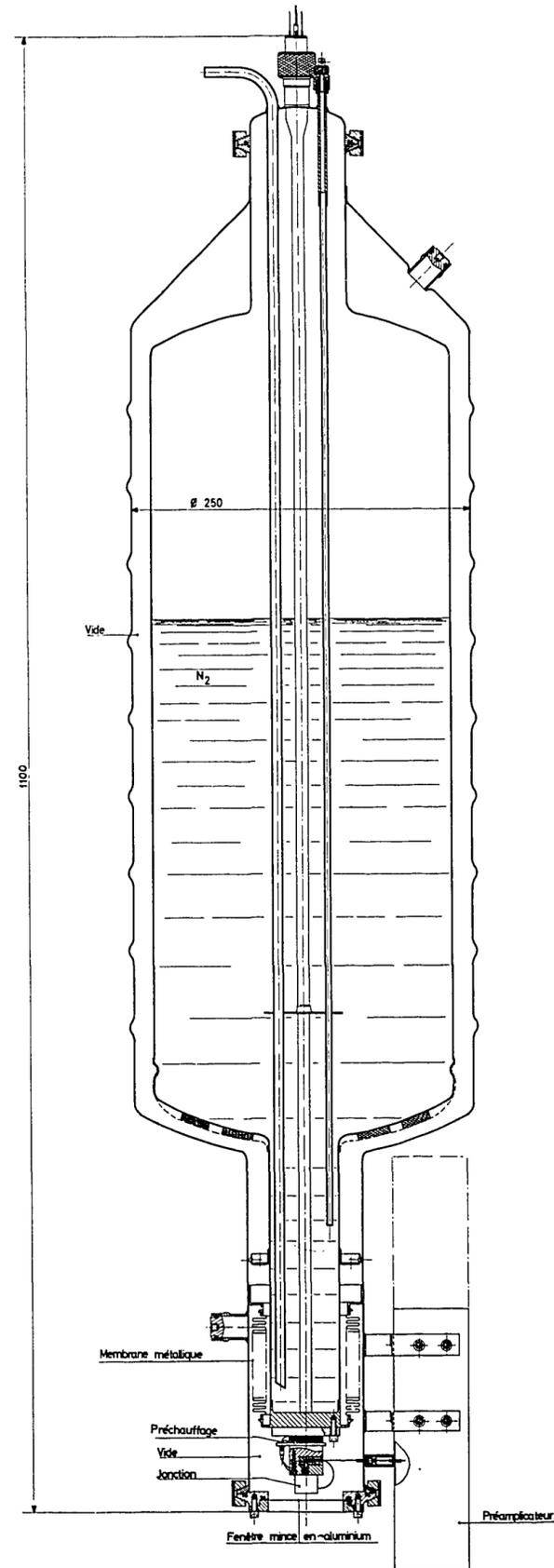
Pour utiliser les détecteurs à semi-conducteur au germanium en spectrométrie γ , le cristal doit être maintenu sous vide à une température inférieure à 150°K.

Le cryostat maintient la jonction à la température de l'azote liquide, assurant une autonomie d'une centaine d'heures. Le vide permet d'utiliser des jonctions non étanches.

Une résistance électrique réchauffe la diode avant de la démonter de façon à éviter toute condensation.

La liaison entre la jonction et le préamplificateur est assuré par un fil de fer doux, le plus court possible.





Cryostat pour spectrométrie γ
par détecteurs à jonction

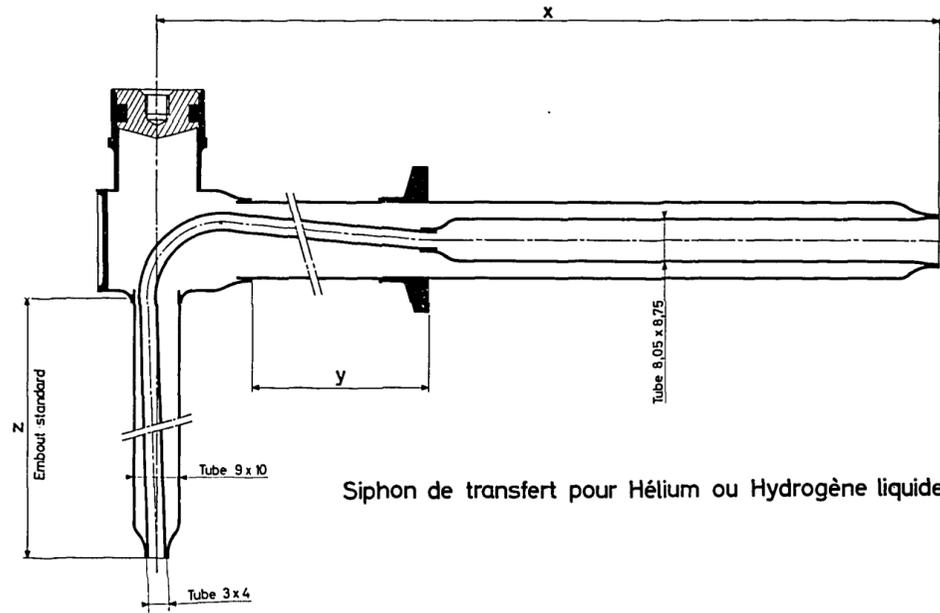
MATERIEL DE TRANSFERT

Ce matériel présente deux caractéristiques impor-

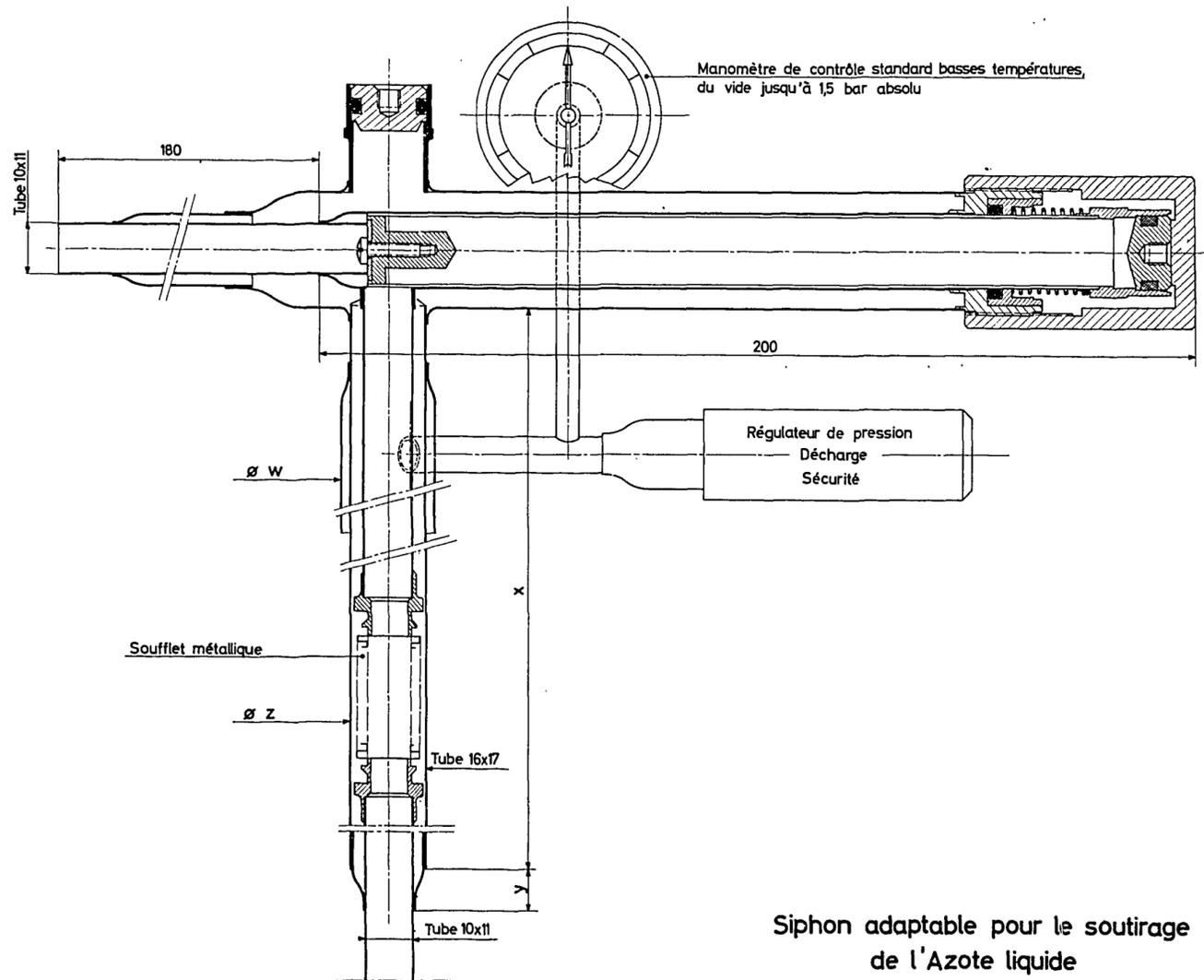
tantes :

- Il est isolé
- Il comporte des vannes également isolées.

