

UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

FACULTÉ DES SCIENCES

- Doyens Honoraires :** MM. GAU, GIGNOUX, FORTRAT
- Doyen :** M. MORET
- Professeurs Honoraires :** MM. COTTON, Mécanique, Membre de l'Institut
FLUSIN, Electrochimie, Electrometallurgie
FAVARD, Professeur à la Sorbonne.
- Professeurs :** M. GIGNOUX, Géologie et Minéralogie, Membre de l'Institut.
M. FORTRAT, Physique Générale, Correspondant de l'Institut.
M. MORET, Géologie, Correspondant de l'Institut.
M. ANDRIEUX, Chimie, Directeur de l'E. N. S. I.
Electrochimie et Electrometallurgie.
M. de LITARDIÈRE, Botanique, Correspondant de l'Institut.
M. NEEL, Physique Expérimentale.
M. BRELOT, Calcul différentiel et intégral.
M. ESCLANGON, Physique Industrielle, Directeur de l'E. N. S. I.,
Electrotechnique de Grenoble.
M. DORIER, Zoologie.
M. HEILMANN, Chimie.
M. KRAVTCHENKO, Mécanique Rationnelle.
M. PARDE, Hydrologie Fluviale.
M. BENOIT, Radio-électricité.
M. CHENE, Chimie Papetière.
M. NOBECOURT, Micrographie.
- Professeurs sans chaire :** MM. DODERO, Electrochimie, Electrometallurgie.
FALLOT, Physique.
- Maître de Conférences
Honoraire :** M. OFFNER, Botanique.
- Maîtres de Conférences :** MM. KUNTZMANN, Analyse Appliquée.
WEIL, Physique.
REULOS, Physique.
SANTON, Mécanique des Fluides.
SILBER, Mécanique des Fluides.
d'ORGEVAL, Mathématiques.
TRAYNARD, Chimie.
FELICI, Physique.
GALVANI, Mathématiques.
BARBIER, Géologie.
- Secrétaire :** M. GRENIER.

N° d'ordre :
15 I. D.

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

POUR OBTENIR

LE GRADE D'INGÉNIEUR - DOCTEUR

PAR

Albert LACAZE

Ingénieur I. E. G.

1^{re} THÈSE

UN LIQUÉFACTEUR D'HYDROGÈNE A DÉBIT VARIABLE JUSQU'A 15 LITRES-HEURE

2^e THÈSE

PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ

Soutenues le

devant la Commission d'examen

Jury {	MM. RIBAUD	}	Président
	NEEL		Examineurs
	ESCLANGON		
	WEIL		

UN LIQUÉFACTEUR D'HYDROGÈNE A DEBIT VARIABLE JUSQU'A 15 LITRES HEURE

par

ALBERT LACAZE

Ingenieur I. E. G.

INTRODUCTION

La liquéfaction de l'hydrogène a été menée à bien pour la première fois par Dewar en 1898; depuis cette date, plusieurs liquéfacteurs de dimensions plus ou moins grandes ont été construits dans le monde, plus particulièrement ces dernières années. Les plus célèbres en Europe sont ceux du Laboratoire Kamerlingh Onnes de l'Université de Leyde (25 litres de liquide à l'heure), de la Physikalische und Technische Reichsanstalt à Berlin (15 l/h), celui, plus récent, du Laboratoire Clarendon de l'Université d'Oxford (17 l/h), dont nous nous sommes inspirés.

On peut abaisser la température d'un gaz, soit par détente avec travail extérieur (appareil de Claude dans le cas de l'air), soit par détente de Joule-Thomson (appareil de Linde pour l'air). La première méthode ne semble pas encore avoir été appliquée à l'hydrogène, à cause de grandes difficultés de réalisation [1]. Pour tous les liquéfacteurs importants, la deuxième méthode a été utilisée [2] [3]. C'est également celle que nous avons employée dans l'installation dont le schéma est représenté fig. 1.

Nous partons d'hydrogène du commerce à 99,5 %. Il contient de nombreuses impuretés (0,5 % environ en tout), notamment de la vapeur d'eau, de l'oxygène, des traces d'azote et d'anhydride carbonique, qu'il est indispensable d'éliminer le plus parfaitement possible avant liquéfaction.

PRÉLIMINAIRE

Nous nous sommes proposés de réaliser dans les opérations décrites ci-dessus les conditions optima. Nous avons donc étudié brièvement la théorie de la liquéfaction, discuté les conditions à remplir, et les moyens pratiques d'abaisser la température de l'hydrogène avant détente. Nous avons appliqué la théorie des échangeurs de chaleur au liquéfacteur. L'ensemble de ces considérations forme la première partie de notre travail. On trouvera dans la deuxième partie la description du liquéfacteur et quelques résultats d'essais.

C'est à la Faculté des Sciences de Grenoble, sous la direction de M. L. Weil, que notre liquéfacteur a été étudié et construit.

Je suis heureux de remercier ici M. le Professeur Néel, directeur du Laboratoire d'Electrostatique et de Physique du Métal de Grenoble, pour l'intérêt avec lequel il a suivi le développement de mon travail, pour les facilités et pour l'ap-

La pression des bouteilles varie au cours de l'essai entre 150 atm. et une valeur limite fonction du débit recherché (§ I2); un compresseur maintient la pression dans le liquéfacteur sensiblement constante et égale à 150 atm., avec un débit variable.

Nous faisons d'abord passer l'hydrogène sur de l'alumine qui retient la vapeur d'eau; les impuretés sont ensuite précipitées, sous forme solide ou liquide, après refroidissement à 62,5°K dans l'air liquide bouillant sous pression réduite. L'hydrogène passe ensuite sur du charbon actif à 77,5°K, qui adsorbe d'une part toutes les impuretés et d'autre part catalyse la transformation de l'orthohydrogène en parahydrogène, puis revient à température ordinaire.

Le refroidissement de l'hydrogène se fait dans des échangeurs de température, où l'hydrogène entrant, en se refroidissant, cède les calories nécessaires au réchauffage de l'hydrogène sortant.

L'hydrogène purifié, comprimé est refroidi à 62°5 K, après un nouveau passage sur du charbon à 63°K environ. Il entre dans le tube intérieur de l'échangeur final; il se détend dans la valve V, en se refroidissant, car il est au-dessous du point d'inversion de l'effet Joule-Thomson. Peu à peu, la température de l'hydrogène amont en V s'abaisse grâce à l'échange de chaleur entre la basse et la haute pression. Lorsqu'elle est suffisamment basse, une partie de l'hydrogène se liquéfie [4] à [6].

pui de sa haute autorité qu'il a bien voulu m'accorder.

J'exprime ma profonde reconnaissance à M. L. Weil pour les nombreuses idées et les encouragements qu'il n'a cessé de me prodiguer au cours de ces recherches. Il a dirigé ma formation dans l'atmosphère de travail actif et de cordialité qu'il sait entretenir autour de lui. La sollicitude qu'il m'a témoignée constamment a été pour moi un soutien précieux.

Que MM. Moret, doyen de la Faculté des Sciences de Grenoble, R. Fortrat, doyen honoraire, et F. Esclangon, directeur de l'Institut Polytechnique, trouvent ici l'expression de ma gratitude pour l'intérêt qu'ils ont bien voulu porter à ces recherches.

Je remercie le Centre National de la Recherche Scientifique dont l'allocation spéciale a permis la réalisation pratique du liquéfacteur.

Fig. 1 - Schéma de l'Installation

2. ABAISSEMENT DE TEMPÉRATURE A LA DÉTENTE

On sait que dans une détente de Joule-Thomson, l'enthalpie avant et après détente est la même [9] donc :

$$H = U + PV = U' + P'V' = H'$$

On peut représenter l'enthalpie par l'équation :

$$H = f(T, P) = \int_0^P C_p^0 dT - \int_0^P \left[T \left(\frac{\partial V}{\partial T} \right)_P - V \right] dP + h$$

h étant une constante.

ou, utilisant la forme différentielle

$$dH = \left(\frac{\partial H}{\partial T} \right)_P dT + \left(\frac{\partial H}{\partial P} \right)_T dP = C_p^0 dT - \left[T \left(\frac{\partial V}{\partial T} \right)_P - V \right] dP$$

L'abaissement de température dT produit par une chute de pression dP dans la détente de Joule-Thomson est donc :

$$\frac{dT}{dP} = \frac{1}{C_p^0} \left[T \left(\frac{\partial V}{\partial T} \right)_P - V \right] = -\frac{1}{C_p^0} \left(\frac{\partial H}{\partial P} \right)_T \quad (1)$$

On voit que cet abaissement différentiel de température dépend du signe de $T \left(\frac{\partial V}{\partial T} \right)_P - V$; il y a abaissement lorsque cette quantité est positive et élévation de température lorsqu'elle est négative.

Dans le cas où $\left(\frac{\partial V}{\partial T} \right)_P = \frac{V}{T}$, il n'y a aucun changement de température; les points vérifiant cette égalité se trouvent sur la courbe d'inversion de l'effet Joule-Thomson, tracée fig. 2, d'après le Bureau of Standards [10].

Pour pouvoir liquéfier l'hydrogène par détente de Joule-Thomson, il faudra choisir la pression et la température du gaz avant détente de manière à se trouver à l'intérieur de la courbe d'inversion.

Dans un liquéfacteur, la chute de pression est en général grande, et l'abaissement de température doit être calculé par la formule :

$$\Delta T = \int_{P_1}^{P_2} \frac{1}{C_p^0} \left[T \left(\frac{\partial V}{\partial T} \right)_P - V \right] dP = \int_{P_1}^{P_2} \frac{T^2}{C_p^0} \frac{\partial}{\partial T} \left(\frac{V}{T} \right) dP$$

Cet abaissement fini présente aussi une courbe d'inversion semblable à celle de l'effet différentiel.

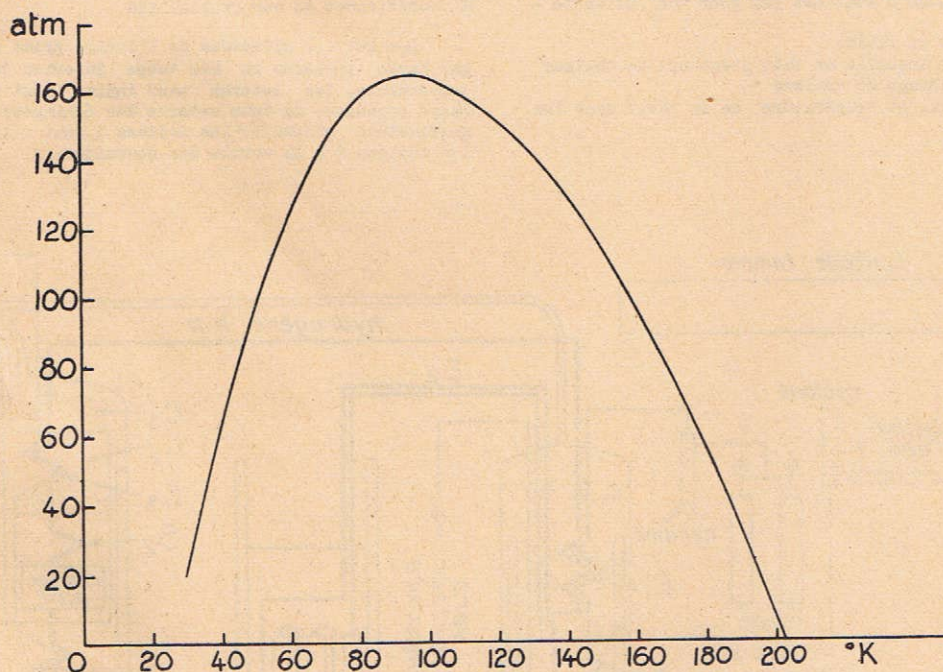


Fig. 2 - Courbe d'inversion de l'effet Joule-Thomson pour l'hydrogène

3. RENDEMENT DE LA LIQUÉFACTION

Lorsque l'état de régime est atteint, une certaine quantité d'hydrogène entre par seconde dans l'échangeur final; une fraction ϵ est liquéfiée, la fraction $(1 - \epsilon)$ retournant dans l'échangeur. La chaleur totale du gaz comprimé entrant est égale à la somme de la chaleur totale du liquide et de celle du gaz sortant de l'échangeur après détente. Par suite :

$$H' = (1 - \epsilon)H + \epsilon H_1$$

soit, pour le rendement de la liquéfaction,

$$\epsilon = \frac{H - H'}{H - H_1}$$

En général, la basse pression est fixée et égale sensiblement à une atmosphère, H_1 et H sont alors déterminés; on aura un rendement maximum lorsque H' sera minimum; ceci sera obtenu quand :

$$\left(\frac{\partial H'}{\partial T} \right)_P = 0 \quad \left(\frac{\partial H'}{\partial P} \right)_T = 0$$

d'après l'équation (1), on voit que cette condition sera remplie lorsque la pression et la température d'entrée dans l'échangeur final se trouveront sur la courbe d'inversion de l'effet différentiel.

4. DÉTERMINATION DES CONDITIONS DE LIQUÉFACTION

Beaucoup d'auteurs depuis Meissner [11] ont discuté le maximum de rendement, mais n'ont pu montrer s'il existait une seule pression et une seule température d'entrée donnant un maximum de ξ . Il résulte cependant de l'ensemble de ces calculs que si un tel point existe, il doit se trouver au voisinage du point critique; on sait en effet qu'au point critique $T \left(\frac{\partial V}{\partial T} \right)_P$ devient infini [2].

On devra donc chercher à obtenir une température d'entrée aussi voisine que possible du point critique, puis ayant fixé cette température, choisir la pression pour se trouver au voisinage de la courbe d'inversion.

Pour abaisser la température de l'hydrogène, avant l'entrée dans l'échangeur final, on le fait passer dans un ser-

Pour calculer la fraction liquéfiée ξ , en fonction de la pression d'entrée, des températures d'entrée et de sortie, nous avons besoin des valeurs des enthalpies; nous avons tracé pour cela le diagramme température-entropie de l'hydrogène à partir des valeurs réunies par le National Bureau of Standards [10, p. 470] et des valeurs expérimentales obtenues plus récemment par Johnston [14] (Fig. 4). Nous avons tracé également les courbes de Johnston de rendement en fonction de la pression, pour différentes températures d'entrée dans le cas limite de l'échangeur final parfait (fig. 5).

Dans une zone assez étendue de 100 à 200 atm., le rendement varie peu. Une pression de 150 atm. donne approximativement un rendement maximum, pour les températures d'entrée utilisables. Nous avons pris cette pression comme valeur moyenne de fonctionnement.

