

Liquéfacteur d'hydrogène pour températures variables entre 20° et 55° K

Autor(en): **Gibert, A. / Rossel, J.**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Helvetica Physica Acta**

Band (Jahr): **18 (1945)**

Heft IV

PDF erstellt am: **13.09.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-111610>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Liquéfacteur d'hydrogène pour températures variables entre 20° et 55° K

par A. Gibert*) et J. Rossel.

(12. IV. 1945.)

Sommaire. On donne la description d'un liquéfacteur de laboratoire, sans compresseur, d'un rendement de 30% et pouvant produire 2 litres d'hydrogène liquide à l'heure.

Une attention particulière est vouée aux organes permettant son emploi général pour la production de températures stables au-dessus du point de liquéfaction (20° K) et spécialement pour les mesures de diffusions nucléaires aux basses températures.

I. Généralités.

Ce liquéfacteur a été étudié et construit en vue de quelques recherches de physique nucléaire aux basses températures: d'une part, pour l'étude de la diffusion des neutrons lents par les molécules de certains gaz dans leurs états d'énergie les plus bas, ce qui nécessite des températures constantes pouvant varier entre 15° et 50° K environ; d'autre part, pour la production de neutrons en équilibre thermique dans la paraffine autour de 20° K.

Les conditions spéciales requises peuvent être résumées de la façon suivante:

1° Simplicité: L'appareil doit pouvoir se construire sans grands raffinements techniques et fonctionner sans compresseur, directement à partir des bouteilles commerciales d'hydrogène comprimé à 150 atm.

2° Rendement appréciable (2 à 3 litres d'H₂ liquide par heure) de façon à pouvoir en peu de temps refroidir jusqu'à 20° K des masses considérables, en l'occurrence la chambre métallique de diffusion de 1000 g. environ ou une sphère de paraffine de 15 cm. de rayon.

3° Températures facilement réglables dans le domaine désiré, le réglage s'obtenant par déplacement de l'état thermique stationnaire.

Comme la technique des basses températures de l'ordre de 20° K n'est pas courante et que le liquéfacteur étudié présente vis-à-vis des types connus certains avantages de réglage, nous avons pensé que sa description pouvait être de quelque intérêt.

*) Boursier de l'Etat portugais (Instituto para a Alta Cultura).

II. Caractéristiques.

Nous avons choisi en principe le type de liquéfacteur de RUHEMAN¹⁾ fondé sur l'effet Joule-Thomson et l'emploi des échangeurs de température («Gegenströmer» de SIEMENS). Nous avons tenu compte des indications d' AHLBERG et collaborateurs²⁾ et avons appliqué la méthode de calcul indiquée par STARR³⁾ sur la base d'un rendement théorique de 30%. (Le rendement ε est défini comme rapport de la masse liquéfiée à la masse totale de gaz admise dans l'appareil).

Les conditions de fonctionnement sont alors les suivantes:

Rafroidissement préliminaire de 55° K (azote solidifié)
Pression de travail 75 atm.
Débit prévu de 75 l/min (P. T. N.)

Les dimensions caractéristiques sont:

pour le premier échangeur: longueur 125 cm., diamètres 1 et 5 mm.;
pour le second échangeur: longueur 225 cm., diamètres 1 et 5 mm.;
pour la spirale du réservoir d'azote solide: longueur 200 cm., diamètre 1 mm.

Pour tous les tubes, l'épaisseur des parois est la même, soit 0,5 mm.

Le schéma général de l'installation est donné fig. 1. Seul le noyau de l'appareil est à l'échelle.

Le tube extérieur de chacun des deux échangeurs est soigneusement isolé à la soie. Pour éviter les courants de convection, nous avons placé, dans l'espace intérieur aux spires du second échangeur, un Dewar de verre tubulaire enveloppé de laine.

III. Fonctionnement.

Malgré la grande pureté de certaines qualités d'hydrogène commercial (l'analyse minutieuse d'une de nos bouteilles nous a donné au plus 0,06% d'O₂, qui est l'impureté dominante), nous avons constaté que la moindre trace de vapeur d'eau obturait au bout d'un certain temps le tube haute-pression, empêchant tout fonctionnement. Une impureté supposée de 0,05% de vapeur d'eau ou de gaz étranger donne au bout de 15 minutes (env. 1000 litres d'H₂) un dépôt de glace d'environ 0,5 cm³!