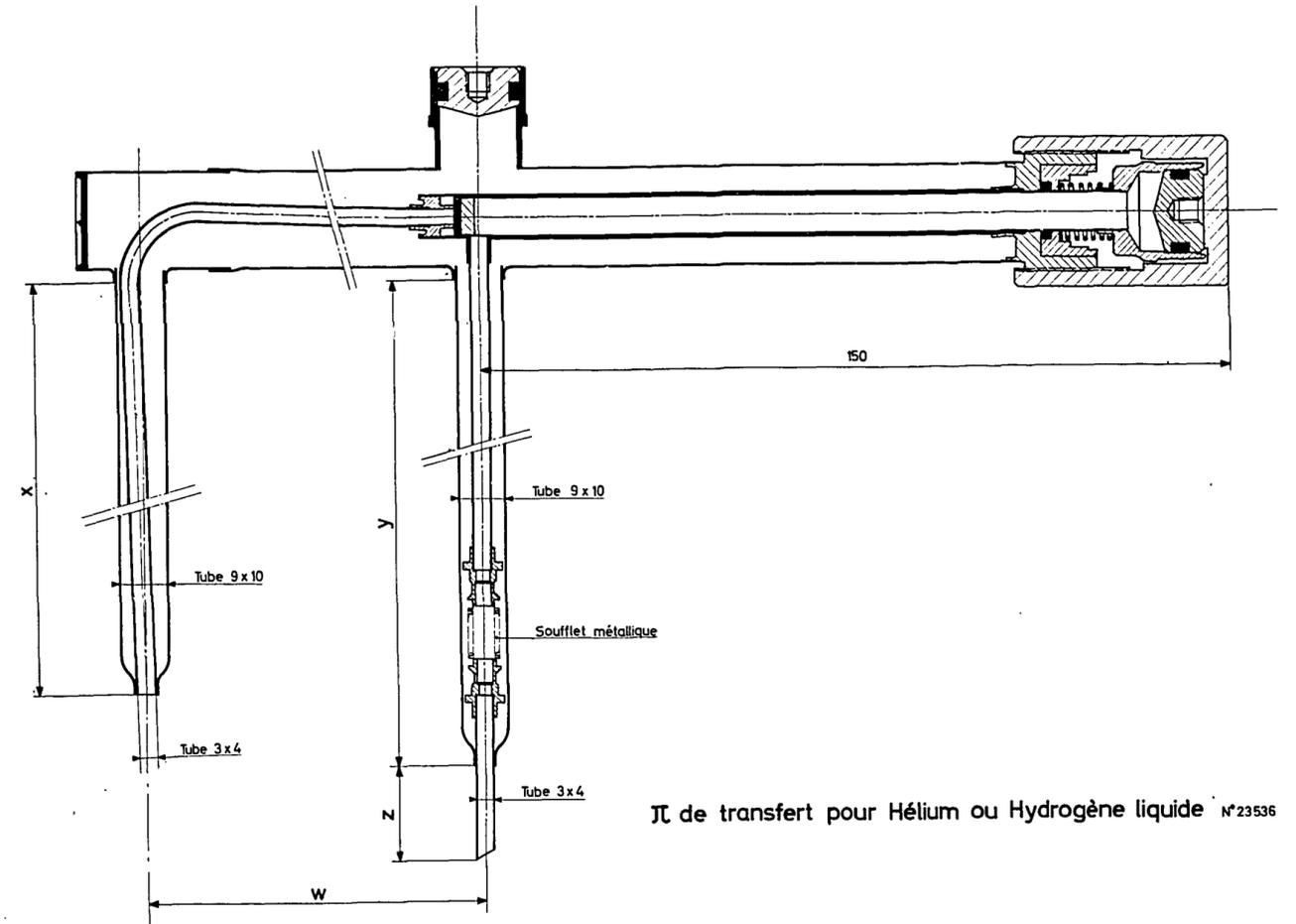
La vanne isolée permet d'assurer le transfert en utilisant la pressurisation due aux pertes thermiques du bidon. Cette opération permet d'éviter l'emploi d'une pression annexe qui occasionne des pertes supplémentaires.



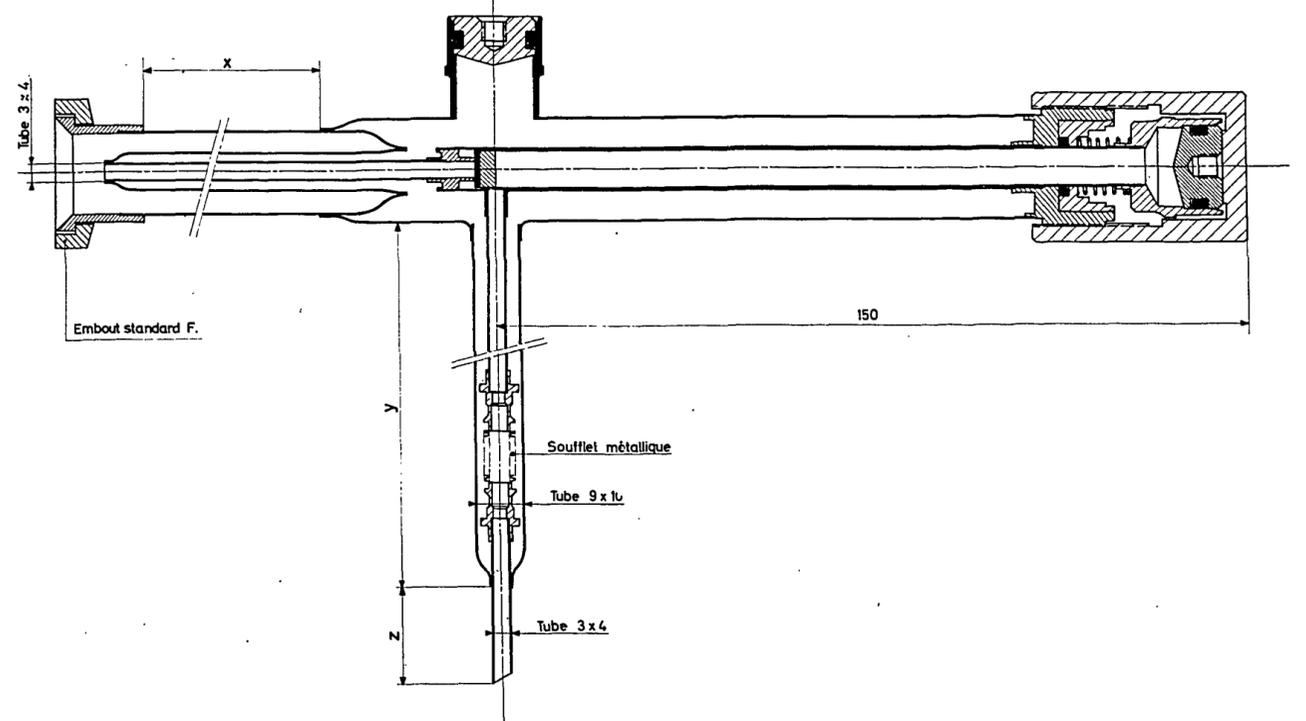
Siphon de transfert pour Hélium ou Hydrogène liquide N°45482