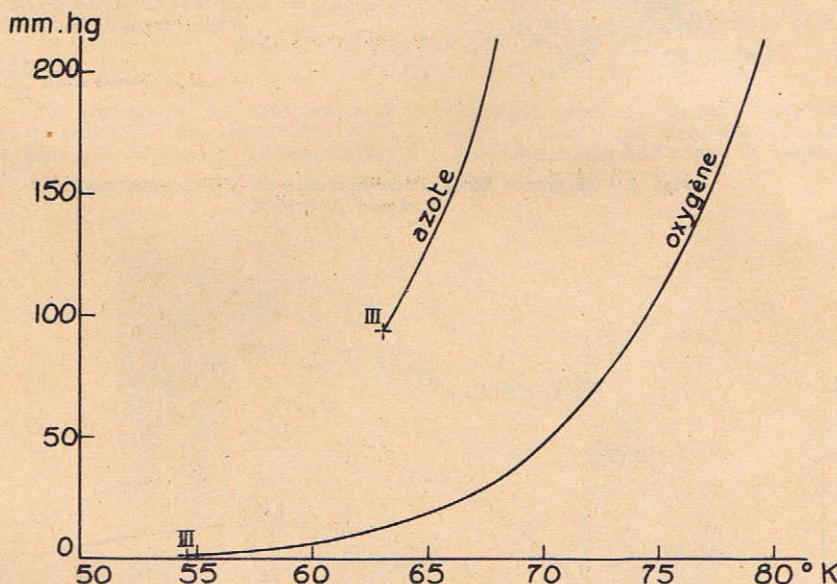


Fig. 3 - Courbes de tension de vapeur de l'oxygène et de l'azote

pentin plongé dans l'air liquide bouillant sous pression réduite. D'après les courbes de tension de vapeur de l'oxygène et de l'azote [12][13], fig. 3, on voit que l'on a avantage à utiliser l'azote liquide; pour une tension de vapeur, donc, comme nous le verrons, pour un débit de pompe à vide donné, l'azote liquide donne en effet la température la plus basse. Cependant, avec l'azote il n'est pas commode de descendre au-dessous de 63°K, température du point triple (vide de 94 mm de Hg); au-dessous l'azote étant solide échange très mal la chaleur. L'oxygène liquide permet de descendre à 55°K, mais avec un vide de 1,2 mm ce qui nécessite des pompes à très gros débit; l'oxygène présente de plus un danger grave d'explosion. Nous utilisons de préférence l'air liquide de composition atmosphérique* qui ne présente pas ces inconvénients. L'hydrogène est dans ces conditions prérefroidi à une température de l'ordre de 60°K à 63°K.

La courbe d'inversion montre que l'on n'a pas intérêt à trop augmenter la haute pression et qu'il n'y a aucune utilité à dépasser 165 atm., la pression optimum théorique variant de 110 atm. pour 55°K à 160 atm. pour 80°K.

On peut déterminer pour une pression de 150 atm. les variations du rendement théorique en fonction de la température de sortie de l'échangeur réel pour différentes températures d'entrée, nous avons réuni ces valeurs au Tableau I.

TABLEAU I

θ_1	θ_2	$\xi\%$
80	80	18,4
	75	13,8
	70	9,4
64	64	27,4
	61	24,8
	55	18,8
60	60	32,2
	57	30,2
	54	26,8
55	55	40
	51,5	38
	48	35

* fourni à la composition voulue par l'usine locale de l'Air Liquide

Hydrogene

130 kg. 65°

0,1 atm $H_2 = -12 \text{ cal.}$

65,7

dehydrogenation 14-180 20-30
 $H=0$ 1 atm $H=65,7$

H 120 65 0,1 $H^* = 291,97$
 65 130 $H' = 227,82$
 $H_2 = 53,7$

$$x = \frac{64,15}{238,27} = 27\%$$

0,1 atm 112 cal/g 145° K

65,7
~~44,7~~
~~44,7~~

14 10 80
 107 247
 60 70

75 230
 47 226,27
 291,97
 65,7

12,8 cal/g 256 cal/g
 65,7
 12
 53,7

147 230
 115 290
 782

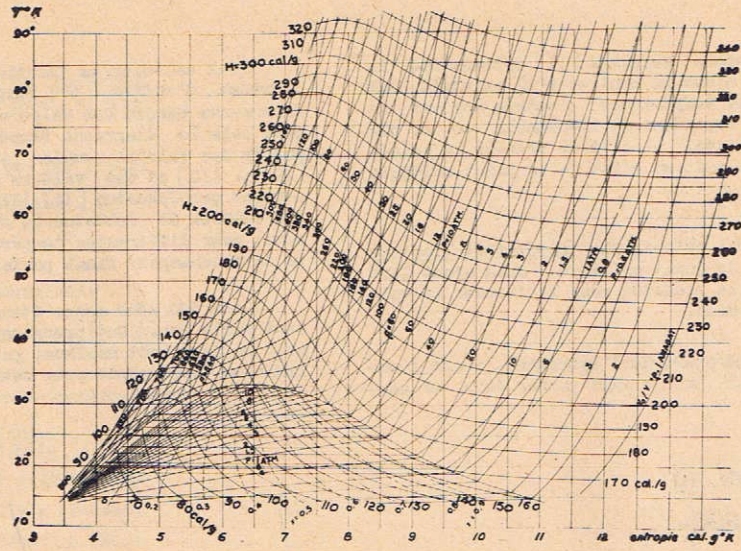


Fig. 4 - Diagramme température-entropie de l'hydrogène dans la région 10 à 90°K

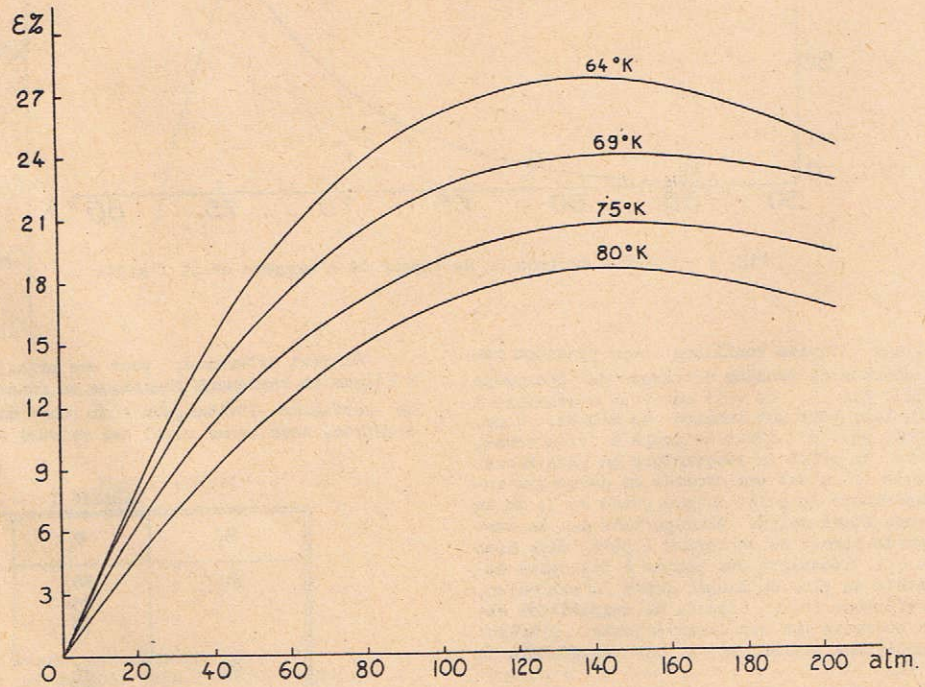


Fig. 5 - Fraction d'hydrogène liquéfiée en fonction de la température et de la pression

CHAPITRE II

THÉORIE DES ÉCHANGEURS

5. TRANSMISSION DE LA CHALEUR

La chaleur est transmise d'un corps à un autre par conduction, convection et rayonnement, mais dans la zone de température qui nous intéresse, les échanges par rayonnement ne représentent que quelques millièmes des échanges totaux de chaleur; nous les négligerons donc, en général, et ne considérerons que les échanges de chaleur par conduction et convection [15 à 20].

a) Transmission de la chaleur par conduction

Considérons un élément de surface dS à l'intérieur du corps; si $\frac{\partial \theta}{\partial n}$ est le gradient de température normal à dS , la quantité de chaleur qui traverse dS dans un temps infiniment petit dt est donnée par la relation de Fourier :

$$dQ = -\lambda dS \frac{\partial \theta}{\partial n} dt$$

le signe - correspondant à la convention de signe que nous adoptons sur la normale; la constante de proportionnalité λ s'appelle la conductivité thermique du corps à la température θ .

Par analogie avec les phénomènes électriques, on définit une résistance thermique du corps par la formule :

$$R = \frac{\Delta n}{\lambda S}$$

b) Transmission de la chaleur par convection

Dans un fluide, à moins de précautions spéciales, le transfert de chaleur dû aux mouvements spontanés (convection libre), ou à l'écoulement (convection forcée), est beaucoup plus important que le transfert par conduction.

La loi que Newton a donnée pour la convection libre :

$$Q = \alpha S (T - \theta) t$$

où α est constant, ne peut plus être considérée aujourd'hui [cf. 21 p.ex.] que comme une approximation, valable seulement pour une faible différence de température entre le corps et le gaz.

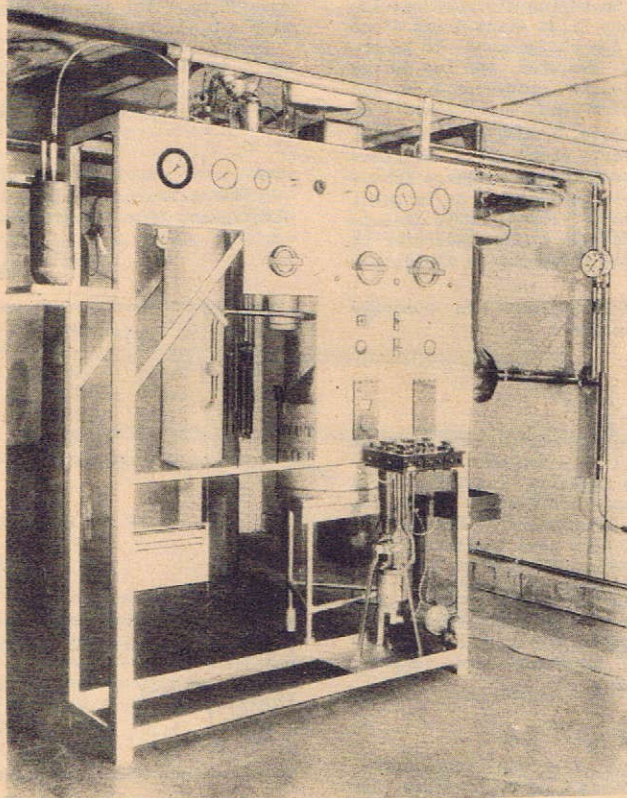


Fig. 5bis - Vue avant du liquéfacteur

Passant des dérivées partielles aux différences finies on utilise en pratique la formule dite de Newton :

$$Q = -\lambda S \frac{\Delta \theta}{\Delta n} t$$

Par contre, dans la convection forcée, une loi de cette forme garde toute sa valeur. On peut encore introduire une résistance thermique par unité de surface $R = 1/\alpha$. Nous allons rappeler brièvement les facteurs dont dépend α .

6. DÉTERMINATION DU COEFFICIENT DE CONVECTION

L'échange de chaleur se produisant entre une paroi et un fluide en mouvement le long de cette paroi, est évidemment en relation directe avec les différents types d'écoulements du fluide.

L'équation aux dérivées partielles de Navier-Stokes qui régit l'écoulement du fluide, donne pour un écoulement permanent :

$$\vec{u} \cdot \text{grad } \vec{u} = -\frac{1}{\rho} \text{grad } p + \nu \Delta \vec{u}$$

L'écoulement de la chaleur dans le fluide en mouvement est défini par l'équation d'Euler-Stokes qui en régime permanent prend la forme :

$$\vec{u} \cdot \text{grad } \theta = \frac{\lambda}{\rho C_p} \Delta \theta$$

La répartition des températures (Euler-Stokes) fait intervenir la diffusivité thermique $\alpha = \frac{\lambda}{\rho C_p}$ comme seule caractéristique du fluide. L'écoulement permanent (Navier-Stokes) fait intervenir dans les mêmes conditions la viscosité cinématique $\nu = \frac{\mu}{\rho}$. De nombreux travaux théoriques et expérimentaux

[15][22] ont montré que pour décrire les phénomènes, il était commode de caractériser le fluide par le rapport de ces deux quantités, appelé nombre de Prandtl.

$$P = \frac{\mu C_p}{\lambda}$$

Aux faibles vitesses s'établit un régime d'écoulement laminaire par filets parallèles, chaque filet étant animé d'une vitesse différente, croissant avec son éloignement de la paroi. Les couches du fluide glissent les unes sur les autres sans qu'il y ait mélange des particules contenues dans les différentes couches.

Pour une certaine vitesse critique, l'écoulement devient turbulent : la vitesse en un point varie d'une façon désordonnée en grandeur et en direction, provoquant un brassage intense des particules du fluide. Au voisinage immédiat de la paroi persiste un écoulement laminaire, où la vitesse varie linéairement en fonction de la distance. On peut alors considérer la température comme constante dans toute l'étendue du fluide extérieur à cette couche limite.

On sait que l'écoulement d'un fluide dans une conduite est caractérisé par le nombre de Reynolds :

$$R = \frac{\rho u D}{\mu}$$

où D est le diamètre de la conduite.

Les expériences de Reynolds, confirmées par de nombreux travaux ultérieurs, ont montré que l'on a toujours un écoulement laminaire lorsque le nombre de Reynolds est inférieur à 2100 [15, p. 101], l'écoulement laminaire devient instable; au-dessus de 2400, on a toujours un écoulement turbulent pour des nombres de Reynolds plus élevés. Nous nous limiterons à ce cas dans ce qui suit.

Pour appliquer l'équation de la convection forcée, nous admettrons, dans l'écoulement turbulent, que pratiquement toute la masse de gaz est à la même température θ , la masse située dans la couche limite où a lieu la variation de température étant négligeable. Nous écrirons :

$$Q = \alpha S (T - \theta) t$$

Si entre une surface à température T et une autre surface à température θ située à une distance D de la première, les échanges avaient lieu par conduction, nous aurions :

$$Q' = \lambda S \left(\frac{T - \theta}{D} \right) t$$

Pour caractériser les échanges de chaleur par un nombre sans dimension, il est commode d'introduire le rapport $Q/Q' = \alpha D / \lambda$. C'est cette quantité qu'on appelle le nombre de Biot-Nusselt N. On peut calculer α connaissant N qui est indépendant des unités choisies.