Pour remédier à cet inconvénient, nous employons une trappe à gaz carbonique et des filtres de silicagel d'un volume de 1000 cm³, plongés dans l'azote liquide (77° K).

Pour leur rendre leur efficacité, il suffit de les chauffer sous vide quelques heures à 200° C. (après passage d'environ 30 m³ d'hydrogène).

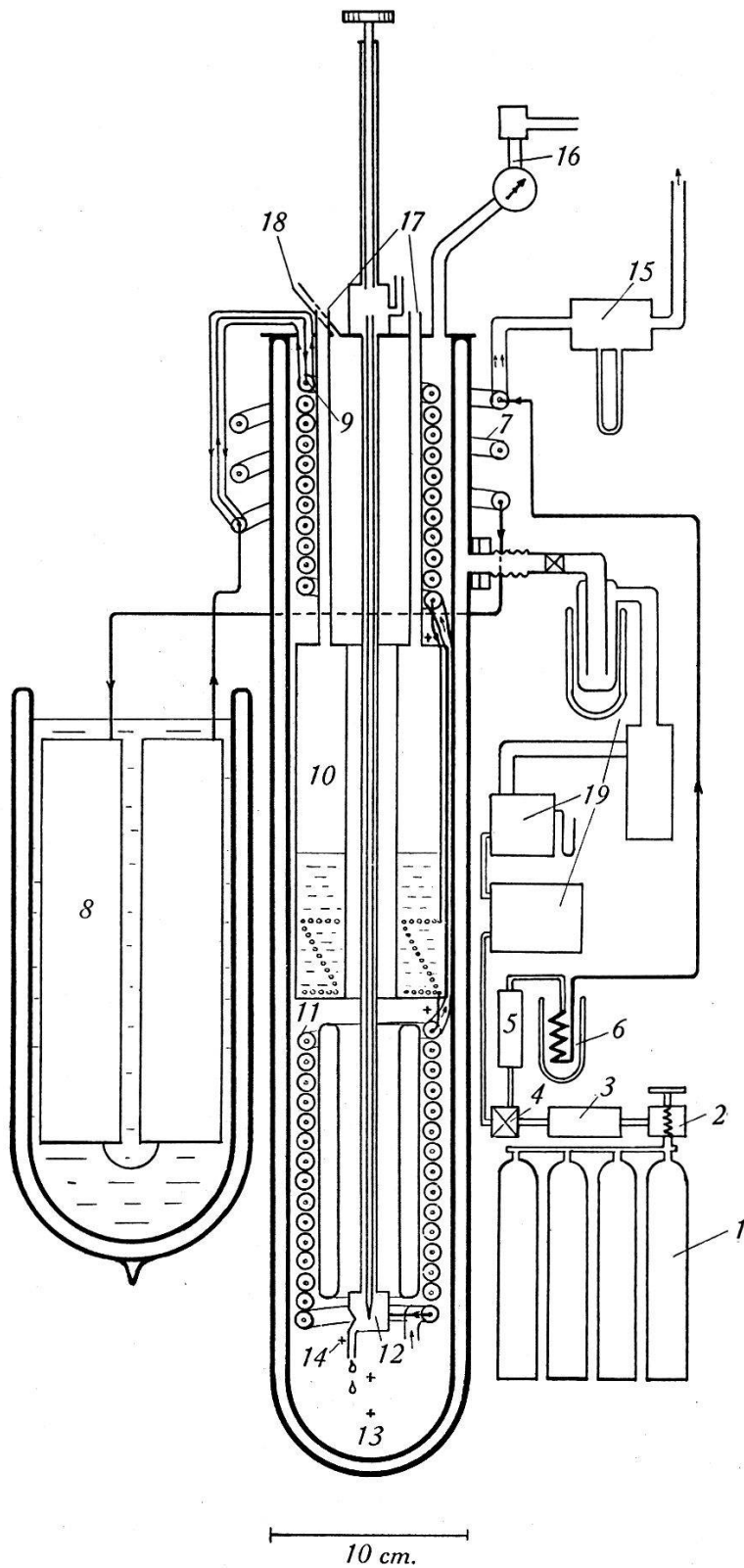


Fig. 1.