Siphon adaptable pour le soutirage de l'Azote liquide



Π de transfert pour Hélium ou Hydrogène liquide N°23536



Siphon de soutirage avec vanne pour Hélium ou Hydrogène liquide

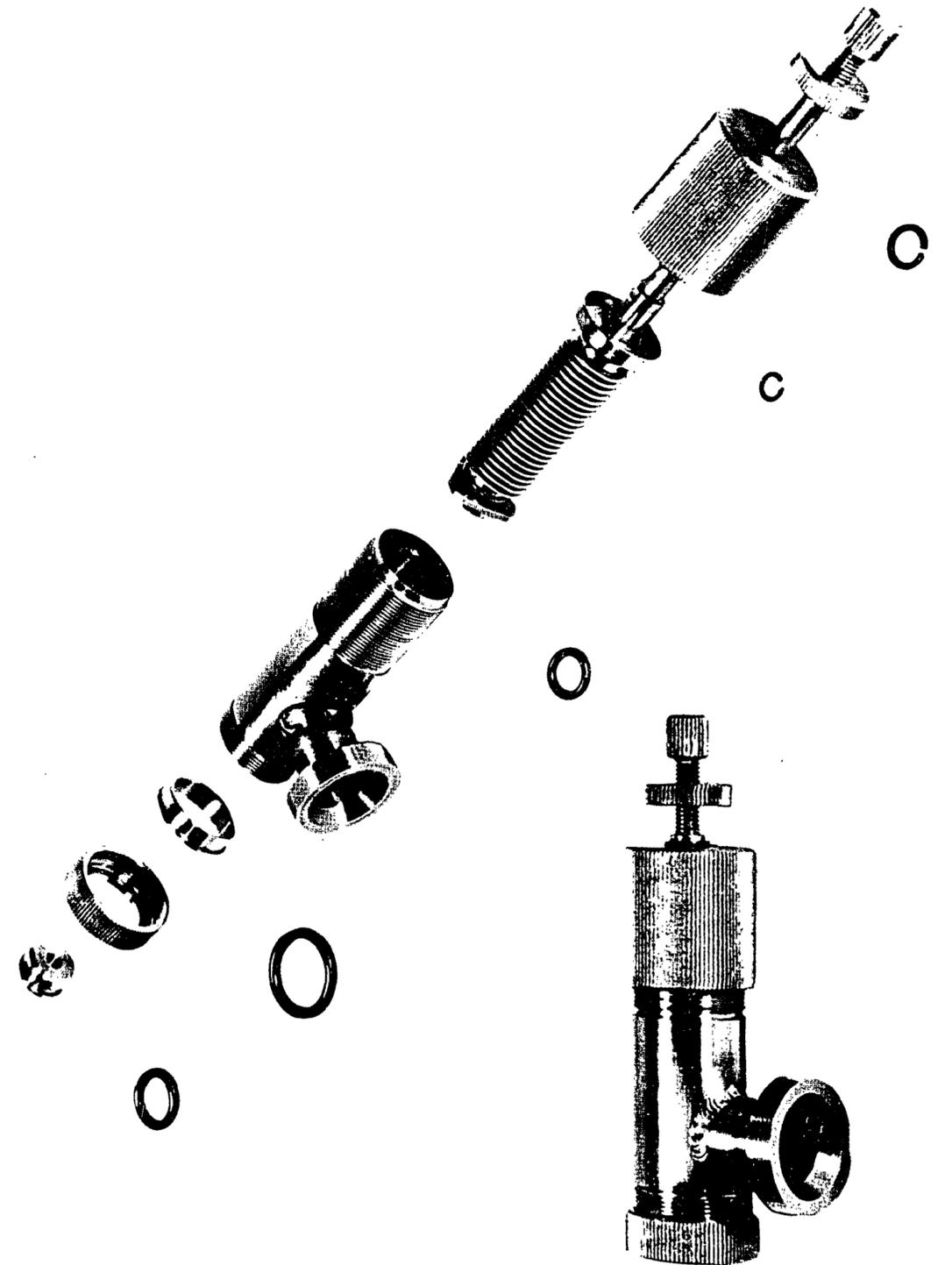
ROBINET ADAPTABLE SUR LES SOUPAPES DE SECURITE

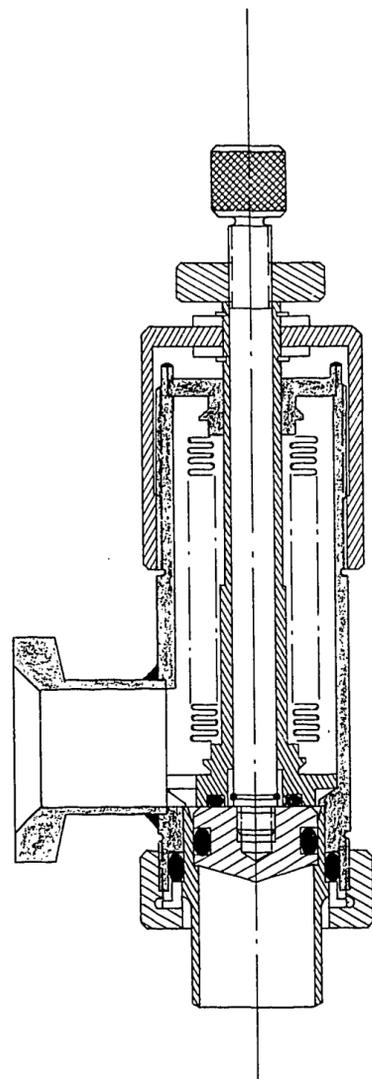
DIT "POUR PIEGE ISOLE"

Une installation sous vide statique comportant un point froid susceptible de piéger les gaz provenant d'une fuite accidentelle doit être en principe équipée d'une soupape, qui en cas de réchauffement rapide du point froid, permet d'évacuer ce gaz piégé évitant l'explosion ou l'implosion des parois.

Le passage de la soupape est utilisé comme orifice de pompage, un robinet amovible permet de dégager ce passage pour faire le vide dans l'enceinte. La possibilité d'enlever le robinet évite le risque de casser le vide accidentellement.

Ce robinet est spectro-étanche, et peut être employé en exemplaire unique dans un Laboratoire.