L'expérience montre que N ne dépend que de P et de R

$$N = f(R, P)$$

et l'analyse dimensionnelle permet de montrer que les deux facteurs interviennent séparément. Une expression de la forme (2) permet de rendre compte des phénomènes :

$$N = k R^n P^m \quad (2)$$

k, m et n dépendent de la forme de la conduite, ou d'une façon plus générale, des caractéristiques géométriques de l'écoulement.

Remarque

Cette équation peut encore être simplifiée; le nombre de Prandtl est constant pour les gaz dans une grande zone de pression et de température, et intervient dans (2), avec un exposant de l'ordre de 0,3 à 0,4 comme nous le verrons.

La relation d'Eucken, déduite de la théorie cinétique des gaz, donne pour valeur de la conductivité thermique :

$$\lambda = \frac{1}{4} (9\gamma - 5) \mu C_v$$

soit pour le nombre de Prandtl :

$$P = \frac{4}{(9 - 5\gamma)}$$

Pour un gaz sans contribution de rotation à la chaleur spécifique, tel que l'hydrogène au-dessous de 60°K, $\gamma = 1,66$ et $P = 0,68$.

$$P^{0,3} = 0,890 \quad P^{0,4} = 0,857$$

Pour l'hydrogène à température ordinaire

$$\gamma = 1,40 \quad P = 0,74 \quad P^{0,3} = 0,925 \quad P^{0,4} = 0,887$$

Les valeurs réelles s'écartent légèrement des valeurs théoriques. Pour l'hydrogène à 1 atm., nous avons :

TABLEAU 2

T°K	C _p c.g.s	$\mu 10^7$ c.g.s	$\lambda 10^5$ c.g.s	P	P ^{0,3}	P ^{0,4}
300	3,447	896	4463	0,775	0,927	0,905
100	2,696	421,1	1616	0,702	0,900	0,867
50	2,489	248,9	865	0,715	0,905	0,875
20	2,484	109,3	346	0,785	0,930	0,907

Enfin, pour une pression de 150 atm., pour l'hydrogène :

TABLEAU 3

T°K	C _p c.g.s	$\mu 10^7$ c.g.s	$\lambda 10^5$ c.g.s	P	P ^{0,3}	P ^{0,4}
300	3,45	825	4800	0,595	0,857	0,815
200	3,35	732	3570	0,685	0,893	0,860
100	3,30	524	2280	0,658	0,920	0,895
70	3,71	480	2100	0,655	0,882	0,843

Nous voyons que P^{0,3} et P^{0,4} ne s'écartent de la valeur théorique que de quelques centièmes. Compte tenu de l'indétermination introduite sur k par une modification même petite des conditions géométriques [22] et de la faible précision des mesures, on se contente souvent, dans de larges intervalles de température, d'une formule :

$$N = c R^n \quad (3)$$

où c est une constante différente de k.

7. FORMULE PRATIQUE

Il n'existe pas de résultats généraux relatifs à k , m et n , mais seulement quelques valeurs applicables à des cas bien particuliers. Hilpert [22] a fait des mesures sur l'air pour des nombres de Reynolds compris entre 0,4 et 400.000; il en déduit que si l'on veut représenter convenablement la variation du coefficient de convection au moyen de la formule précédente, on doit considérer une succession de courbes pour lesquelles les valeurs de k et n sont variables. La courbe donnant $\log(k)$ en fonction de $\log(R)$ présente en effet une très légère concavité vers le haut, et l'on ne peut pas représenter rigoureusement l'ensemble des phénomènes au moyen d'une formule avec un exposant n constant.

Cependant Mac Adams [15, p. 168] propose, après une critique de nombreux travaux, d'écrire l'équation (2) pour des écoulements à nombre de Reynolds supérieurs à 2.100 :

$$N = 0,023 R^{0,8} P^{0,4} \text{ gaz chauds, } 0,3 \text{ gaz froids}$$

Récemment, T.A. Hall et P.H. Tsao [23] ont fait des mesures sur l'oxygène, l'azote, l'anhydride carbonique, à des températures allant de 0°C à -170°C et des nombres de Reynolds de 3.000 à 60.000. Ils ont trouvé que, pour les basses températures, la valeur de $k = 0,023$ est trop forte; en utilisant la formule (3), la valeur plus exacte de c serait $c = 0,0179$, ce qui donne pour valeur du nombre de Nusselt :

$$N = 0,0179 R^{0,8} \quad (4)$$

Dans l'intervalle où ils ont fait des mesures, le nombre de Prandtl varie de 0,71 à 0,76; en prenant une valeur moyenne de 0,74, on trouve pour valeur de k (formule 2), 0,0195, ce qui donne pour formule générale :

$$N = 0,0195 R^{0,8} P^{0,4} \quad (5)$$

C'est cette expression que nous avons adoptée.

8. CALCUL DES ÉCHANGEURS

On utilise les échangeurs d'une part pour amener l'hydrogène à une température déterminée, par emprunt de frigories à de l'air liquide, d'autre part pour récupérer les frigories de l'hydrogène après sa purification, ou après son passage dans le liquéfacteur.

Il est indispensable, pour éviter les tâtonnements, de calculer l'étendue à donner aux surfaces d'échange, c'est-à-dire les longueurs de tube qu'il faut utiliser pour amener le gaz à la température voulue.

Dans ce qui suit, nous établissons des formules qui permettent de calculer, soit la longueur de tubes pour un écart de température donné, soit l'écart de température pour une longueur de tubes déterminée par d'autres facteurs (encombrement par exemple), dans les divers cas qui se présentent.

Nous supposons que les transferts de chaleur par conductibilité longitudinale sont négligeables, et que les échangeurs sont parfaitement calorifugés latéralement. Nous admettons de plus que la résistance thermique et la chaleur spécifique sont constantes le long de l'échangeur.

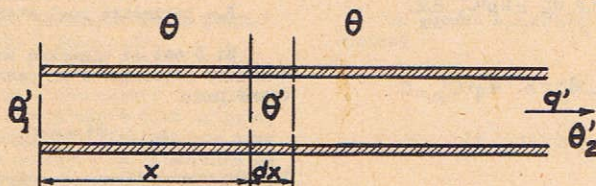


Fig. 6

a) Serpentin de refroidissement

Ces serpentins sont utilisés chaque fois qu'on fait passer l'hydrogène dans de l'air liquide. Considérons le cas d'un serpentin formé d'un seul tube plongé dans un liquide fig. 6. Nous admettons que les échanges de chaleur dans le liquide sont assez intenses pour maintenir la température de la paroi du tube constante et égale à θ , c'est-à-dire que la résistance thermique paroi liquide est nulle*.

* Si pour des différences de température faibles entre gaz et liquide, pareille hypothèse peut se justifier, il n'en est pas de même pour des différences de température importantes : le phénomène de caléfaction limite la quantité de chaleur qui peut être transmise par unité de surface, de la paroi du serpentin au liquide, de telle sorte que la résistance paroi liquide passe par un minimum, pour un certain écart de température. Malheureusement, les données numériques concernant les liquides à basse température manquent, de sorte que nous n'avons pas pu faire un calcul complet, et que la résistance liquide-gaz que nous allons calculer avec l'hypothèse faite est certainement par défaut.

La résistance thermique radiale R par unité de longueur est alors égale à la somme des résistances du gaz et de la paroi. On a vu au § 5b, que la résistance du gaz était $1/\alpha$ pour 1 cm^2 , soit :

$$r' = \frac{1}{\alpha \pi D_i}$$

pour une longueur unité du tube, et r'/dx pour une longueur dx .

Pour la paroi conductrice, la résistance est :

$$r_p = \frac{1}{\lambda} \frac{\log \frac{D_o}{D_i}}{2\pi}$$

soit encore, en prenant $2e = D_o - D_i$ et se limitant au premier terme du développement :

$$r_p = \frac{1}{\lambda} \frac{e}{\pi D_i} \left(1 - \frac{e}{D_i} + \dots\right) = \frac{e}{\lambda \pi D_i}$$

La quantité de chaleur passant de l'intérieur à l'extérieur, par unité de temps, vaut dans une tranche de longueur dx :

$$dQ = - \frac{\theta' - \theta}{R} dx$$

Par suite de la conservation de la chaleur, on peut écrire que cette quantité de chaleur est égale à celle qui est cédée par le gaz chaud, lorsqu'il se refroidit de $d\theta'$:

$$dQ = - \frac{\theta' - \theta}{R} dx = q' C_p \frac{d\theta'}{dx} dx$$

En intégrant, on obtient :

$$\theta' - \theta = (\theta'_1 - \theta) e^{-\frac{x}{R q' C_p}}$$

Pour avoir une température θ'_2 à la sortie du serpentin, il faut une longueur :

$$l = R q' C_p \log_e \frac{(\theta'_1 - \theta)}{(\theta'_2 - \theta)} \quad (6)$$

b) Échangeur à contre-courant, avec courants gazeux de capacité calorifique différente

Des échangeurs de ce type sont utilisés dans tout le liquéfacteur proprement dit, où seule la fraction du gaz non liquéfiée sert aux échanges de chaleur.

Dans une tranche de longueur dx , la quantité de chaleur cédée par le gaz circulant dans le tube intérieur (fig. 7), $q' C_p \frac{d\theta'}{dx} dx$, est égale à la chaleur reçue par le gaz qui circule dans le tube extérieur :

$$q' C_p \frac{d\theta'}{dx} dx = q C_p \frac{d\theta}{dx} dx$$

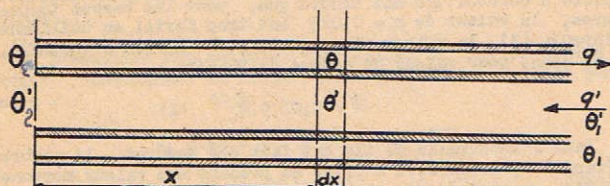


Fig. 7

Si l'on admet que C_p et C_p sont des constantes sur toute la longueur du tube, cette équation peut s'intégrer en donnant :

$$q' C_p (\theta'_1 - \theta'_2) = q C_p (\theta_1 - \theta_2) \quad (7)$$

ou, entre l'extrémité et le point d'abscisse x

$$q' C_p (\theta'_2 - \theta') = q C_p (\theta_2 - \theta) \quad (7')$$

Entre le gaz interne et le gaz externe se trouve interposée une résistance R dans la tranche de longueur dx , R étant la résistance par unité de longueur, soit la somme de la résistance gaz intérieur/paroi, de la résistance de la paroi et de la résistance paroi/gaz extérieur ;

$$R = \frac{1}{\alpha' \pi D_i} + \frac{e}{\lambda \delta} + \frac{1}{\alpha \pi D_e}$$

On a donc pour la chaleur échangée dans la tranche dx

$$dQ = \frac{\theta' - \theta}{R} dx = q C_p \frac{d\theta}{dx} dx = q' C_p \frac{d\theta'}{dx} dx$$

De l'équation (7') nous allons tirer θ et substituer dans l'équation $\frac{\theta' - \theta}{R} = q' C_p \frac{d\theta'}{dx}$

Il vient ainsi

$$\theta' \left(1 - \frac{q' C_p}{q C_p} \right) - \theta_2 + \frac{q' C_p}{q C_p} \theta'_2 = R q' C_p \frac{d\theta'}{dx}$$

Posons

$$\frac{q' C_p}{q C_p} - 1 = a \quad \frac{q' C_p}{q C_p} \theta'_2 - \theta_2 = b \quad R q' C_p = c$$

ces quantités étant toutes positives.

L'équation devient

$$-a \theta' + b = c \frac{d\theta'}{dx}$$

en intégrant on trouve :

$$\theta' - \frac{b}{a} = \left(\theta'_2 - \frac{b}{a} \right) e^{-\frac{a}{c} x} \quad (8)$$

La longueur de l'échangeur donnant une température de sortie θ'_2 est :

$$l = \frac{c}{a} \log_e \left(\frac{\theta'_2 - \frac{b}{a}}{\theta'_1 - \frac{b}{a}} \right)$$

Les équations (7) et (8) permettent de déterminer entièrement l'échangeur.

Remarque

Reprenons l'équation (8), en remplaçant les lettres par leur valeur et en posant : $\theta'_2 = \theta_2 + \Delta\theta_2$, on ne fait intervenir dans le calcul de l'échangeur que les températures θ'_1 et θ_2 indépendantes de l'échangeur :

$$\Delta\theta_2 = \frac{\left(1 - \frac{q' C_p}{q C_p} \right) (\theta'_1 - \theta_2)}{1 - \frac{q' C_p}{q C_p} e^{-\frac{a}{c} l}} \quad (9)$$

Le numérateur de cette expression est indépendant de l . Plus l est grand, plus le dénominateur se rapproche de 1, valeur qu'il ne peut dépasser. On ne peut pas rendre $\Delta\theta_2$ nul si les capacités calorifiques des gaz montant et descendant sont inégales.

On aurait de même en posant $\theta_1 = \theta'_1 - \Delta\theta_1$

$$\Delta\theta_1 = \frac{\left(1 - \frac{q' C_p}{q C_p} \right) (\theta'_1 - \theta_2)}{e^{-\frac{a}{c} l} - \frac{q' C_p}{q C_p}} \quad (9')$$

Contrairement à ce qui se passe pour $\Delta\theta_2$, on peut rendre $\Delta\theta_1$ nul, pour une longueur infinie d'échangeur, le gaz froid cédant alors toutes ses frigories au gaz chaud.

c) Echangeur à contre-courant multitubulaire

On peut généraliser les formules précédentes au cas où l'on a n tubes en parallèle placés à l'intérieur d'un tube, Fig. 8.

Chaque petit tube transporte une masse de gaz $\frac{q'}{n}$, on calculera donc le coefficient de convection pour un tube en prenant ce débit, la résistance de l'ensemble sera :

$$r_i = \frac{1}{n \alpha' \pi D_i}$$

pour la paroi, elle sera de même :

$$r_p = \frac{e}{n \lambda \delta}$$

Le coefficient de convection du gaz extérieur se calcule en prenant le débit total q , mais on remplace le diamètre D par un diamètre thermique défini par :

$$D_t = \frac{4 A}{P_e}$$



Fig. 8

A = section d'écoulement du gaz
 P_e = périmètre réel d'échange de chaleur.