- 1= Bouteilles d' H_2 comprimé
- 2= Robinet réducteur
- 3= Filtre mécanique (ouate)
- 4= Robinet permettant la liaison à la pompe rotative pour l'évacuation des filtres avant la mise en marche
- 5= Filtres de $CaCl_2$
- 6= Trappe à glace carbonique
- 7= Echangeur extérieur (longueur env. 120 cm.)
- 8= Filtres de silicagel
- 9= Premier échangeur.
- 10= Réservoir d'azote solide
- 11= Second échangeur
- 12= Valve d'expansion
- 13= Espace réservé à H_2 liquide ou aux appareils à refroidir
- 14= Couples thermo-électriques
- 15= Tube de Venturi
- 16= Manomètre et soupape de sûreté
- 17= Orifice de pompage du réservoir d'azote
- 18= Tube de sortie des conducteurs électriques
- 19= Dispositif d'évacuation du Dewar.

Avec ce système de filtrage, nous avons ainsi pour le refroidissement les étapes suivantes: glace carbonique, échangeur extérieur, azote liquide, premier échangeur, azote solide, second échangeur (régénérateur), expansion Joule-Thomson.

Nous avons constaté qu'il était très important, afin d'économiser la consommation d'hydrogène et d'azote, de refroidir à une température aussi basse que possible, avant la mise en marche, l'intérieur de la chambre de liquéfaction. Dans ce but, nous introduisons dans la chambre l'azote liquide nécessaire en évitant qu'il en reste en excès. En effet, l'azote solide qui prendrait naissance au cours du refroidissement ultérieur serait gênant par suite d'une transition allotropique exotherme à 33° K. Obtenu par le courant d'hydrogène seul, ce pré-refroidissement prenait environ quatre fois plus de temps.

Lorsque la chambre contient une masse à refroidir, le temps nécessaire pour obtenir la liquéfaction dépend évidemment de cette masse. Ainsi, avec un diffuseur de cuivre de 1000 g. environ, placé au fond de la chambre de liquéfaction, nous avons noté les temps suivants: 290° à 77° K (pré-refroidissement): 40 minutes; 77° à 49° K (début de l'effet Joule-Thomson): 18 minutes; 49° à 20° K (augmentation de l'efficacité): 7 minutes.