Echelle : $\frac{1}{1}$

Robinet pour piège isolé

APPAREIL DE MESURES CALORIMETRIQUES

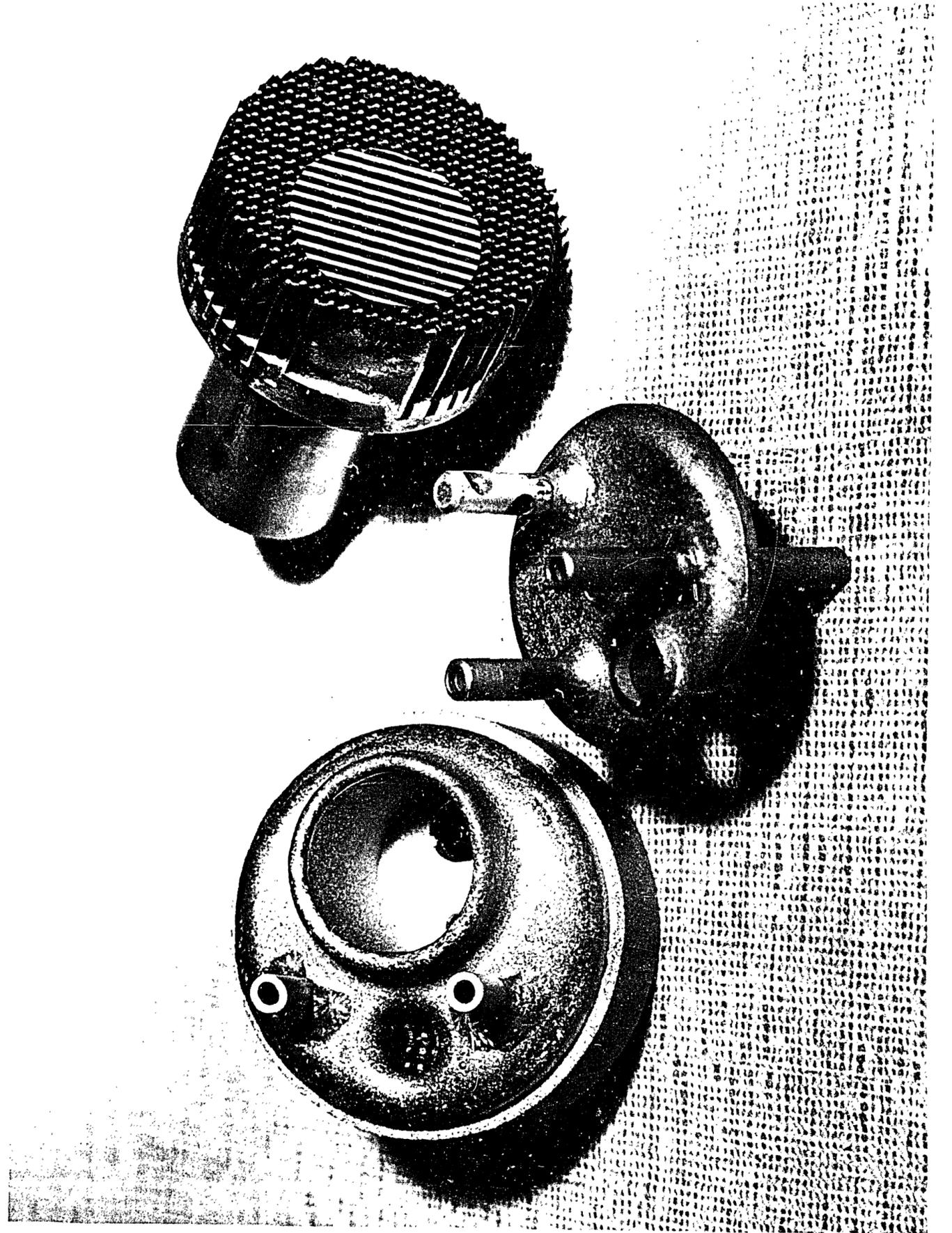
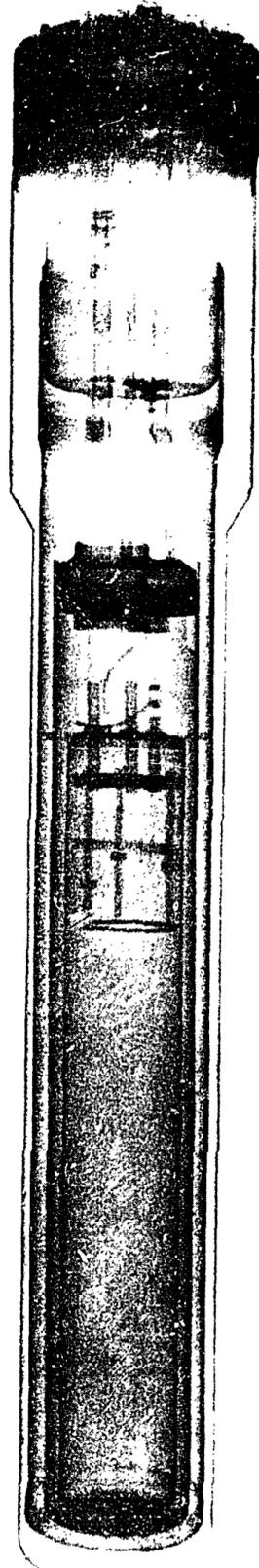
ET MAGNETIQUES 0,3°K-20°K

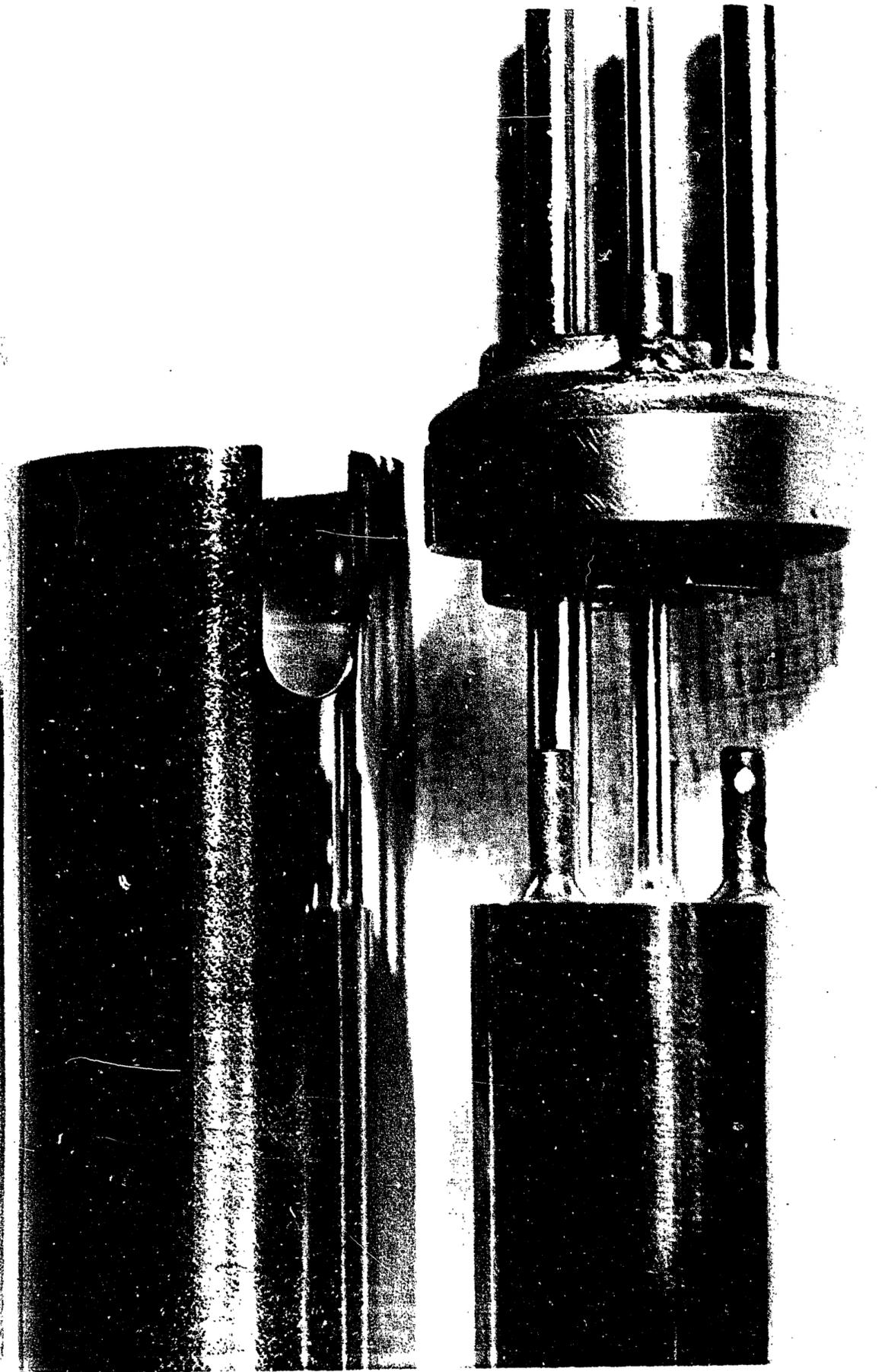
EQUIPE D'UNE MACHINE FRIGORIFIQUE A HELIUM 3