Si D est le diamètre intérieur du tube extérieur et d le diamètre extérieur d'un petit tube, le diamètre thermique est donné par

$$D_t = \frac{D^2 - n d^2}{n d}$$

la résistance thermique vaut :

$$r_e = \frac{1}{n \alpha \pi d}$$

Pour calculer le nombre de Reynolds qui intervient dans α , on doit prendre le diamètre hydraulique défini par :

$$D_h = \frac{4 A}{P_m}$$

P_m est cette fois le périmètre mouillé. On a dans ce cas :

$$D_h = \frac{D^2 - n d^2}{D + n d}$$

La résistance thermique totale étant calculée avec les valeurs ci-dessus, la formule (8) reste valable.

d) Echangeur à contre-courant avec courants gazeux de même capacité calorifique

C'est le cas de tous les échangeurs utilisés lors de la purification du gaz. Les deux capacités calorifiques $q' C_p$ et $q C_p$ étant égales on a : $a = 0$, l'équation générale n'est plus valable ; l'équation différentielle se réduit à :

$$b = c \frac{d\theta'}{dx}$$

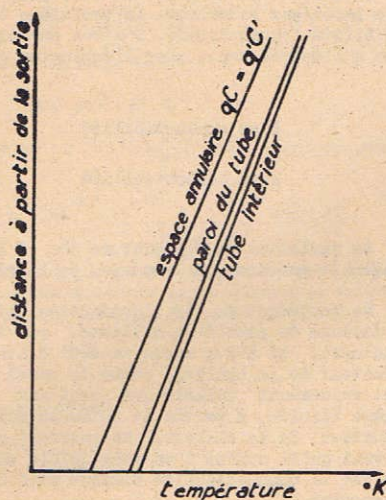
On obtient dans ce cas pour la répartition des températures :

$$\theta' - \theta_1' = -\frac{b}{c} x$$

soit encore :

$$\theta' - \theta_2' = (\theta_1' - \theta_2') \frac{x}{R q' C_p} \quad (10)$$

Nous avons représenté fig. 9 la courbe de variation de température le long de l'échangeur; lorsque les capacités calorifiques sont égales (échangeur du purificateur), nous obtenons deux droites parallèles, ces droites étant confondues pour un échangeur infiniment long. Pour des capacités calorifiques différentes (échangeur final), nous obtenons deux courbes divergentes.



e) Echangeur à contre-courant à section variable

Ces échangeurs sont constitués en pratique de plusieurs échangeurs à section constante juxtaposés; on peut donc appliquer la formule (8) séparément à chaque partie. On peut vérifier, en considérant l'équation (7), que les différentes constantes $\frac{b}{a}$ sont égales.

En caractérisant par l'indice n les grandeurs relatives au dernier élément de l'échangeur, on a, pour l'échangeur entier, l'équation suivante :

$$\left(\theta_1' - \frac{b_1}{a_1}\right) = \left(\theta_n' - \frac{b_n}{a_n}\right) e^{-\left(\frac{a_1}{c_1} l_1 + \dots + \frac{a_n}{c_n} l_n\right)} \quad (11)$$

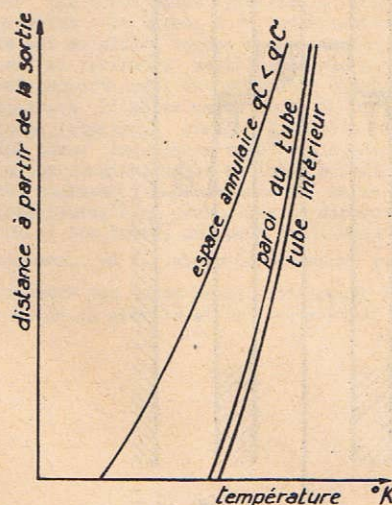


Fig. 9 - Variation de la température le long de l'échangeur

9. INFLUENCE DE LA CONDUCTIBILITÉ LONGITUDINALE

Nous allons étudier par exemple l'influence de la conductibilité le long des tubes internes de l'échangeur.

Soit une tranche de longueur dx de l'échangeur; nous supposons que dans cette tranche la température dans la paroi du tube est constante dans une section droite, et que nous avons une discontinuité au voisinage immédiat de la surface de séparation métal gaz (fig. 10); nous prendrons pour cela comme résistance thermique paroi gaz :

$$r' = \frac{r_p}{2} + r_i \quad r = \frac{r_p}{2} + r_e$$

r_i, r_e, r_p ayant les valeurs calculées au § 8c.

Les équations de propagation de la chaleur donnent :

$$\lambda_p S_p \frac{d^2 T}{dx^2} + \frac{\theta - T}{r} + \frac{\theta' - T}{r'} = 0$$

$$q' C_p \frac{d \theta'}{dx} = \frac{\theta' - T}{r'}$$

$$q C_p \frac{d \theta}{dx} = \frac{T - \theta}{r}$$

Pour résoudre ce système, nous cherchons une intégrale particulière de la forme :

$$T = a e^{sx} \quad \theta = A e^{sx} \quad \theta' = A' e^{sx}$$

En posant $\lambda_p S_p r r' = \alpha$ $q C_p r = p$ $q' C_p r' = p'$, on obtient le système :

$$\alpha a s^2 + r' A + r A' - (r + r') a = 0$$

$$(1 - p's) A' - a = 0$$

$$(1 + p s) A - a = 0$$

L'équation caractéristique est :

$$-\alpha p p' s^4 + (p - p') s^3 + [(r + r') p p' + \alpha] s^2$$

$$+ [r p - r' p' - (r + r')(p - p')] s = 0$$

En appliquant cette équation à l'échangeur final, particulièrement important, on trouve, en utilisant des tubes de cuivre et avec un débit de 50 m³/h.

$$\begin{aligned} S_1 &= 0 \\ S_2 &= -0,878 \cdot 10^{-2} \\ S_3 &= -2,08 \\ S_4 &= +2,18 \end{aligned}$$

Prenons, en plus des conditions aux limites $\theta_2 = 20^\circ K$ et $\theta_1' = 60^\circ K$, une température $T_2 = 20^\circ K$, soit la condition la plus défavorable. Les équations de propagation deviennent :

$$\begin{aligned} \theta &= 63,46 - 21,83 e^{-8,78 \cdot 10^{-3} x} - 0,975 e^{-2,08 x} \\ \theta' &= 63,46 - 43,64 e^{-8,78 \cdot 10^{-3} x} + 0,1875 e^{-2,08 x} \\ T &= 63,46 - 23,56 e^{-8,78 \cdot 10^{-3} x} - 19,90 e^{-2,08 x} \end{aligned}$$

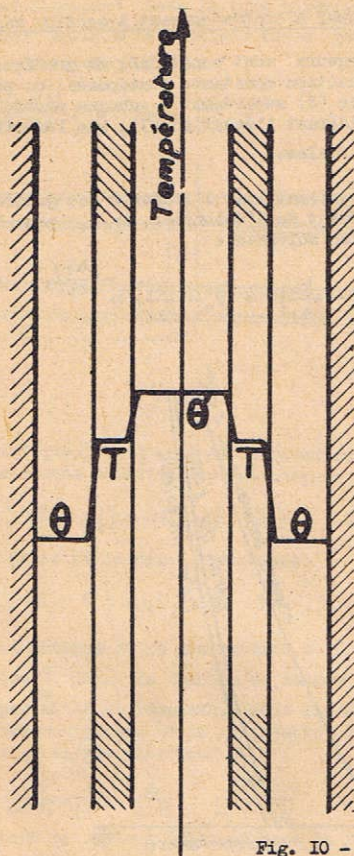


Fig. 10 -

En supposant la conductibilité longitudinale nulle, nous aurions :

$$\begin{aligned}\theta' &= 63,42 - 21,72 e^{-8,8 \cdot 10^{-5} x} \\ \theta &= 63,42 - 43,42 e^{-8,8 \cdot 10^{-5} x} \\ T &= 63,42 - 23,40 e^{-8,8 \cdot 10^{-5} x}\end{aligned}$$

Les températures T, θ, θ' comprennent trois termes; le premier constant, lié à la température d'entrée; le deuxième est dû à l'écoulement du gaz, on peut constater qu'en un point de l'échangeur, la température de la paroi est beaucoup plus proche de celle du gaz intérieur, que de celle du gaz extérieur; ceci est évidemment normal puisque la résistance paroi/gaz intérieur est en gros dix fois plus faible que la résistance paroi/gaz extérieur. Le troisième terme est dû à la conductibilité longitudinale. D'après ces équations, les températures à l'entrée sont, pour l'échangeur utilisé :

Sans conductibilité	$\theta'_1 = 60,00^\circ\text{K}$
	$\theta_1 = 56,59^\circ\text{K}$
Avec conductibilité	$\theta_1 = 56,55^\circ\text{K}$

La variation de température due à la conductibilité longitudinale est donc, à l'entrée, de l'ordre de $5/100^\circ$.

Le rendement de la liquéfaction (cf. tableau 1) n'étant pas diminué de plus d'un millième, par la conductibilité longitudinale, il n'y a aucun intérêt à utiliser un métal moins conducteur de la chaleur, comme le monel ou l'acier 18-8. Ceci n'est évidemment valable que jusqu'aux températures de l'hydrogène liquide, à partir de 20°K , le cuivre pur devenant très conducteur de la chaleur, ne pourrait plus être utilisé; il est vrai qu'il suffit d'un très faible pourcentage d'impureté, pour que la conductibilité diminue avec la température au lieu d'augmenter.

10. PERTES DE CHARGE DANS LES CONDUITES

On sait que la condition de similitude de deux écoulements est l'égalité de leurs nombres de Reynolds; pour deux écoulements vérifiant cette condition, les pressions en des points correspondants doivent être dans le rapport des valeurs de $\rho \frac{u^2}{2}$. On peut donc poser :

$$P_1 - P_2 = \Psi \frac{l}{D} \rho \frac{u^2}{2}$$

Le coefficient de perte de charge Ψ est un nombre ne dépendant que du nombre de Reynolds de l'écoulement

$$\Psi = f(R)$$

Valeur du coefficient de perte de charge dans les conduites circulaires

De nombreuses expériences ont été faites pour déterminer la valeur du coefficient de perte de charge pour les différents types d'écoulements, notamment par Nikuradze [24], il en résulte que :

Pour des nombres de Reynolds inférieurs à 2.100, c'est-à-dire pour un écoulement laminaire, le coefficient Ψ vaut :

$$\Psi = \frac{64}{R}$$

La perte de charge est alors correctement représentée par la formule de Poiseuille

$$P_1 - P_2 = \frac{128 \nu l q}{\pi D^4}$$

Pour des nombres de Reynolds compris entre 2.100 et environ 10^5 , le coefficient Ψ est donné avec une approximation suffisante par la formule de Blasius :

$$\Psi = 0,3164 R^{-1/4}$$

Cas des conduites non circulaires

Les formules précédentes restent toutes valables à condition de remplacer le diamètre D par le diamètre hydraulique défini au § 8c.

II. CHOIX DES ÉCHANGEURS

Tous les échangeurs utilisés sont du type à contre-courant, le gaz chaud circulant en sens inverse du gaz froid. On définit en rendement thermique de l'échangeur, par le rapport de la variation de température prise par le gaz dans la traversée de l'échangeur, à la variation maximum qu'il lui serait possible de subir. Il est évidemment désirable d'avoir un rendement aussi élevé que possible. L'échangeur final doit avoir un rendement de l'ordre de 95 %, car il agit directement sur la fraction d'hydrogène liquéfiée. Tous les autres échangeurs peuvent n'avoir qu'un rendement d'environ 90 %, l'abaissement

du rendement se traduisant par une augmentation de la consommation d'air liquide.

La chute de pression doit être faible en basse pression; en effet une chute de pression importante augmente la pression dans la chambre de liquéfaction; elle élève donc la température de l'hydrogène liquide, sans modifier beaucoup le rendement théorique. Mais lorsqu'on fait sortir le liquide, celui-ci subit une détente dont il est aisé de voir sur le diagramme qu'elle s'accompagne d'une vaporisation d'autant plus impor-

tante qu'on part d'une pression plus élevée. On a en définitive une diminution du rendement global de liquéfaction. Nous avons limité à une atmosphère la chute de pression totale de la chambre de liquéfaction à la sortie des échangeurs.

D'après ce qui précède, on voit qu'il existe un rapport entre la perte de charge dans les conduites et la chaleur échangée. On définit l'indice de qualité de l'échangeur par le rapport :

$$n_i = \frac{\Phi}{W_m}$$

de la puissance thermique échangée à travers la conduite, à la puissance mise en jeu pour faire circuler le gaz.

La puissance mécanique correspondant aux frottements du fluide est :

$$W_m = \Delta P \cdot S \cdot u$$

Le flux de chaleur transmis vaut :

$$\Phi = \alpha S (\theta' - \theta)$$

En tenant compte de ce que $PV = \frac{R}{M} T$ pour 1 gr. du gaz, on a pour indice :

$$n_i = 0,30 \frac{\lambda^{0,7} C_p^{0,5} M^{0,05} P^2 D^{3,95} (\theta' - \theta)}{\mu^{0,75} m^{1,95} R^2 T^2}$$

Cette formule montre que pour avoir un indice grand, il est nécessaire d'avoir des tubes de grand diamètre; malheureusement, pour avoir un bon échange de chaleur, il faut alors

une grande longueur et l'encombrement devient prohibitif. Or, il est intéressant de réaliser les conditions optima de fonctionnement pour un encombrement donné du liquéfacteur. Si on fait entrer le produit lD^2 dans la constante, on peut écrire sensiblement :

$$n_i = k \frac{P^2}{l^2 m^2 T^2}$$

Nous voyons qu'il faut donc au contraire une faible longueur d'échangeur pour avoir un n_i grand. La pression intervenant au carré, n_i restera bon, en haute pression, dans de larges limites de diamètre et de longueur de la conduite; il suffit donc de concentrer son effort sur l'obtention des conditions optima, du côté basse pression seulement.

Se laissant guider toujours par les considérations d'échange de chaleur, on pourrait également envisager de placer les tubes basse pression à l'intérieur des tubes haute pression : la valeur de W_m intervenant dans l'indice de qualité est en effet, toutes choses égales d'ailleurs, proportionnel au périmètre mouillé P_m , alors que l'échange de chaleur est proportionnel au périmètre d'échange P_e de sorte qu'en définitive l'indice varie comme P_e/P_m ; ce n'est que pour des tubes intérieurs que $P_m = P_e$. Cette disposition conduirait à des tubes extérieurs très épais, donc volumineux, à grandes pertes longitudinales et longs à refroidir. Nous avons préféré réaliser les échangeurs au moyen de nombreux petits tubes intérieurs; P_e/P_m peut alors se rapprocher de l'unité. En spiralant les tubes, on peut d'ailleurs multiplier l'échange de chaleur, et la chute de pression par $1 + 3,5 \frac{d}{D}$, d étant le diamètre des tubes haute pression, D le double rayon de courbure de la spirale, et améliorer ainsi l'utilisation du volume.

calcul des échangeurs

$$Re = 1,275 \frac{q}{\mu (D+d)}$$

$$N = \frac{\alpha D}{\lambda} = 0,0179 R^{0,8}$$

$$\Delta p = 0,815 \gamma \frac{q^2 l}{P^3 (D-d)^3 (D+d)^2} = 0,243 \mu^{0,25} \frac{q^{1,75} l}{P^3 (D-d)^3 (D+d)^{1,75}}$$

DEUXIEME PARTIE

DESCRIPTION DU LIQUEFACTEUR

12. DONNÉES GÉNÉRALES

Nous avons vu que la pression en amont de la valve doit être maintenue à une valeur comprise entre 110 et 150 atm., pour donner le rendement optimum de liquéfaction (§ 4). Nous utilisons à cet effet un compresseur à membrane Corblin, d'un débit de 7 m³/heure (mesuré dans les conditions normales, pour une pression d'aspiration de 20 atm.). On sait que cet appareil conserve au gaz toute sa pureté et ne présente aucune fuite.