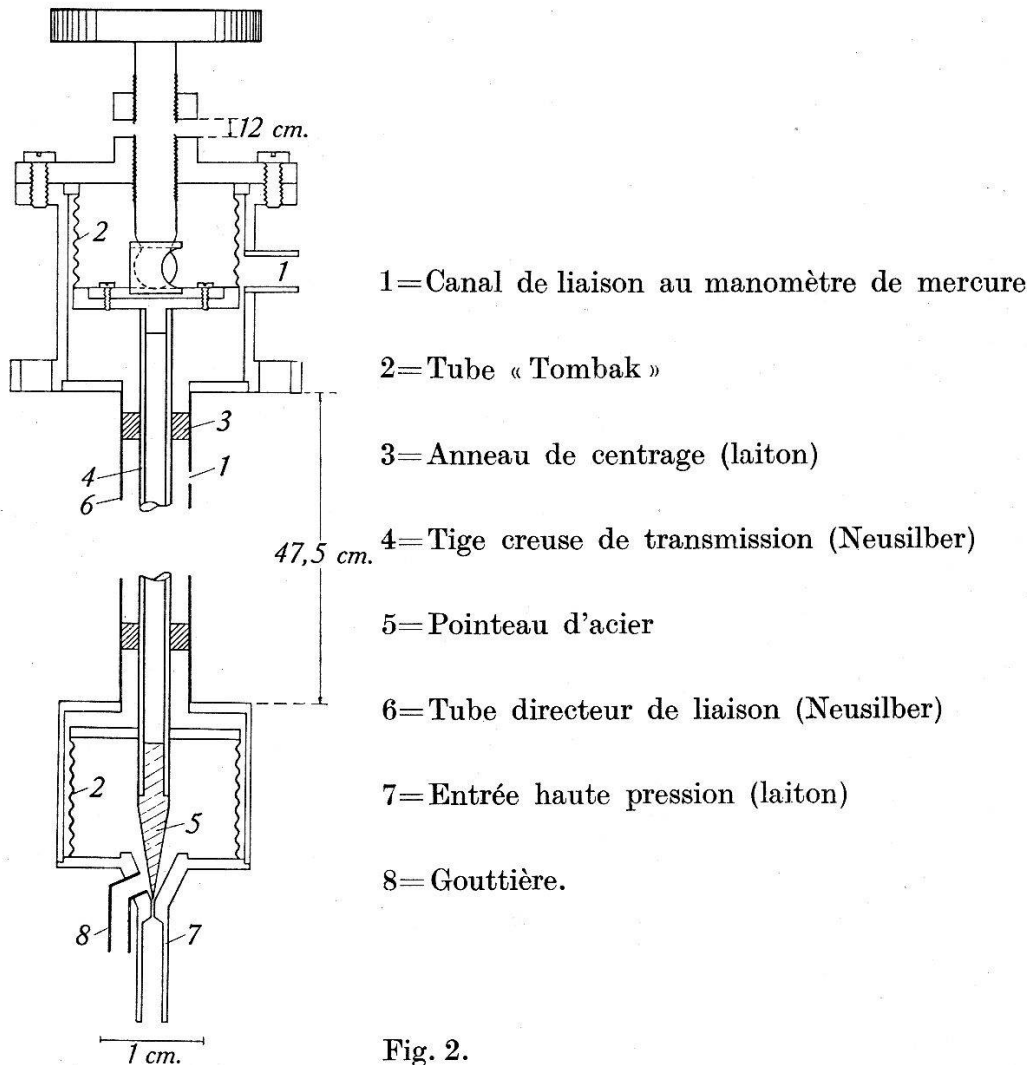
IV. Réglage de la température.

Pour obtenir une température stable dans le domaine désiré, il faut maintenir fixe l'état d'équilibre thermique. Dans ce but, nous avons prévu les particularités suivantes:

1° *Variation de la pression de travail.* — Entre 50 et 80 atm., le rendement est une fonction assez lente de la pression d'entrée⁴). Nous pouvons donc commander l'efficacité thermique en abaissant à volonté au moyen d'un robinet à pointeau réducteur la pression de 150 atm. des bouteilles.

2° *Valve réglable.* — Le deuxième élément de réglage est la variation du débit à la valve d'expansion. Dans ce but, nous avons construit une valve réglable de l'extérieur et permettant d'agir sur le courant avec grande précision, même en cours de fonctionnement. Les deux parties essentielles en sont: à l'extérieur, une vis à tambour, à pas fin, et à l'intérieur, relié à cette vis par une tige de faible section, un pointeau conique d'acier. La tige de transmission se déplace dans l'axe d'un tube à paroi mince et est fixée à la vis par une articulation qui assure un mouvement vertical dans les deux sens. La vis et les éléments de liaison sont en « Neusilber » (voir ci-après).

Les échangeurs sont dimensionnés de façon que, pour un débit de 75 l/min., la pression d'hydrogène à l'intérieur de la chambre de liquéfaction soit de 1,25 atm. à 20° K. Cette pression est contrôlée en permanence par un manomètre à mercure. Le réglage de la valve se fait avec une précision permettant de varier cette pression de 1 mm., soit environ de 1⁰/₀₀ (voir schéma fig. 2).



Au cours de nos essais, nous avons eu l'occasion d'étudier systématiquement un certain nombre de types de valves fixes ou ajustables avant la mise en marche (tubes capillaires, tubes écrasés ou vis à pointeau). Lorsqu'il s'agit uniquement de liquéfier l'hydrogène, ces valves ont l'avantage de la simplicité; mais elles n'offrent aucune garantie de fonctionnement stable et ne peuvent donner entière satisfaction.