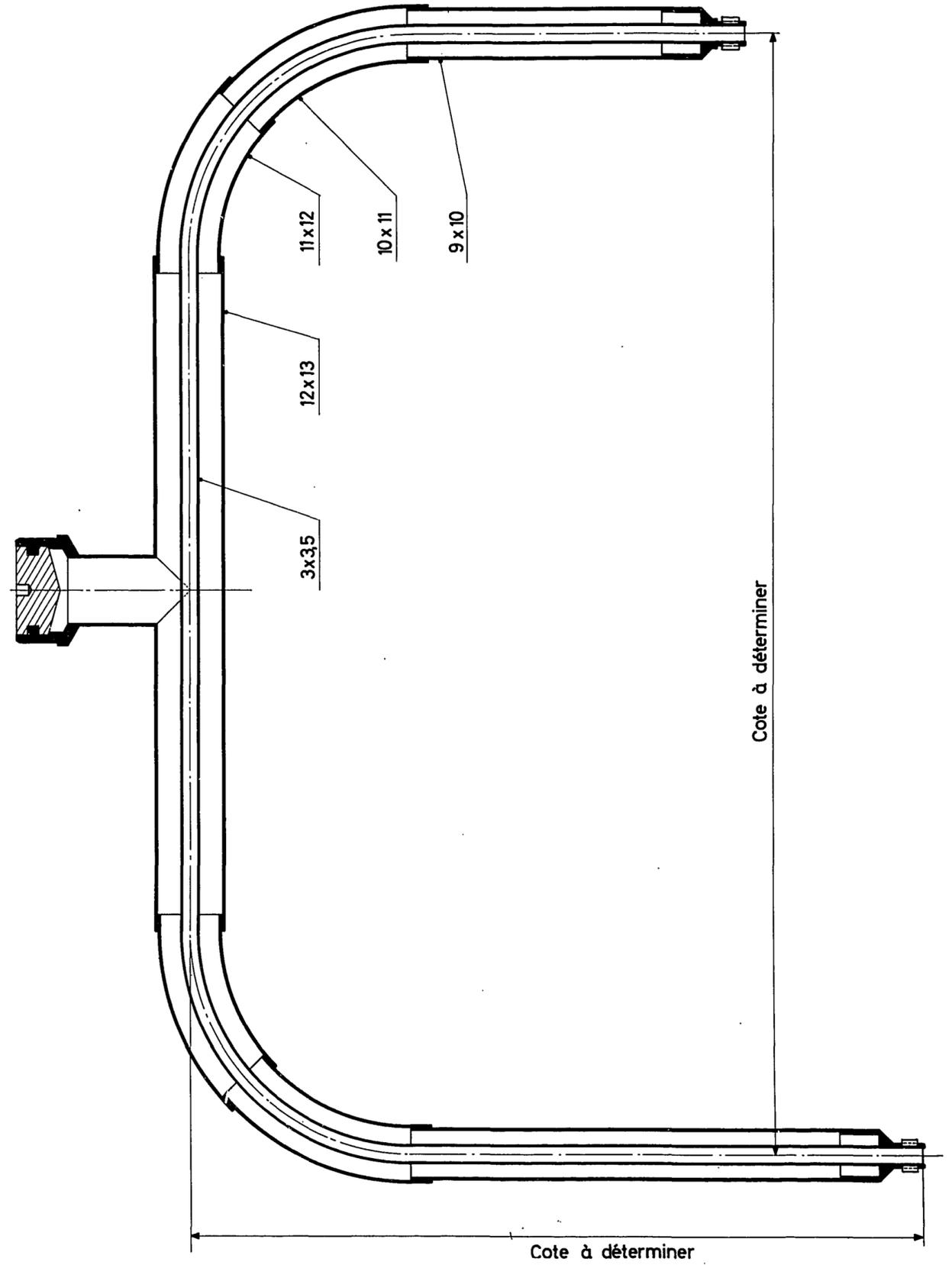
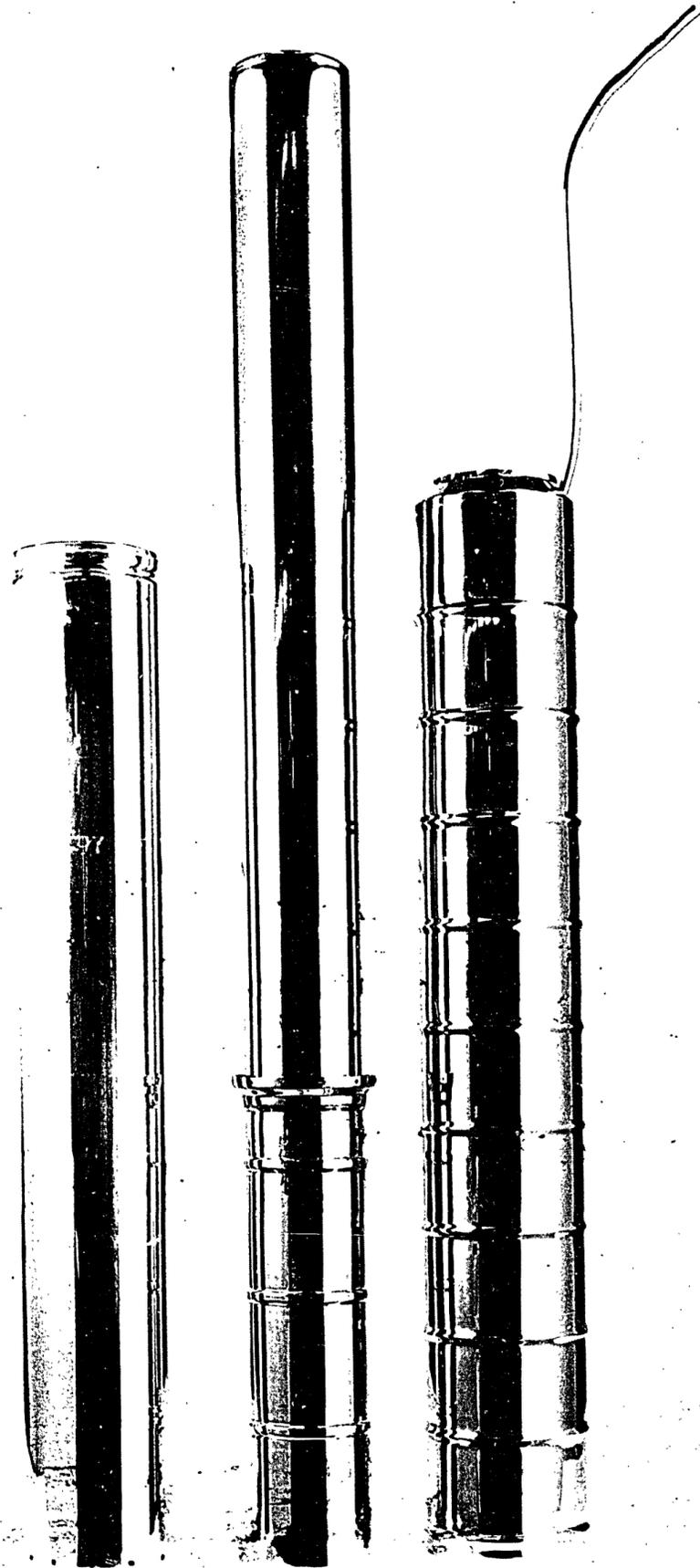
Les figures ci-contre représentent des thermostats à He_3 liquide conçus en cuivre OFHC équipés d'échangeurs (Kapitza).

Les gammagraphies de contrôle avant livraison représentent le thermostat He_3 surmonté d'un thermostat He_4 basse pression et d'une enceinte vide.

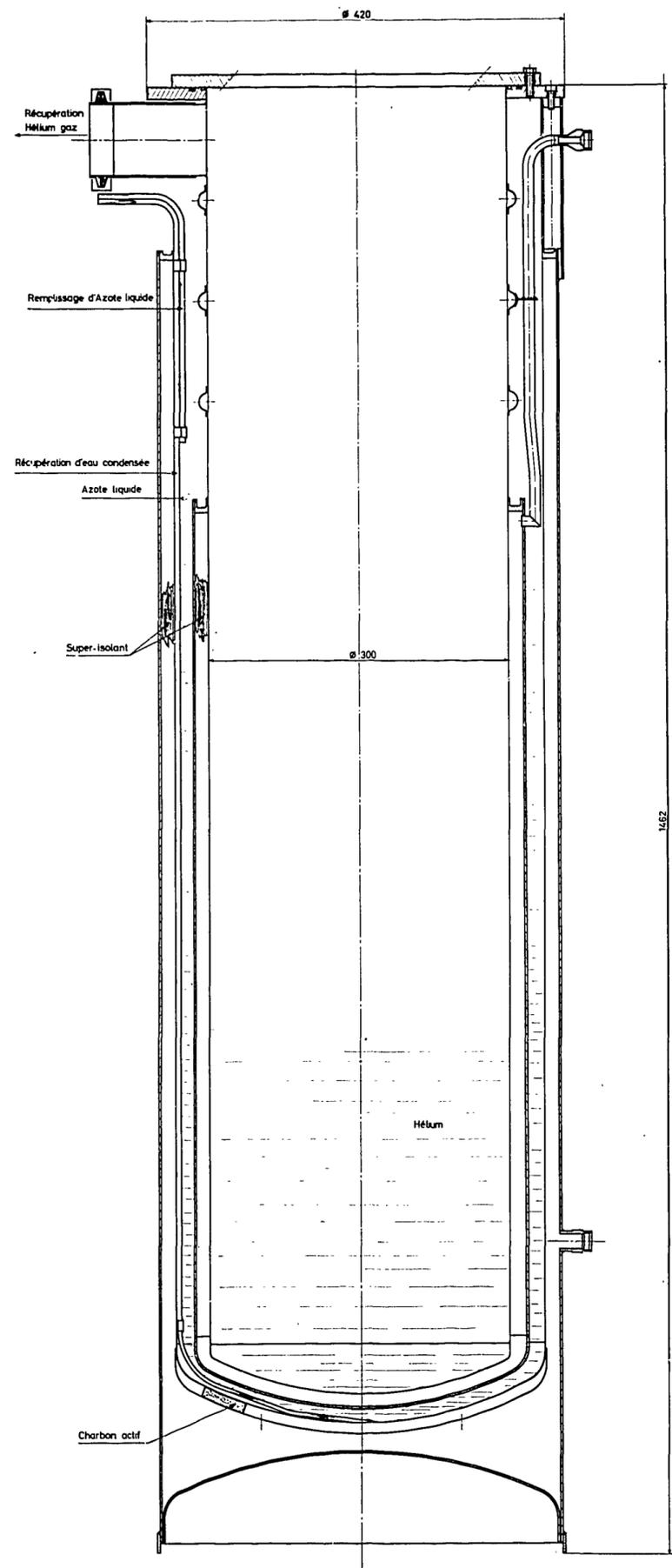
Ces ensembles expérimentaux avec leur faisceau de tubulures sont immergés dans un cryostat droit (Photographie en cours de montage) contenant de He_4 bouillant, à la pression atmosphérique.