Nous l'alimentons avec l'hydrogène des bouteilles, c'est-à-dire que sa pression d'aspiration est non pas de 20 atm., mais varie depuis 150 atm jusqu'à une valeur que nous allons déterminer. Les fluctuations de pression et de débit correspondant à un tel régime de fonctionnement sont largement amorties par l'introduction d'une bouteille tampon (fig. 1), d'une capacité de 35 litres, montée en aval du compresseur. Un limiteur de pression introduit par le constructeur, doublé d'un limiteur électrique commandant le moteur du compresseur, permettent d'assurer que la pression aval ne dépasse jamais une valeur que nous avons fixée à 165 atm., pour un débit de 20 m³/h; cette valeur devrait être augmentée pour des débits plus grands.

$$\frac{\delta \pi}{\pi} dt = V \frac{dP}{dt} + \Delta' \frac{P}{P_0} dt$$

En intégrant, on obtient finalement :

$$P = P_0 e^{-\frac{\Delta' t}{P_0 V}} + \frac{\frac{\delta \pi_0}{V \pi_0}}{\frac{\Delta'}{P_0 V} - \frac{\delta}{\pi_0 \varphi}} e^{-\frac{\delta}{\pi_0 \varphi} t}$$

P_0 est une constante faisant intervenir la pression de fonctionnement, V le volume de la bouteille tampon et φ celui de la bouteille d'alimentation.

Pour tenir compte du limiteur de pression qui écrête la fonction P , nous avons fait une intégration graphique sur la courbe de débit (non représentée). Nous avons retranché de P la perte de charge et le résultat est représenté en définitive fig. 11.

Le système utilisé permet de maintenir la pression aval du compresseur entre 175 et 140 atm, correspondant comme on le voit fig. 11 à des pressions à la valve de 150 à 120 atm., avec un débit de 30 m³/h, pendant 17 minutes. Pendant le même temps à 20 m³/h, sans bouteille tampon, on aurait la même

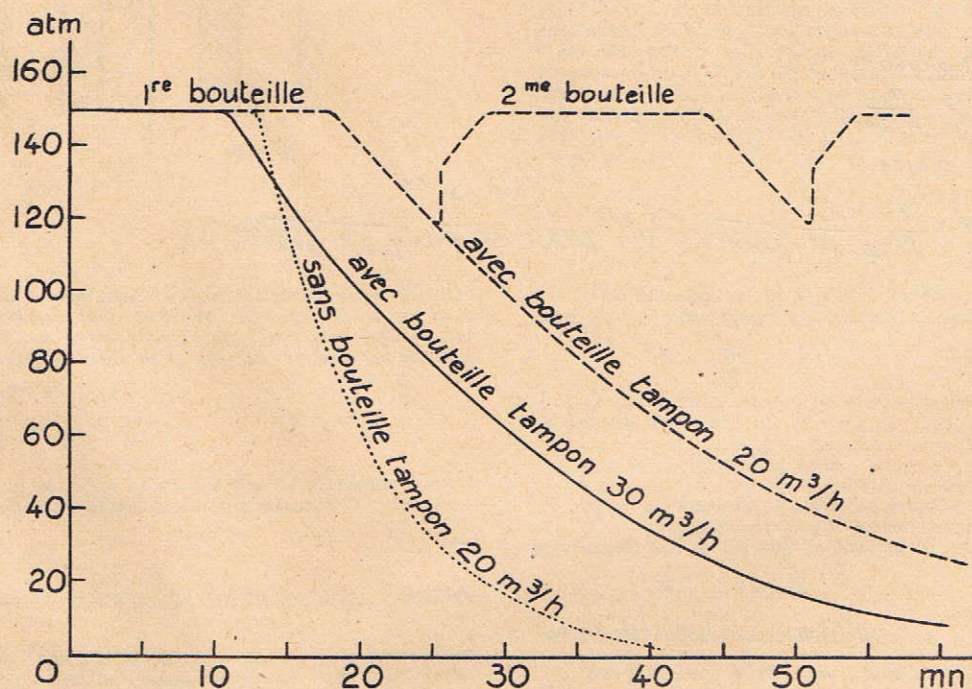


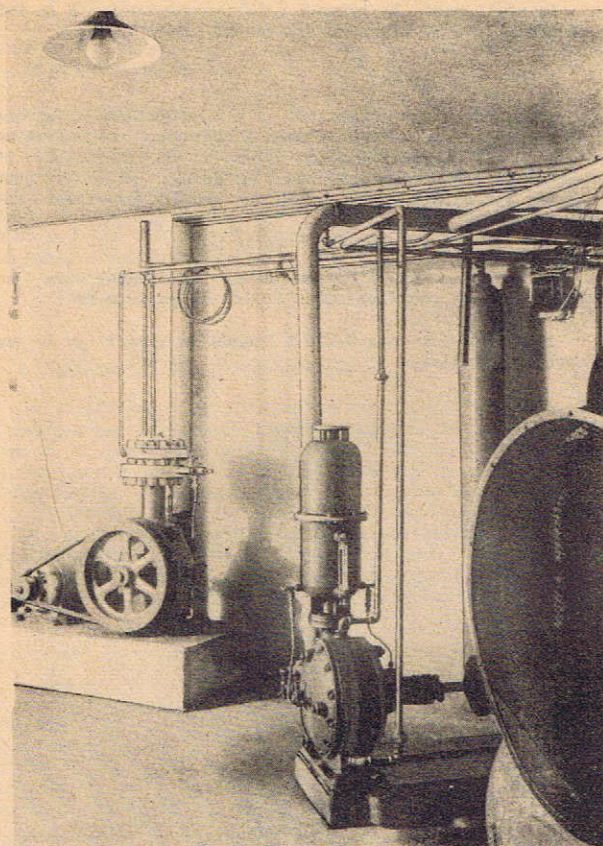
Fig. II - Variation de la pression à la valve en fonction du temps

Pour faire le calcul de la variation de pression, et donc de débit, au cours du vidage d'une bouteille, nous avons introduit quelques hypothèses simplificatrices; nous avons admis que le débit du compresseur est de la forme $\frac{\delta \pi}{\pi}$, π étant la pression d'aspiration, et que le débit de la valve de détente est proportionnel à la pression P mesurée immédiatement à l'aval du compresseur, donc est de la forme $\Delta = \Delta' \frac{P}{P_0}$. Nous obtenons ainsi deux équations différentielles :

$$\frac{\delta \pi}{\pi} dt = - \varphi \frac{d\pi}{dt} dt$$

baisse de pression à la valve. La décroissance de la pression est toujours lente (4 à 5 atm/minute). On voit tout l'intérêt du dispositif utilisé.

Les fluctuations de pression et de débit peuvent d'ailleurs être maintenues aussi petites que l'on veut, à condition de changer de bouteille assez souvent, ou de mettre en service plusieurs bouteilles (augmentation de φ). Il est très commode de réaliser avec une ou deux bouteilles des débits de 20 à 30 m³/h; si l'on voulait obtenir le débit de 50 m³/h, il faudrait faire débiter simultanément 6 ou 7 bouteilles et prévoir la



rampe d'alimentation en conséquence*. La courbe supérieure de la figure 11 met en évidence les fluctuations auxquelles on peut s'attendre au cours d'un essai : elles ont été confirmées par l'expérience.

Avec la solution que nous avons adoptée, les bouteilles sont vidées jusqu'à une pression qui est en gros proportionnelle au débit à réaliser; elle est de 45 atm. pour un débit de 20 m³/h. Entre deux essais, nous utilisons le compresseur pour récupérer cet hydrogène restant.

Le liquéfacteur a été prévu pour avoir un fonctionnement optimum à des débits de 30 m³/h. Nous avons toutefois conduit les calculs et la réalisation pratique pour qu'il puisse encore fonctionner dans de bonnes conditions à 50 m³/h. Les formules (5) et (9) permettent de vérifier que si le liquéfacteur fonctionne à 50 m³/h, il aura un rendement encore meilleur aux débits plus faibles. Il faut ne pas aller trop loin dans cette voie : à des débits trop faibles, l'écoulement cesserait d'être turbulent. Nous avons vérifié que dans tous les échangeurs utilisés, on peut descendre à 7 m³/h avec des nombres de Reynolds supérieurs à 4.000.

* Le prix d'un compresseur varie sensiblement comme son débit; la solution utilisée permettant d'obtenir aisément des débits de 30 m³/h, et exceptionnellement de 50 m³/h, avec un compresseur de 7 m³/h est particulièrement économique, car le compresseur représente déjà pour nous, près de la moitié des frais d'installation.

Fig. IIbis - Vue de la salle des machines

CHAPITRE III

PURIFICATION DE L'HYDROGÈNE

Il est indispensable, pour avoir un fonctionnement stable du liquéfacteur, d'utiliser de l'hydrogène très pur. Nous avons vu en effet que pour avoir un bon échange de chaleur, nous devons utiliser en haute pression des tubes de très petit diamètre; les moindres traces d'impureté obstruent rapide-

ment, en se condensant à basse température, les conduites et la valve de détente; après quelques sautes de pression, le liquéfacteur arrive rapidement à un arrêt complet. Le groupe de purification est donc un élément essentiel de l'installation.

13. PURIFICATION GROSSIÈRE

Nous avons prévu un premier système de purification grossière destiné à protéger les soupapes du compresseur; il se compose d'un cyclone et d'un filtre à chicanes, situés à l'entrée du compresseur.

À la sortie du compresseur, nous plaçons un refroidisseur à circulation d'eau qui ramène à l'ambiante la température de l'hydrogène comprimé; un deuxième cyclone enlève les gouttelettes d'eau condensées dans le refroidissement à haute pression.

Nous desséchons ensuite statiquement l'hydrogène par adsorption sur de l'alumine microporeuse en grains. Nous plaçons l'alumine dans deux tubes adsorbants que nous pouvons utiliser

alternativement; l'un peut être régénéré par chauffage, pendant que l'autre effectue la dessiccation. Cette régénération est réalisée par circulation de l'hydrogène lui-même, le changement de régime se faisant au moyen d'un jeu convenable de robinets.

Nous avons mis dans les tubes environ 350 gr d'alumine; en faisant adsorber à l'alumine 20 % de son poids d'eau, la quantité d'hydrogène qui pourra être séchée est d'environ 600 m³, supposés saturés à 15°C. Cette quantité d'alumine est suffisante pour faire marcher le liquéfacteur 12 heures à plein débit sans réactivation. Nous avons placé à la sortie des tubes d'alumine, un cyclone destiné à arrêter les particules solides qui pourraient être entraînées.

14. PURIFICATION PAR LE FROID

L'hydrogène sec passe dans le groupe de purification par le froid; il descend par l'espace annulaire d'un échangeur de température qui abaisse sa température aux environs de 60°K, puis dans un serpentin plongé dans l'air liquide bouillant

sous pression réduite à 62,5°K. Il entre dans un épurateur qui arrête les produits de condensation; après être passé dans le purificateur à charbon (§ 15), il remonte par les tubes intérieurs de l'échangeur de température.

a) Efficacité de la purification

La compression à basse température des gaz est le meilleur procédé de purification; il permet de séparer sous forme liquide ou solide les impuretés du gaz plus difficilement liquéfiable.

Dans le système formé par l'hydrogène et les impuretés gazeuses, on définit la concentration d'un des composants par le rapport :

$$c = \frac{p}{P}$$

La concentration d'une impureté est donc d'autant plus faible que sa tension de vapeur est plus faible, et que la pression totale est plus grande. La tension de vapeur croissant avec la température, on a intérêt à utiliser une température très basse pour la purification.

On trouve en général dans les tables les tensions de vapeur saturante des corps en l'absence d'autres gaz. Dans un mélange de gaz porté à haute pression et de vapeur, la pression partielle de celle-ci n'est pas égale à celle que l'on observe en l'absence d'autres gaz, mais lui est supérieure. C'est que, dans le système vapeur saturante-liquide, l'augmentation d'énergie due à la compression se retrouve dans la vapeur sous forme d'augmentation de tension. Ce phénomène ne commence d'ailleurs à se faire sentir que pour des pressions de l'ordre de 50 atm.

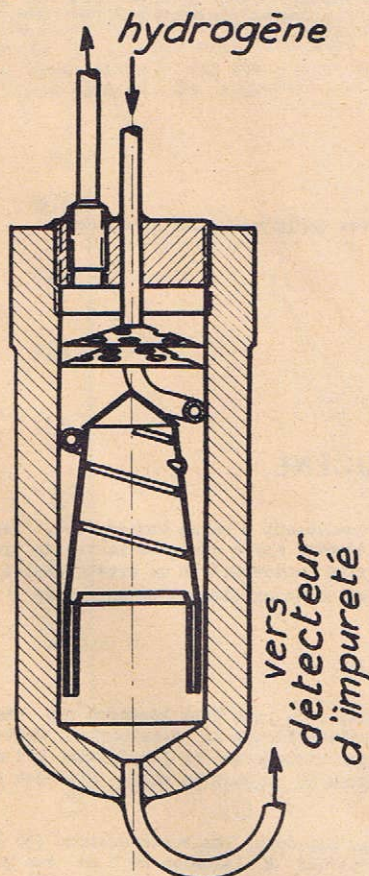


Fig. I2 - Détail du cyclone du purificateur

Poynting a donné une expression mathématique de ce phénomène [25] qui lie les pressions aux volumes moléculaires du liquide et de la vapeur

$$\left(\frac{\partial P}{\partial p}\right)_T = \left(\frac{v}{V}\right)$$

En considérant la vapeur comme un gaz parfait, nous pouvons écrire cette relation sous la forme :

$$RT \frac{dp}{p} = V_0 (1 - \chi P) dP$$

En négligeant le terme $\chi V_0 P dP$ correspondant à la faible compressibilité du liquide, nous avons en intégrant :

$$p = p_s e^{\frac{\chi P}{RT}}$$

Appliquons cette relation à l'oxygène qui représente l'impureté la plus abondante dans l'hydrogène. Le volume moléculaire de l'oxygène liquide étant de 28,1 cm³/mol., et sa tension de vapeur théorique de 7 mm de Hg, on trouve pour une pression extérieure de 150 atm. une tension de vapeur réelle de :

$$p = 16,3 \text{ mm de Hg}$$

La concentration de l'oxygène dans l'hydrogène sera, après passage dans le purificateur à froid, au maximum de :

$c = 0,014 \%$ et non $0,006 \%$ comme on aurait pu le penser d'après les tables.