3^o *Isolement thermique.* — Le vase Dewar à double paroi de verre est remplacé dans notre modèle par une enveloppe isolante à double paroi de « Neusilber ». Ce dispositif en liaison avec une

pompe à diffusion permet de faire varier facilement le vide entre les deux parois (10^{-1} à 10^{-5} mm. Hg). Cette variation d'isolement thermique constitue le troisième élément du réglage de la température.

L'alliage de Cu-Ni-Zn « Neusilber » possède la propriété essentielle d'avoir une conductibilité thermique décroissant avec la température.

Le tableau suivant met en parallèle les caractéristiques thermiques moyennes aux basses températures (env. -190° C.) d'un vase métallique et d'un vase de verre.

	Conductibilité ($\text{cal cm}^{-1} \cdot \text{s}^{-1} \cdot ^{\circ}\text{C}^{-1}$)	Epaisseur des parois	Chaleur spécif. ($\text{cal} \cdot \text{g}^{-1} \cdot ^{\circ}\text{C}^{-1}$)	Densité ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$)
Verre . . .	$\sim 10^{-3}$	~ 3 mm.	$\sim 0,07$	2,6—3,0
Neusilber .	$\sim 40 \cdot 10^{-3}$	$\sim 0,5$ mm.	$\sim 0,03$	8,4—8,7

On voit que la perte par conduction verticale à travers la section de la paroi intérieure n'est qu'environ 5 fois plus grande pour le récipient en métal et que par contre, sa capacité calorifique est environ 5 fois plus petite.

Ces propriétés intéressantes de l'enveloppe métallique de Neusilber et le fait qu'elle n'est pas fragile, qu'elle est légère et de construction facile, en rendant l'emploi très avantageux.

De toute façon, cette solution s'imposait pour nos mesures de diffusion. L'interposition sur le trajet des neutrons d'une quadruple paroi de verre de forte épaisseur et contenant des éléments très absorbants (B, Na) aurait rendu toute mesure impossible. De plus, l'emploi du métal permet d'adapter la forme de la chambre de liquéfaction aux conditions spéciales de nos recherches.

Le dispositif que nous venons de décrire permet de stabiliser la température à une valeur quelconque au-dessus du point de liquéfaction.

On obtient les températures du domaine 20° — 15° K. en abaissant au moyen de la pompe rotative la pression de saturation de l'hydrogène dans la chambre de liquéfaction; l'intervalle de pression correspondant s'étend de 760 à 80 mm. Hg environ.

V. Mesure des températures.

Nous employons des couples thermoélectriques de Cu-Constantan dont les fils ont 0,1 mm. de diamètre et env. 150 cm. de longueur. Nous les avons étalonnés au moyen de l'azote liquide et solide à différentes pressions, le point le plus bas atteint ayant été de

54,9° K. pour 13 mm. Hg. Pour chaque élément les tensions mesurées présentaient un écart constant (en moyenne 70 microvolt) avec la courbe étalon donnée par ASTON et collaborateurs⁵⁾, ce qui nous a permis d'extrapoler parallèlement à cette courbe jusqu'à 20° K. Cette méthode s'est trouvée justifiée une fois la liquéfaction obtenue par la concordance à 20° K. La précision des mesures de température est de l'ordre du 1/2 degré, ce que nous avons contrôlé au moyen d'un thermomètre à résistance de platine (Platine C de KEESOM).

VI. Résultats.

L'emploi d'un récipient métallique comme chambre de liquéfaction empêche l'observation directe du niveau d'hydrogène liquide.

Pour avoir une idée du rendement effectif du liquéfacteur, nous avons enregistré l'augmentation de la hauteur d'hydrogène liquide au moyen de deux couples thermoélectriques suspendus à des niveaux différents. Par suite de la forte conductibilité thermique de la vapeur d'hydrogène, les couples indiquent la température du liquide avant d'entrer en contact avec celui-ci. Pour éliminer cet effet et obtenir un saut de tension mesurable, nous avons entouré l'extrémité des couples d'une petite spirale chauffante. Ce dispositif s'est révélé très sensible et d'un fonctionnement parfait.

A titre d'orientation générale, nous indiquons dans le tableau ci-dessous nos résultats, à côté de ceux obtenus avec quelques types analogues de liquéfacteurs.