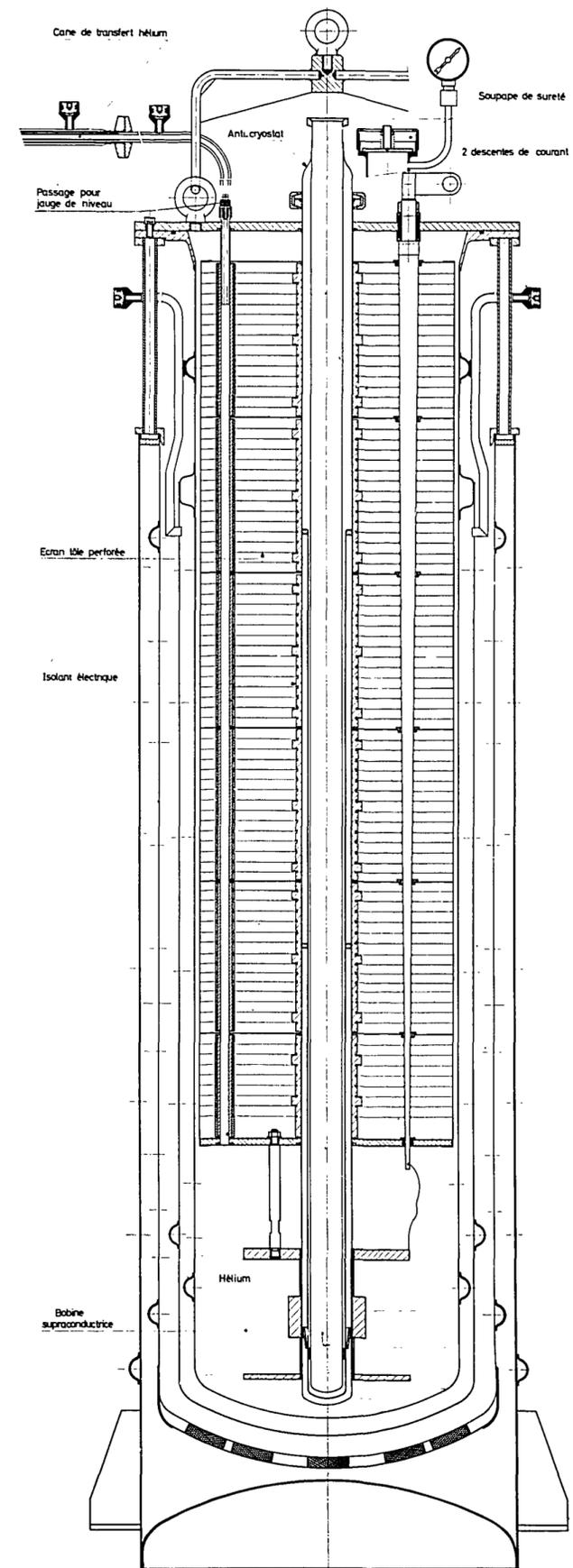




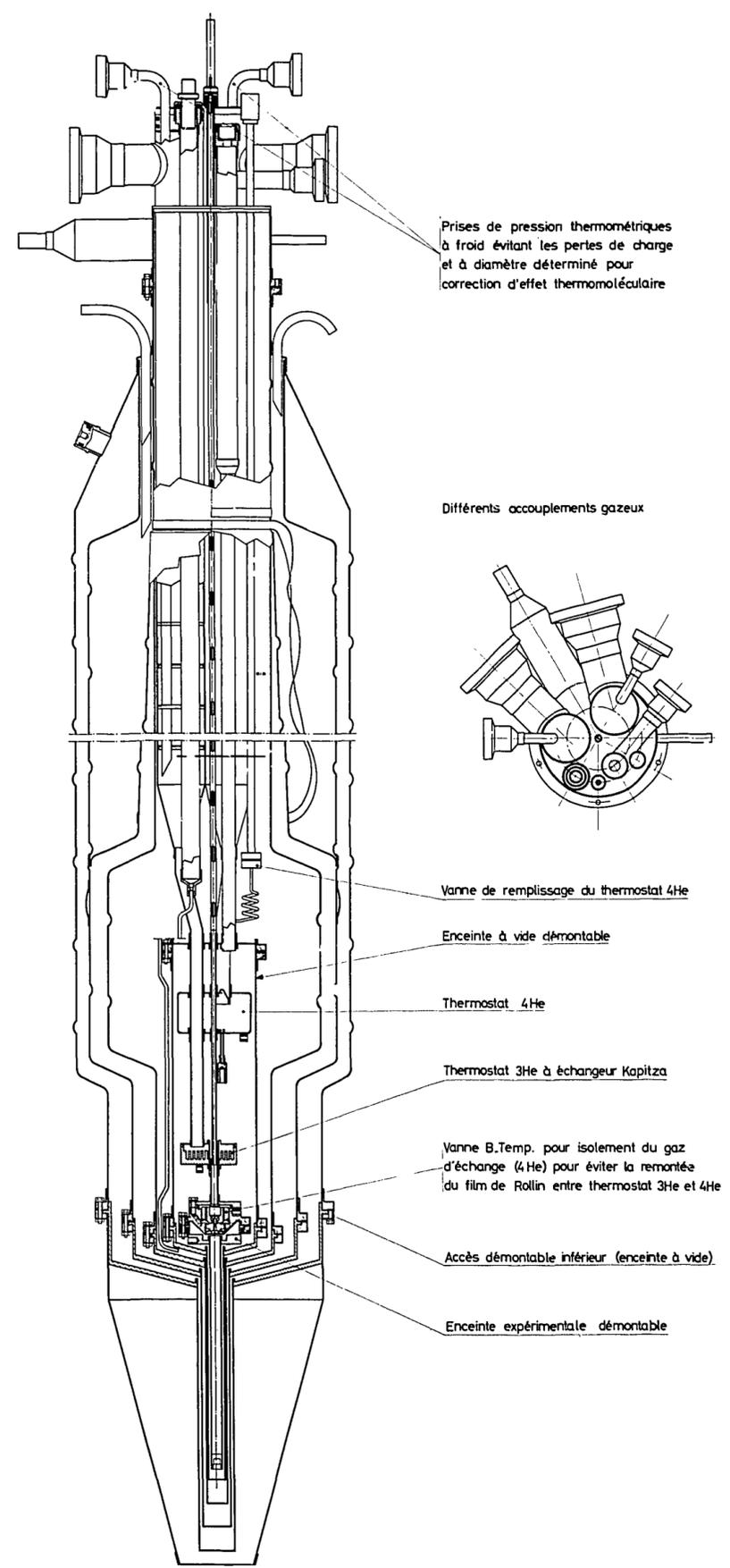
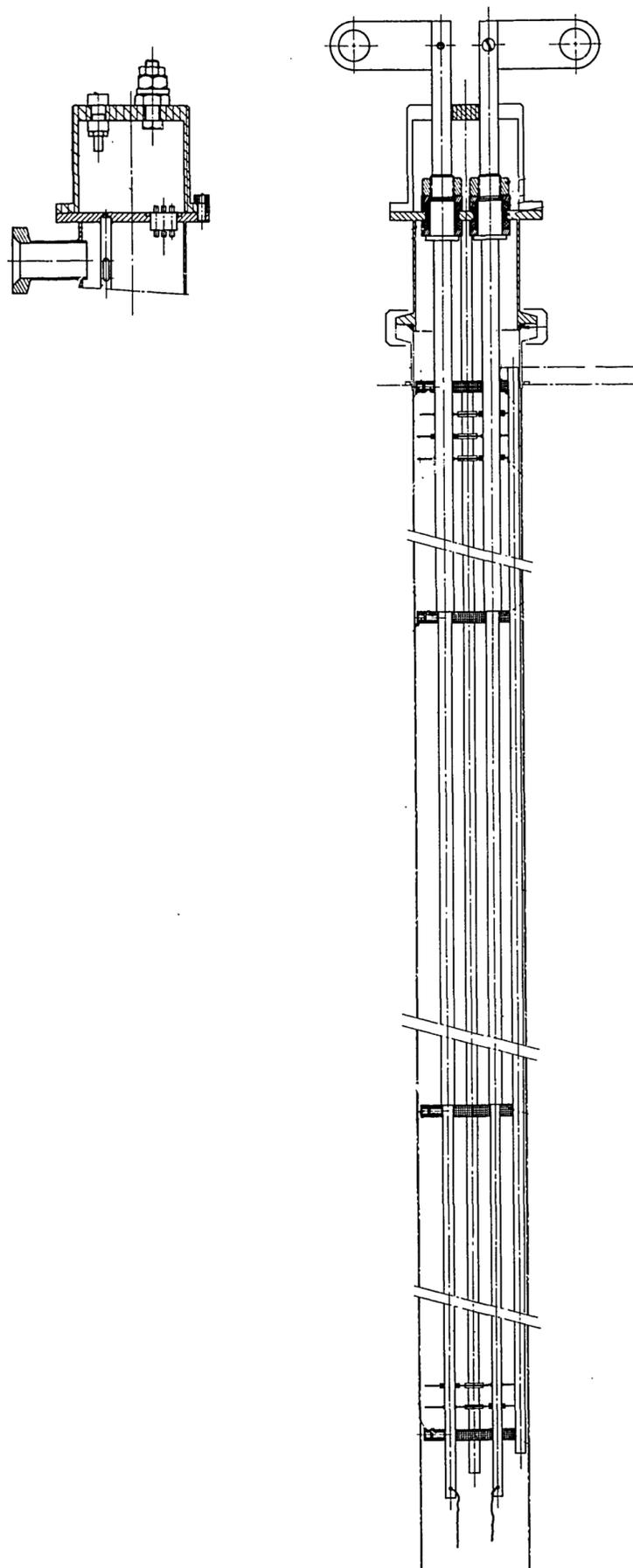
Canne de transfert hélium