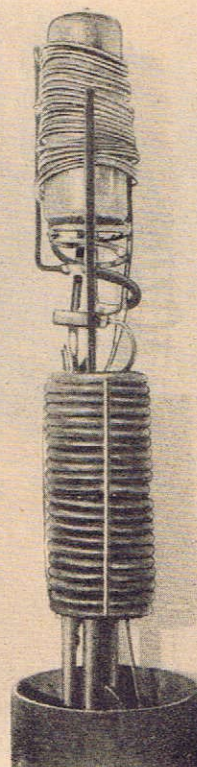


Fig. I2bis - Vue du purificateur à froid

Les gaz facilement liquéfiables sont en proportion encore beaucoup plus faible.

b) Réalisation du refroidissement

L'échangeur est constitué par 4 tubes de cuivre de diamètres $D_i = 1 \text{ mm}$, $D_e = 1,5 \text{ mm}$, montés en parallèle dans un tube de laiton de $D_i = 4 \text{ mm}$, $D_e = 6 \text{ mm}$. Les calculs nous ont conduits à prendre une longueur d'échangeur de 4 m; nous obtenons avec ces données les caractéristiques suivantes à 50 m³/h.

Nombre de Reynolds		
intérieur		$6,04 \cdot 10^4$
extérieur		$2,42 \cdot 10^4$
Températures	θ_1	293°K
	θ_2	60°K
	θ_1	279,5°K
	θ_2	73,5°K
Quantité d'air liquide vaporisé		4,2 l/h
Perte de charge, tubes intérieurs		3,5 atm
tube extérieur		2,1 atm

Le serpentin de refroidissement est formé de 3 tubes de cuivre de diamètres $D_1 = 1,5$ mm, $D_2 = 2$ mm, montés en parallèle, et ayant une longueur de 1,2 m.

c) L'épuration

L'épurateur est constitué d'un cyclone et d'un filtre à chicanes, enfermés dans un réservoir servant de collecteur des impuretés. Le cyclone est formé d'un cône à la partie supérieure duquel l'hydrogène arrive tangentielle. La paroi intérieure du cône porte une spirale servant à maintenir l'écoulement tourbillonnaire du gaz, et à guider les impuretés

recueillies jusqu'à un collecteur situé à la base du cône. Deux tubes renvoient les particules au fond du réservoir en dehors de l'écoulement du gaz. Fig. 12.

Le piège à froid arrête pratiquement toutes les impuretés; la quantité déposée étant grande, il est bon d'éliminer très fréquemment les particules ou gouttelettes recueillies, pour qu'elles ne soient pas entraînées de nouveau par le courant gazeux. Nous avons placé à la base du réservoir un tube de purge allant à un détecteur d'impureté situé à l'extérieur de l'appareil; nous pouvons ainsi doser les gaz sortant de manière à ne pas rejeter inutilement de l'hydrogène.

15. PURIFICATION PAR LE CHARBON

a) Efficacité de la purification

La purification par le charbon fait appel à l'adsorption des gaz par une substance poreuse; la grande capacité d'adsorption du charbon de bois est due à sa grande surface que l'on évalue à 2.500 m² par gramme. Les gaz facilement liquéfiables, sont, en général, adsorbés en plus grande quantité, sans que l'ordre de liquéfaction soit absolument le même que l'ordre d'adsorption. Aux basses températures les propriétés adsorbantes sont considérablement augmentées. Voici les volumes de gaz, mesurés dans les conditions normales, que peut adsorber un volume de charbon de bois pris pour unité, d'après Dewar (26).

Gaz adsorbé	0°C	- 185°C
Hélium	2	15
Hydrogène	4	135
Azote	15	155
Oxygène	16	230
Anhydride carbonique	21	190

La masse de gaz adsorbée étant proportionnelle à la masse moléculaire, la masse d'oxygène adsorbée sera 27 fois plus grande que celle d'hydrogène; on a donc une adsorption sélective ne laissant passer pratiquement que l'hydrogène. On doit utiliser une quantité de charbon suffisante, pour qu'il puisse fonctionner plusieurs heures sans se saturer; il est bon de placer environ 100 gr. de charbon de bois par bouteille d'hydrogène à purifier.

Le réservoir contenant le charbon doit pouvoir laisser passer l'hydrogène sans se boucher, donc avoir une grande section de passage; il doit de plus présenter une grande surface extérieure pour que l'échange de chaleur avec l'air liquide soit bon.

b) Transformation ortho-para

En plus de son rôle de purificateur, le charbon a un rôle de catalyseur. L'hydrogène est formé de deux genres de molécules : des molécules dont les spins nucléaires sont parallèles constituant l'orthohydrogène, ces deux molécules correspondant à des niveaux énergétiques différents. Ces deux molécules coexistent et, à une température donnée, on a un équilibre déterminé entre les deux. Les valeurs des concentrations sont données au Tableau 4 [10 p.305 et p. 273]-[27]

TABLEAU 4

Equilibre ortho-parahydrogène

T°K	% para	T°K	% para
0	100	100	38,4
20	99,8	150	28,5
40	88,5	200	25,9
75	51,7	298,1	25,0

A température ordinaire, on a sensiblement 75 % d'orthohydrogène; dans l'hydrogène liquide, soit à 20°K, on a du pa-

rahydrogène à peu près pur. La transformation ortho-para se fait très lentement mais est exothermique; si l'on ne transforme pas l'ortho en para, la composition se déplacera d'elle-même, après liquéfaction, vers la composition d'équilibre à 20°K, et on aura une vaporisation d'hydrogène liquide.

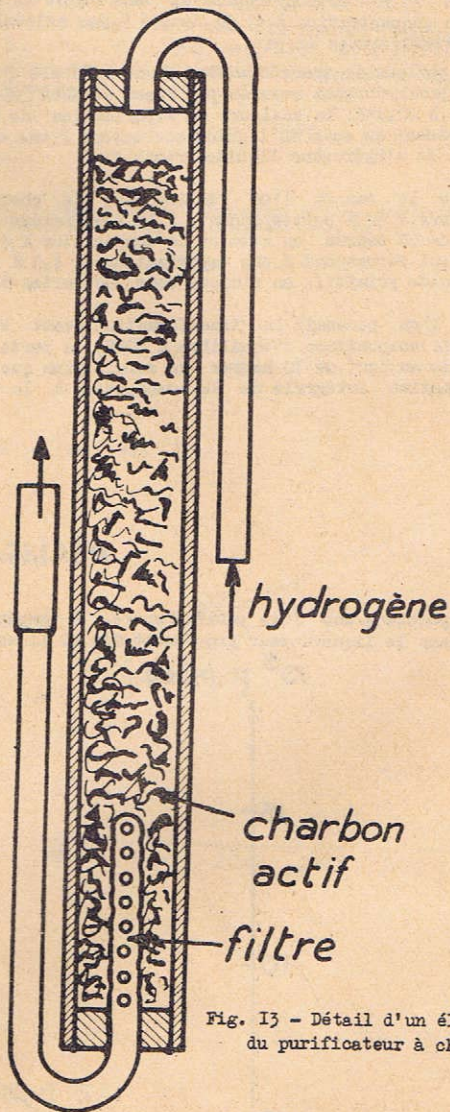


Fig. 13 - Détail d'un élément du purificateur à charbon

Pour transformer l'ortho en parahydrogène, on le fait passer sur du charbon actif à la température de l'air liquide; la chaleur de transformation se trouve dégagée dans l'air liquide au lieu de l'être dans l'hydrogène liquide.

* Avec un débit de 50 m³/h d'hydrogène, elle atteint 1 litre de liquide par heure, pour un hydrogène à 0,5 % d'oxygène.

La vitesse avec laquelle la transformation domine la composition à 100 % de para se produit dans l'hydrogène liquide à partir d'une composition donnée, est, d'après la formule due à Cremer [28]

$$-\frac{dx}{dt} = kx^2$$

Dans cette formule, x représente la concentration en % d'orthohydrogène dans le mélange, et t le temps de transformation en heures; k est une constante que Cremer a trouvée égale à $12 \cdot 10^{-5}$ avec les unités employées, cette valeur moyenne étant prise à 20,4°K sur une durée de 400 heures.

En intégrant, on a :

$$x = \frac{1}{\frac{1}{x_0} + kt}$$

x_0 étant la concentration en % de l'orthohydrogène à l'instant $t = 0$.

Sans transformation préliminaire, on part de la concentration à 75 % d'orthohydrogène et on atteint au bout de 10 heures la concentration à 69 %; donc 6 % des molécules d'ortho se sont transformées en para.

La chaleur de transformation d'une molécule d'orthohydrogène en parahydrogène mesurée par Simon et Ebbé [29] est 330 cal/mol. à 20,4°K. La chaleur de vaporisation de l'hydrogène se produisant au sein du liquide correspond à une vaporisation de 9,2 % de l'hydrogène liquide primitif.

Dans le cas où l'on réalise dans le charbon actif, l'équilibre à 50 % correspondant à la température de 77,5°K; au bout de 10 heures on atteint la composition à 47,2 % d'ortho, ce qui correspond à une vaporisation de 4,3 % de l'hydrogène liquide primitif, on diminue donc les pertes de moitié.

Si l'on poussait la transformation avant liquéfaction jusqu'à la composition d'équilibre à 60°K, la perte d'hydrogène liquide au bout de 10 heures ne serait plus que de 2 %. La transformation intégrale de la composition à la température

ordinaire, en celle à 60°K, vaporiserait une grande quantité d'air liquide; pour maintenir le vide nécessaire à l'obtention des 60°K, on devrait avoir une pompe à vide à très gros débit. On se contente en général, dans les liquéfacteurs existants, de la transformation à 77,5°K. Nous avons profité des caractéristiques de notre liquéfacteur pour faire une transformation échelonnée, d'abord de la composition normale en celle à 77,5°K, puis de 77,5°K à 63°K, cette dernière transformation étant réalisée dans le liquéfacteur même et ne risquant donc plus de rétrograder. Nous avons placé le charbon servant à la purification et à la première transformation dans le réservoir de stockage de l'air liquide, en communication directe avec l'atmosphère, évitant ainsi l'utilisation d'une pompe à vide.

c) Réalisation

Nous avons réalisé le purificateur à charbon au moyen de 12 éléments assemblés en série. Chaque élément (fig. 13) est formé d'un tube de cuivre de 20 mm de diamètre intérieur et de 30 cm de long; l'entrée se fait à la partie supérieure par un tube de 5 mm de diamètre, ce tube servant à introduire le charbon. La sortie se fait au moyen d'un tube percé de trous à sa périphérie; le charbon est ainsi arrêté à la sortie, la section d'écoulement restant grande. Ces éléments une fois pleins sont assemblés par brasure. Le purificateur ainsi réalisé peut se loger facilement, n'a pas d'épaisseur prohibitive, et donne un très bon échange de chaleur. Pour arrêter la poussière de charbon qui pourrait être entraînée, nous plaçons à la sortie du dernier élément un filtre à chicane et écoulement forcé du gaz.

L'hydrogène est pris à la sortie de l'épurateur à 62°,5K; l'échangeur l'amenant sans pertes de frigories aux 77,5°K des tubes de charbon, est formé de deux tubes concentriques servant de tubes d'aller et de retour de l'hydrogène. Les deux tubes sont en cuivre de diamètre $D_i = 2$ mm, $D_e = 3$ mm, $D_i = 4$ mm et $D_e = 6$ mm. Le tube extérieur est chromé et poli extérieurement; il est placé à l'intérieur d'un tube de cupro-nickel de $D_i = 14$ mm; l'isolation thermique de l'échangeur par rapport à l'air libre est réalisé en faisant le vide cathodique entre les deux parois.

CHAPITRE IV

RÉALISATION DU LIQUÉFACTEUR

L'hydrogène une fois purifié entre, à température ordinaire, dans le liquéfacteur proprement dit où il subit, avant

détente, trois refroidissements successifs dans des échangeurs de température.

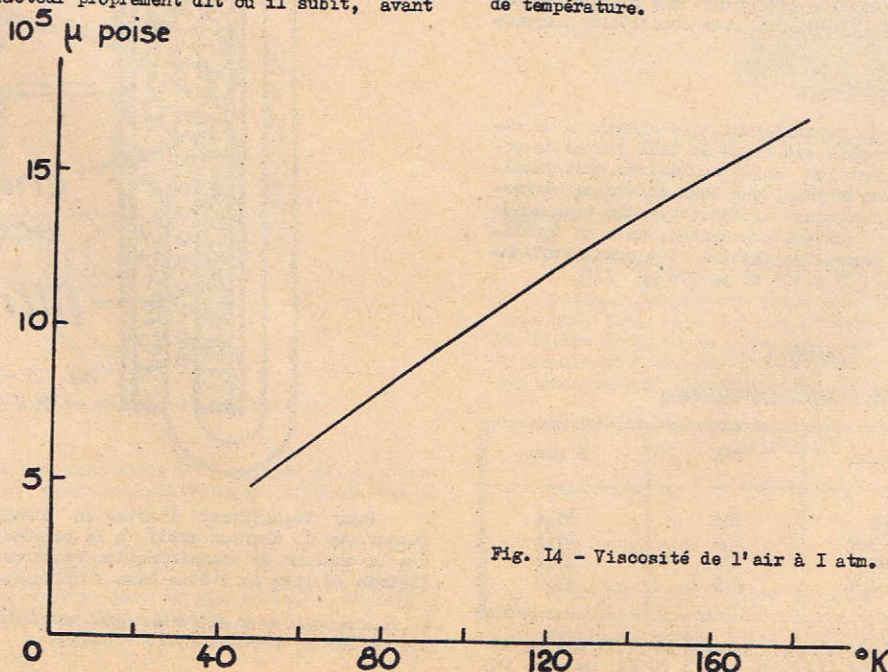
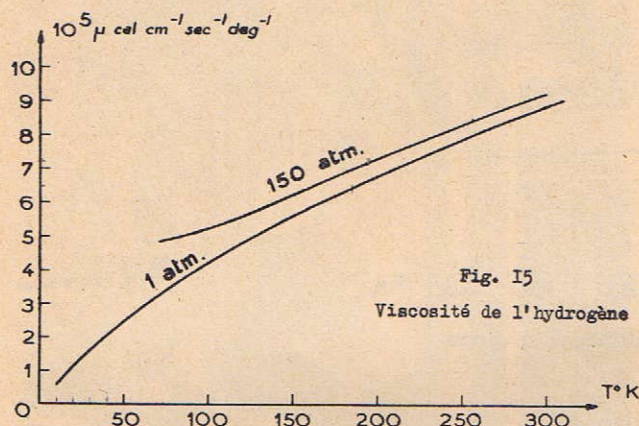


Fig. 14 - Viscosité de l'air à 1 atm.