Auteur	Année	Pres- sion (atm.)	Tempéra- ture °K.	ϵ	δ_1	δ_2	r
NERNST ⁶⁾	1911	150	air liq.	0,10	?	0,33 l/h. air liq.	?
RUHEMAN ¹⁾	1930	135	80	> 0,14	?	?	?
KEYES ⁴⁾	1937	135	70—40	0,17—0,54	?	?	?
AHLBERG ²⁾	1937	> 50	69—63	0,16—0,24	15 l d'azote liq. pour 2,5 l d'hydrogène liq.		1
Firme A. HOFER ⁷⁾	1934	160	air liq.	0,11	6 l	2 l/h	1,1—1,2
HILSCH ⁸⁾	1943	140	72	?	1,1 l oxyg. liq.	2,5 l/h oxyg. liq.	2,5
Notre appa- reil . . .	1944	75	55	0,30	2 l azote liq.	2 l/h	2

ϵ est le rendement de l'appareil; δ_1 la consommation de liquide réfrigérant pour le pré-refroidissement, δ_2 , la consommation en cours de liquéfaction; r est la production effective en litres d'hydrogène liquide par heure.

La fig. 3 donne une vue d'ensemble de l'installation.

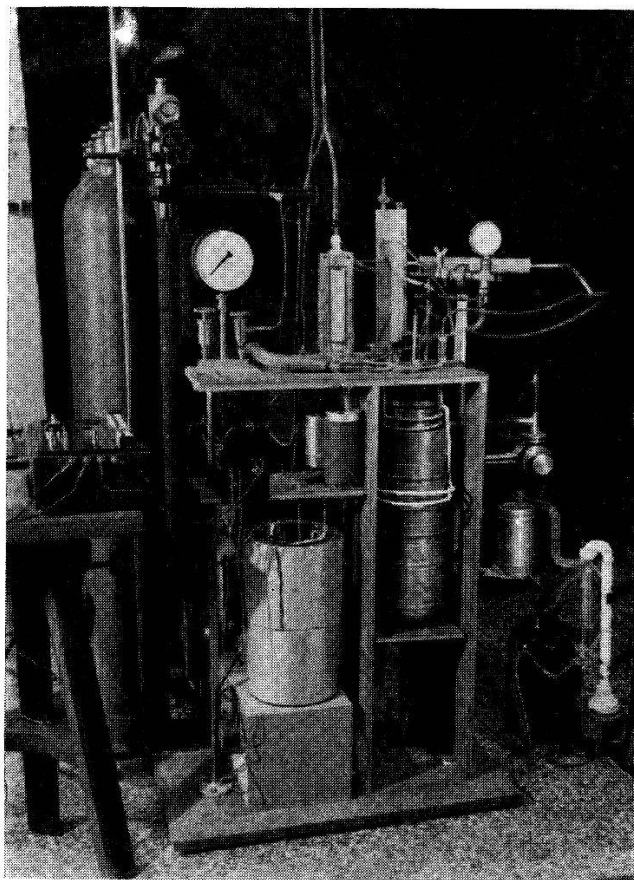


Fig. 3.

Nous tenons à exprimer ici nos vifs remerciements au Dr. E. GANZ qui nous a souvent conseillés au cours du montage, et à M. le Prof. SCHERRER pour l'intérêt qu'il a porté à notre travail et les facilités matérielles qu'il nous a généreusement accordées.

Zurich, Institut de physique de l'Ecole Polytechnique Fédérale.

Bibliographie.

- 1) M. RUHEMAN, ZS. Phys. **65**, 67 (1930).
- 2) J. E. AHLBERG, I. ESTERMANN, W. O. LUNDBERG, R.S.I. **8**, 422 (1937).
- 3) C. STARR, R.S.I. **12**, 193 (1941).
- 4) KEYES et coll., J. Am. Chem. Soc. **59**, 1426 (1937).
- 5) ASTON et coll., J. Am. Chem. Soc. **57**, 1643 (1935).
- 6) W. NERNST, Zeits. f. Elektrochemie **17**, 735 (1911).
- 7) ANDREAS HOFER, Hochdruck-Apparatebau, Mülheim-Ruhr.
- 8) R. HILSCH, Ann. d. Physik **42**, 165 (1943).