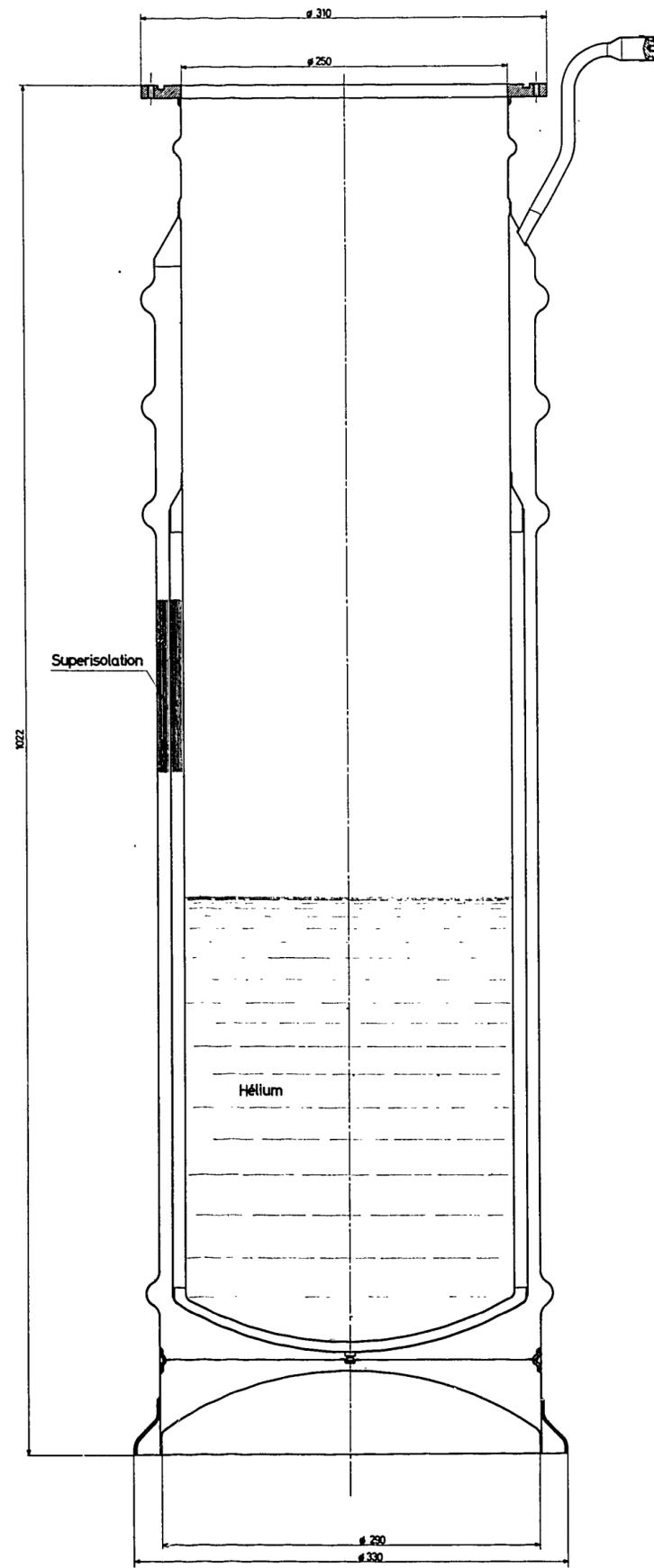
Cryostat pour bobine supraconductrice



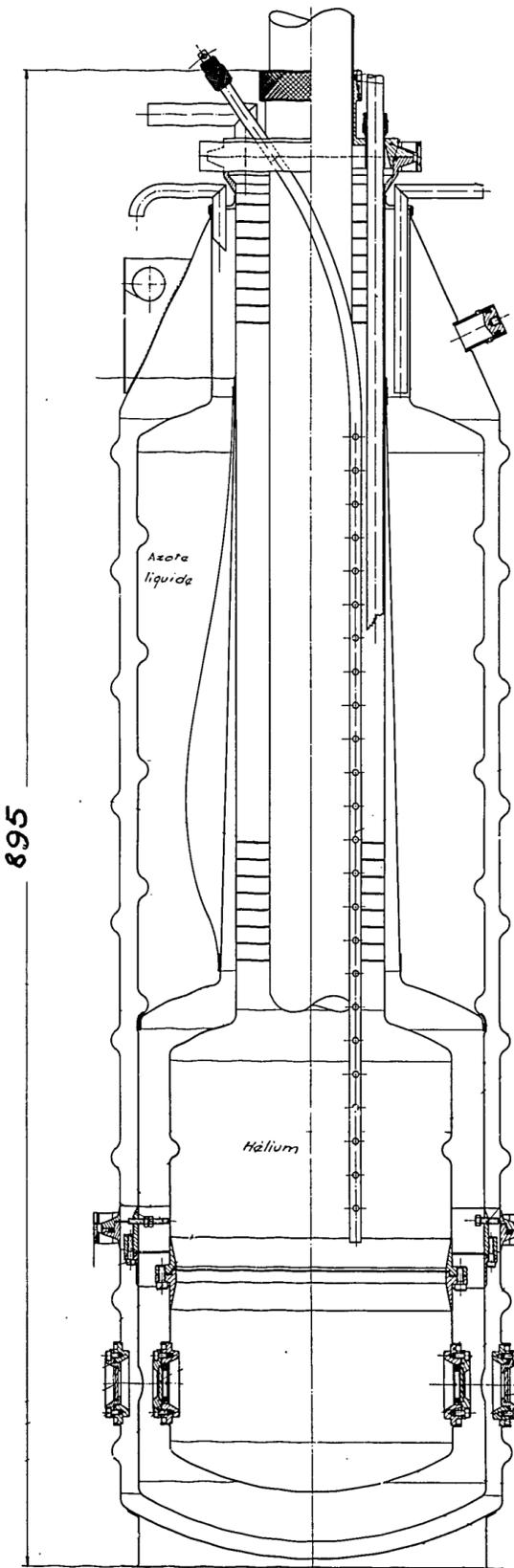
Cryostat pour bobine supraconductrice
avec descente de courant 2000 A