16. CALCUL PRATIQUE DES ÉCHANGEURS

Pour avoir un bon échange de chaleur, on a vu que l'on devait avoir un écoulement turbulent; les sections d'écoulement du gaz seront donc déterminées par la condition de turbulence au plus petit débit envisagé. On connaît approximativement les températures θ_1 et θ_2 ; par application de la formule (9), on détermine l'écart de température $\Delta\theta_2$ entre le gaz sortant à θ_2 et le bain d'air liquide où il doit atteindre la température θ_2 . La quantité d'air liquide vaporisée par seconde est $\dot{Q} = q' C_p \Delta\theta_2$. Par ailleurs, comme nous le verrons, le débit



des pompes à vide étant donné, lorsque θ_2 s'abaisse, la tension de vapeur s'abaisse et la quantité d'air liquide vaporisée diminue; $\dot{Q}$ est donc une fonction $f(\theta_2)$. Il suffit d'égaliser $f(\theta_2)$ et $q' C_p \Delta\theta_2$ pour calculer la longueur de l'échangeur.

Pour le détail des calculs d'un échangeur, nous avons besoin des valeurs des constantes physiques des gaz et des liquides utilisés; nous avons représenté, en fonction de la température, fig. 14, la viscosité de l'air [12 p. 185]; fig. 15, la viscosité de l'hydrogène à 1 atm. [31] et à 150 atm., cette dernière calculée d'après les indications du Bureau of Standards [10 p. 447 et p. 451].

La fig. 16 représente la conductivité thermique de l'hydrogène à 1 atm. [12, HwII p. 1305] et à 150 atm., calculée d'après les données du Bureau of Standards [10 p. 447 et p. 451]. Nous avons reporté fig. 17 les valeurs de la conductivité thermique du cuivre [32].

À la fig. 18, nous avons réuni la chaleur spécifique de l'hydrogène à 1 atm. [10 p. 390 et p. 464], et à 150 atm., cette dernière étant calculée à partir du diagramme entropique au moyen de la formule :

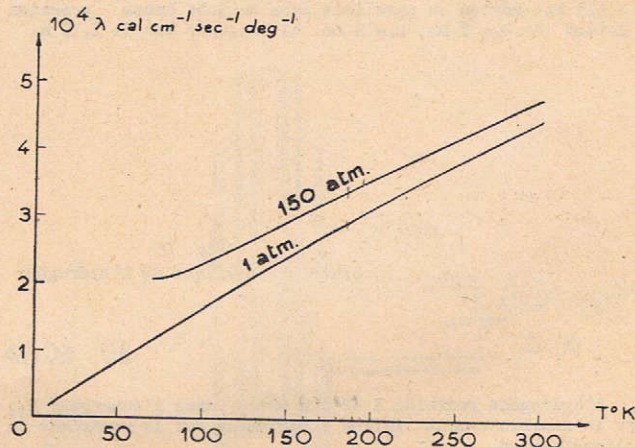
$$C_p = T \left(\frac{dS}{dT} \right)$$

* Si le débit de la pompe à vide est trop grand, θ_2 s'abaisse jusqu'au-dessous du point triple, et les échanges de chaleur ne se font plus.

17. ÉCHANGEUR E3

Nous avons utilisé pour cet échangeur le système à section variable, la section d'écoulement du gaz étant d'autant plus grande, en basse pression, que la température est plus élevée. Nous l'avons réalisé pratiquement au moyen de deux parties à section constante, avec tubes haute pression intérieurs; la partie basse température est formée de 4 tubes haute pression en cuivre de diamètres $D_i = 1$ mm, $D_e = 1,5$ mm, montés en parallèle à l'intérieur d'un tube basse pression de $D_i = 8$ mm, $D_e = 9$ mm, en laiton; la partie haute température comprend les mêmes tubes en haute pression, mais le tube basse pression en laiton a un diamètre de $D_i = 10$ mm; chaque partie a une longueur de 2 m, ce qui fait une longueur totale d'échangeur de 4 m.

Fig. 16 - Conductivité thermique de l'hydrogène



18. SERPENTIN DE REFROIDISSEMENT S2

Ce serpentin doit apporter à l'hydrogène le complément de frigorifiques nécessaires pour l'amener à la température de l'air liquide; nous l'utilisons d'autre part pour compléter la transformation ortho-para de la composition à 77,5°K à celle de la température de l'air liquide sous vide. L'hydrogène étant purifié ne peut plus encrasser le charbon actif, la

quantité de charbon à placer reste faible. Nous avons réalisé ce serpentin en enroulant en boudin deux tubes de cuivre de $D_i = 6$ mm; $D_e = 8$ mm, et de 250 cm de long, les deux tubes étant ensuite montés en parallèle. Les deux extrémités des tubes sont fermées par des filtres, nous avons placé à la sortie un cyclone arrêtant les poussières fines de charbon.

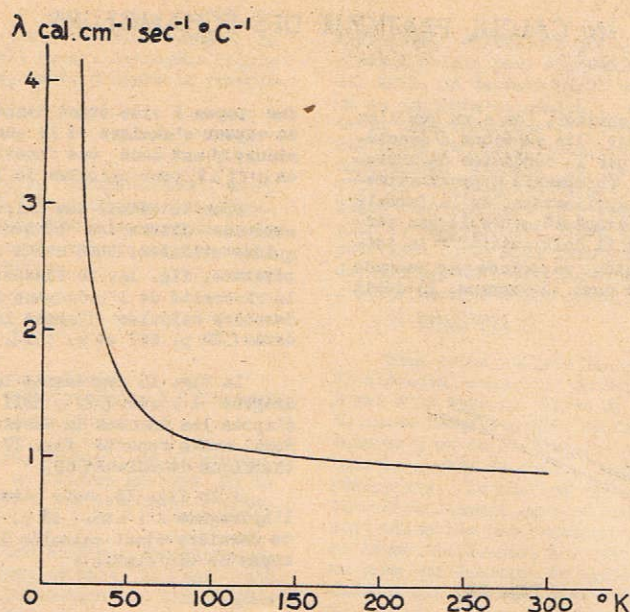
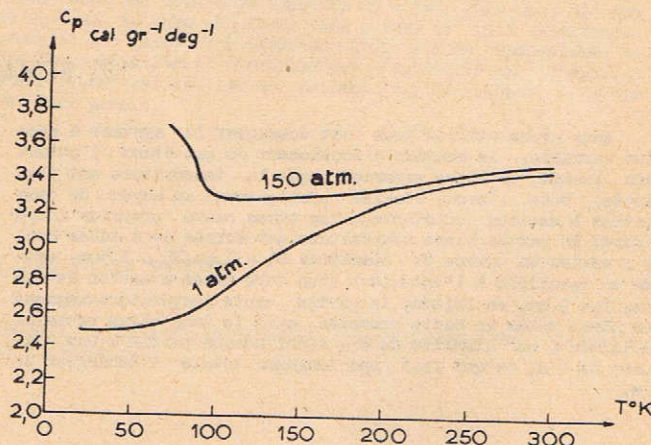


Fig. I7 - Conductivité thermique du cuivre

19. ÉCHANGEUR E4

La température de l'air liquide du récipient de transformation pouvant varier, suivant le débit de la pompe à vide et le débit d'hydrogène, entre 60 et 70°K, nous avons placé un échangeur pour amener la température de l'hydrogène à la température de l'air liquide sous bon vide. Cet échangeur est constitué de 6 tubes haute pression en cuivre de $D_i = 1$ mm, $D_e = 1,5$ mm, montés en parallèle dans un tube basse pression en laiton de $D_i = 8$ mm, $D_e = 9$ mm. La longueur est de 1,70 m.

Fig. I8
Chaleur spécifique de l'hydrogène



20. ÉCHANGEUR FINAL

L'hydrogène refroidi à 62°5 K entre dans l'échangeur E₅, dont le fonctionnement influe directement sur le rendement de la liquéfaction.

Avec un échangeur infiniment long, nous ne pourrions refroidir l'hydrogène qu'à une température de 40°K à cause de la fraction liquéfiée (cf. § 8b); nous ne pouvons donc pas avoir de liquéfaction en amont de la valve de détente. Pour avoir un très bon échange de chaleur, nous avons utilisé pour cet échangeur 8 tubes haute pression de $D_i = 1$ mm, $D_e = 1,5$ mm en cuivre placés à l'intérieur d'un tube basse pression laiton de $D_i = 8$ mm, $D_e = 9$ mm. La longueur de l'échangeur étant de 210 cm nous obtenons les caractéristiques suivantes :

Débit d'hydrogène	50 m ³ /h
Nombres de Reynolds : Tubes intérieurs	4,5.10 ⁴
Tube extérieur	2,8.10 ⁴
Températures	
θ ₁	60°K
θ ₂	41,7°K
θ ₃	56,6°K
θ ₄	20,0°K

Pertes de charge : Tubes intérieurs	1,5 atm.
Tube extérieur	0,19 atm.

Cet échangeur ayant une grosse importance pour la liquéfaction, il est bon de faire le calcul pour les petits débits. Pour un débit de 7 m³/h, nous trouvons les valeurs suivantes :

Nombres de Reynolds : Tubes intérieurs	6,3.10 ³
Tube extérieur	4,0.10 ³

Températures	
θ ₁	60°K
θ ₂	40,8°K
θ ₃	58,2°K
θ ₄	20,0°K

Pertes de charge : Tubes intérieurs	5.10 ⁻² atm.
Tube extérieur	6.10 ⁻² atm.

On vérifie bien (§ I2) que l'échangeur devient meilleur aux faibles débits; la perte de charge et la quantité d'air liquide vaporisée étant diminuées, le pourcentage d'hydrogène liquéfié est augmenté. Le nombre de Reynolds atteignant 4000, pour le débit de 7 m³/h, il est bon de ne pas descendre en-dessous.

21. TEMPÉRATURE DE L'AIR LIQUIDE

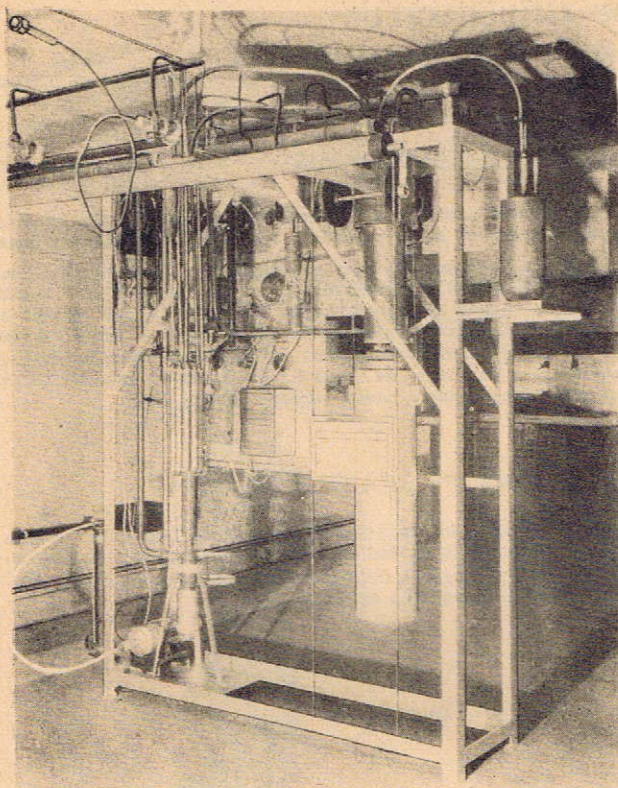


Fig. 18bis - Vue arrière du liquéfacteur

On a vu (§ 16) que la température des bains d'air liquide était fonction du débit des pompes à vide. Nous disposons pour faire fonctionner le liquéfacteur de deux pompes à vide à gros débit, l'une de $100 \text{ m}^3/\text{h}$ susceptible de donner un bon vide, l'autre de $40 \text{ m}^3/\text{h}$.

Pour la pompe de $100 \text{ m}^3/\text{h}$, la température atteinte en fonction de la quantité d'air liquide vaporisée est :

60°K	pour	10 litres/heure
63 "		19 "
66 "		32 "

Pour un débit de $30 \text{ m}^3/\text{h}$, les deux pompes étant montées en parallèle, on trouve une température de $62,5^\circ\text{K}$. Pour des débits plus importants, la pompe de $100 \text{ m}^3/\text{h}$ fait le vide en C_1 et C_2 , ce qui permet d'atteindre une température de 61°K , la pompe de $40 \text{ m}^3/\text{h}$ faisant le vide en C_2 .

Chute de pression dans les conduites de bon vide

Les pompes à vide sont situées dans la salle des machines soit à 8 mètres des enceintes sous vide. Aux basses pressions, le débit d'une pompe est particulièrement affecté par la présence des conduites, où la perte de charge est toujours plus grande, pour un débit en masse donné, qu'à la pression atmosphérique. Nous avons pris une conduite de 8 cm de diamètre pour avoir un écoulement laminaire; avec la longueur de conduite imposée, la perte de charge donnée par la loi de Poiseuille vaut $2,5.10 \text{ mm}$ de mercure. Cette perte de charge est négligeable devant la pression régnant dans l'enceinte.

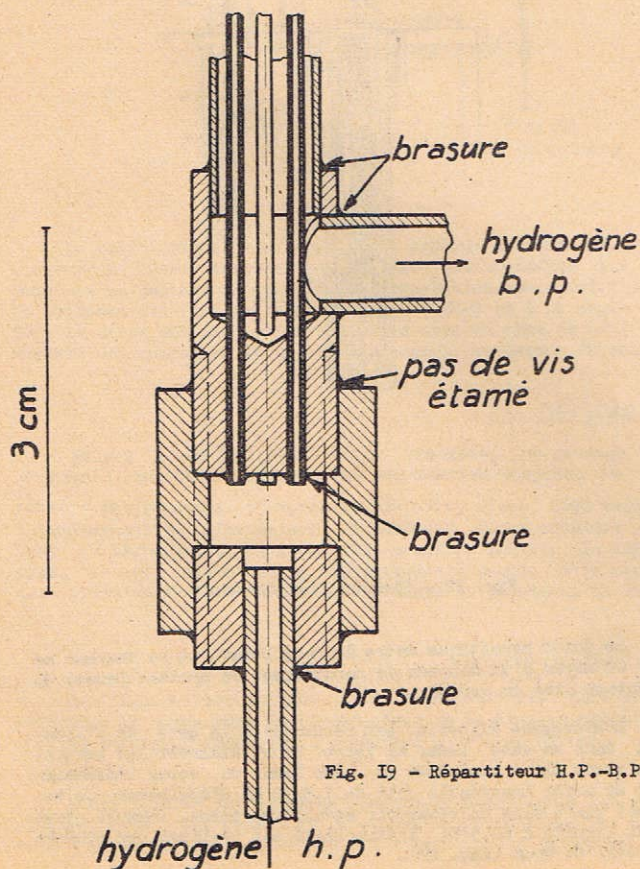


Fig. 19 - Répartiteur H.P.-B.P.