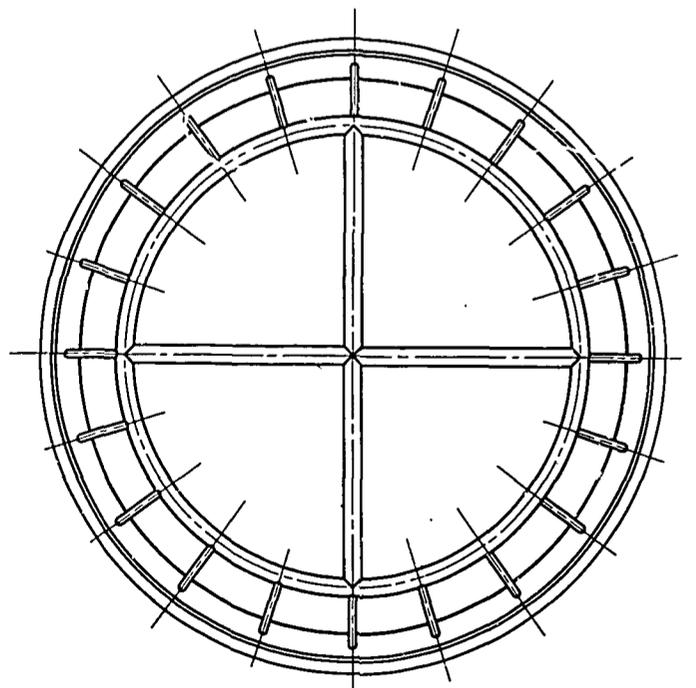
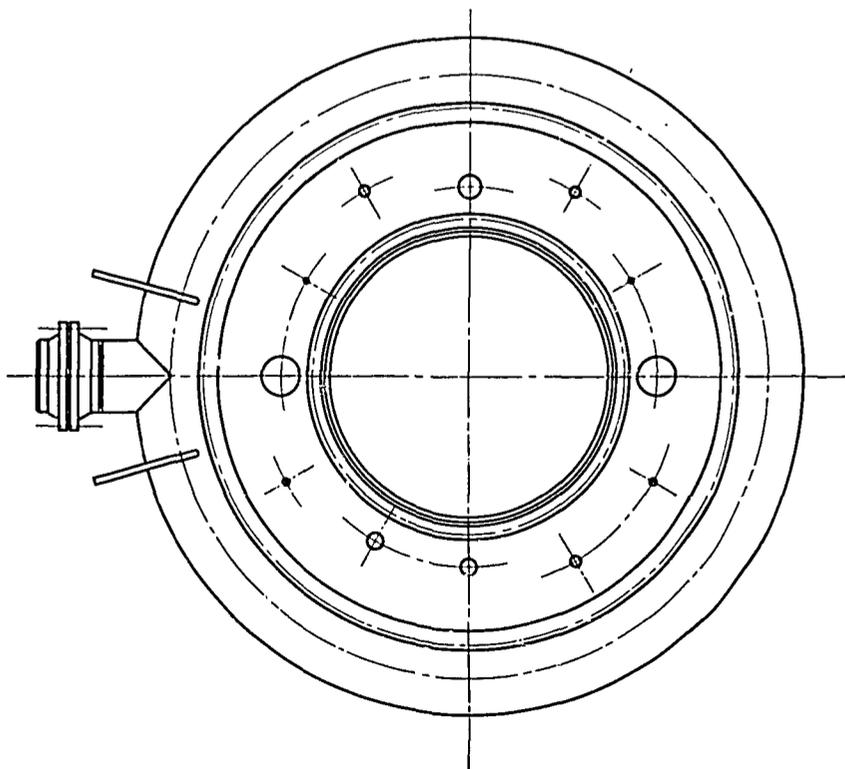
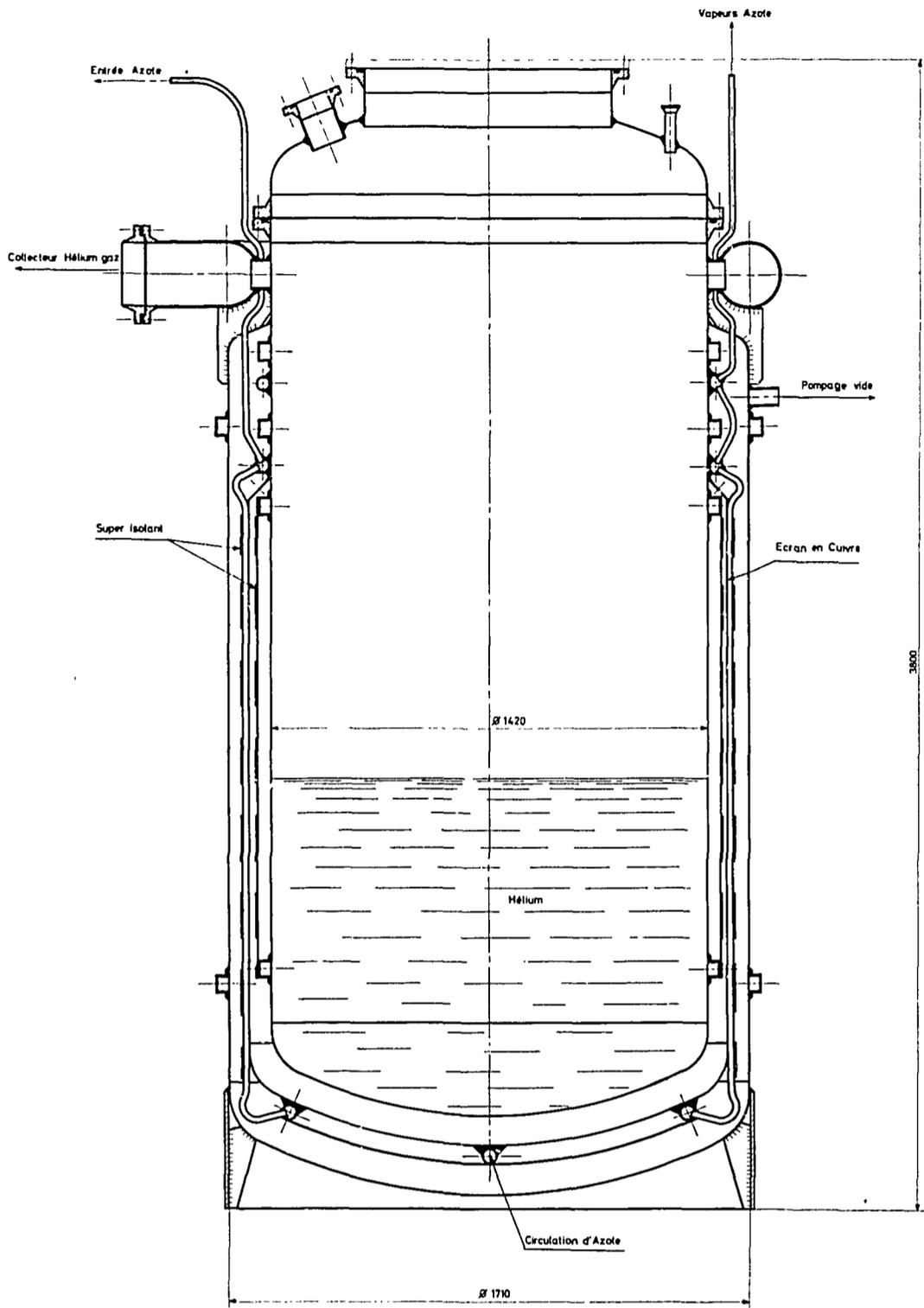
Cryostat 0,3°K pour étude de neutro_cristallographie
 équipé d'une machine frigorifique à 3He



Cryostat à hélium sans azote



Cryostat pour études optiques



Cryostat pour bobine supraconductrice