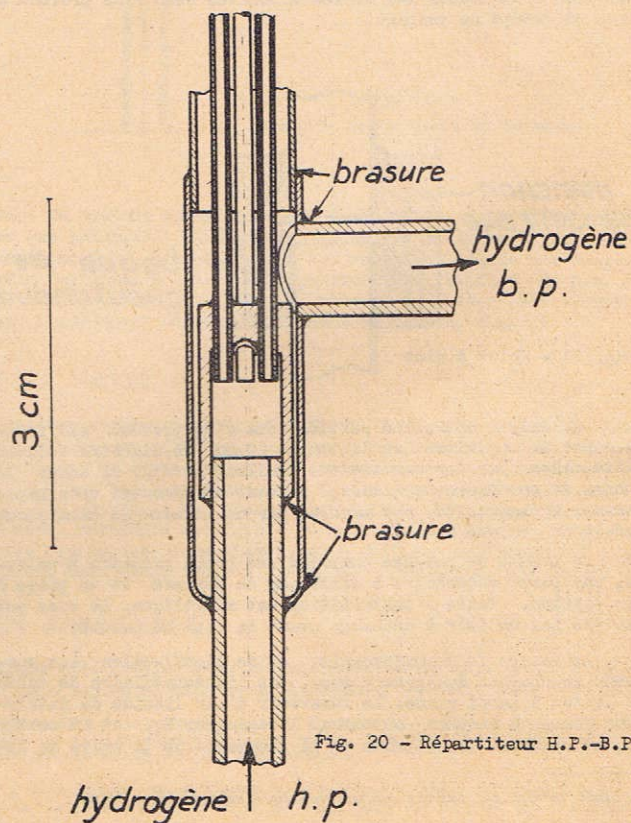


Fig. 20 - Répartiteur H.P.-B.P.

CHAPITRE V

DÉTAILS TECHNIQUES DU LIQUÉFACTEUR

22. CONSTRUCTION DES ÉCHANGEURS DE TEMPÉRATURE

Tous les échangeurs du liquéfacteur ont leurs tubes basse pression en laiton à paroi mince; il est nécessaire d'emplir l'espace annulaire d'une substance facilement fusible, avant de couder l'échangeur. Nous avons utilisé la résine, dont la basse température de fusion permet un remplissage homogène; de plus, sa grande solubilité dans l'acétone facilite beaucoup le nettoyage après cou dage.

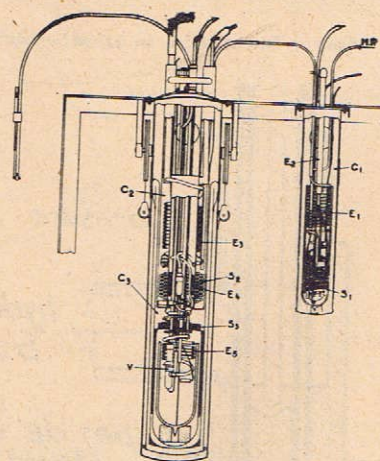
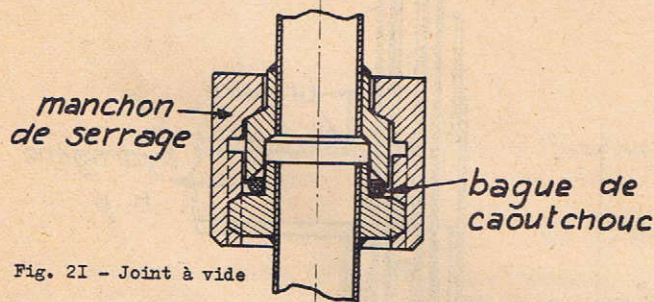
Le raccordement des tubes se fait au moyen de répartiteurs à deux chambres. Nous avons utilisé dans la construction

du liquéfacteur deux types de répartiteurs; dans chacun d'eux, les tubes basse et haute pression sont brasés à l'argent dans leur chambre respective; mais alors que dans les premiers que nous avons réalisés, l'assemblage des deux chambres se faisait par joints vissés et étamés (fig. 19), nous avons réussi à réaliser les derniers répartiteurs entièrement en tubes brasés (fig. 20). Cette dernière solution écarte les risques de fuite, les métaux à structure de cube à face centrée gardant leurs propriétés mécaniques à basse température [33][34].

23. MONTAGE ET ISOLEMENT THERMIQUE DU GROUPE DE LIQUÉFACTION

L'ensemble du liquéfacteur est placé à l'intérieur d'un grand vase Dewar métallique, servant en même temps de récipient pour l'air liquide à 62,5°K. Nous avons réalisé ce vase au moyen d'un tube de cuivre de 20 cm de diamètre, et de 2,5 mm d'épaisseur, pour la paroi extérieure, et d'un cylindre d'acier inoxydable 18-8, de 1 mm d'épaisseur pour la paroi intérieure. Pour diminuer les pertes par rayonnement, nous avons poli les surfaces en regard des deux cylindres, et placé entre les deux parois un écran en aluminium poli de 1 mm d'épaisseur. Cet écran est suspendu par trois fils de nichrome de 3/10 mm de diamètre; il est maintenu écarté des parois par un boudin à spires très espacées en fil de nichrome de 3/10 mm de diamètre. Entre les parois, nous avons brasé, au fond du réservoir intérieur, une nacelle contenant du charbon qui contribue, lorsqu'il est à la température de l'air liquide, au maintien d'un vide de l'ordre de 10^{-5} mm de Hg pendant toute la durée de l'essai. La chemise de vide est d'ailleurs en communication avec toutes les autres enceintes sous vide profond et avec un groupe de pompage.

Ce manchon est fait intérieurement de laiton de 10/10 mm et extérieurement de laiton de 3/10 mm d'épaisseur; il constitue pour l'air liquide à 62,5°K situé au-dessous un écran protecteur vers le haut très efficace.



La liaison entre les parties sous vide profond est faite au moyen de conduites en laiton de 20 mm de diamètre reliées entre elles par des connexions mobiles. La fig. 21 donne le schéma de ces raccords vissés, pouvant se démonter très rapidement; l'étanchéité est assurée par un anneau de caoutchouc enduit de graisse à vide.

Le groupe de pompage comprend une pompe primaire à palette, une pompe secondaire à diffusion de mercure et un piège à air liquide. Toute l'installation est métallique. Le vide est vérifié par un tube à décharge avant la mise en marche.

Le groupe de transformation et de liquéfaction est suspendu au chapeau du liquéfacteur, par l'intermédiaire de tubes de laiton à paroi mince. Le réservoir d'air liquide du catalyseur forme un manchon entourant l'échangeur E₄, et au centre duquel passent les siphons et la commande de la valve de dé-

Fig. 22 - Plan du liquéfacteur

Le joint hermétique entre le vase Dewar et le chapeau se fait au moyen d'un manchon de caoutchouc; ce système permet un démontage aisé du groupe.

L'hydrogène liquéfié est recueilli à la base de l'appareil dans un vase Dewar en verre. Pour diminuer les pertes, nous avons placé au-dessus du vase Dewar un écran réfléchissant en acier inoxydable poli de 1,5/10 mm d'épaisseur. Ce vase est placé dans un réservoir métallique fermé, immergé dans l'air liquide à 62,5°K; l'étanchéité est réalisée par soudure au métal de Wood (fig. 22).

*La haute tension est fournie par une machine électrostatique Félici.

24. VALVE DE DÉTENTE

Le bon fonctionnement du liquéfacteur dépend en grande partie de la valve de détente. La valve doit pouvoir travailler à 20°K et être commandée de l'extérieur; elle doit de plus permettre de régler le débit du gaz avec une pression d'environ 150 atm. d'un côté et de 1 atm. de l'autre. Il est enfin important que la valve soit faite d'un métal peu conducteur de la chaleur et de dimensions aussi faibles que possible.

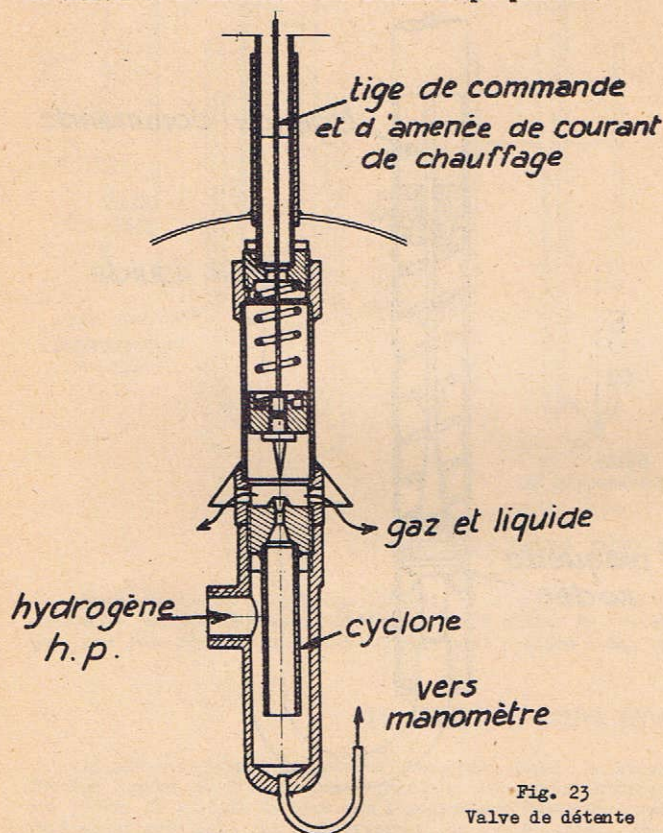


Fig. 23
Valve de détente

La valve ordinaire avec pointeau déplacé par vis ne peut convenir à basse température; il est indispensable que le pointeau se déplace uniquement par translation sans rotation. Le pointeau est fait en acier inoxydable 18-8 et à un angle de 30°, le siège est en laiton ordinaire avec un cône de 60°. Le ressort de rappel se trouve immédiatement au-dessus du poin-

teau et est fait en nichrome. La commande du pointeau se fait au moyen d'un fil de nichrome de 10/10 mm de diamètre placé à l'intérieur d'un tube de laiton; tout l'effort est transmis au tube sans que l'on ait à craindre de déformation de l'appareil.

Avant la valve et faisant corps avec elle, nous avons

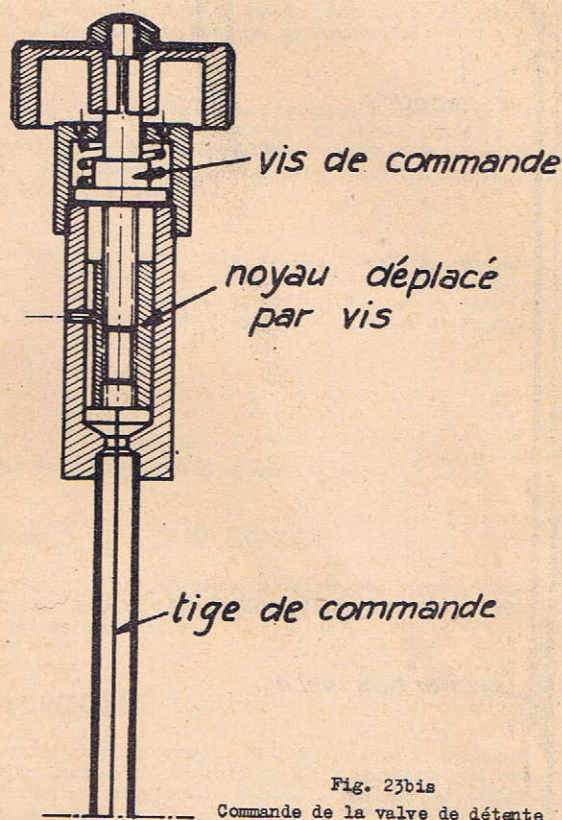


Fig. 23bis
Commande de la valve de détente

placé un cyclone devant arrêter les dernières particules solides qui pourraient détériorer la valve ou nuire à son bon fonctionnement. A la sortie de la valve est fixée une collerette destinée à séparer les gouttelettes liquides du gaz, à les rabattre vers le fond du vase et à éviter leur contact avec l'échangeur disposé légèrement au-dessus, fig. 23.

25. DÉGIVRAGE DE LA VALVE

Malgré toute la purification réalisée, un givrage du pointeau, se traduisant par une obstruction complète de la valve, est toujours à craindre. La valve étant bien isolée thermiquement de l'extérieur, il faudrait alors attendre que tout le liquéfacteur se réchauffe avant de pouvoir la dégivrer, ce qui reviendrait à interrompre l'essai. Nous avons donc prévu un système simple de chauffage du pointeau; il com-

prend une arrivée de courant à 10 cm du pointeau, sur la tige de commande en nichrome, le retour se faisant par la masse avec la valve fermée ou par le ressort avec la valve ouverte. Il suffit d'une puissance très faible pour dégivrer le pointeau; le chauffage se faisant sur le pointeau même, la masse de métal réchauffé est faible et la liquéfaction peut être reprise rapidement. Nous n'avons eu à utiliser ce dispositif que lorsque nous avons travaillé avec de l'hydrogène très impur.

26. ALIMENTATION EN AIR LIQUIDE

Le liquéfacteur utilise l'air liquide, d'une part pour refroidir la masse même du liquéfacteur à la mise en service, d'autre part pour refroidir l'hydrogène en régime normal.

L'air liquide est livré en récipients métalliques peu maniables; nous avons construit un siphon en U constitué par une double paroi de verre, argentée à l'intérieur, et enfermant un

espace vidé scellé. Nous pouvons ainsi transvaser l'air liquide sans pertes et sans avoir à déplacer le récipient. Nous em-

* Un ressort en acier indépendamment du risque de rouille, deviendrait cassant, car il a la structure du cube centré. Nous n'avons donc là aussi utilisé que des métaux cubiques à face centrée.

** La technique des basses températures requiert un important travail de verrerie. Ce siphon, ainsi que tous les vases Dewar de mesures, ont été réalisées sur place. La verrerie a été soufflée par M. Simon, verrier. Nous avons fait le vidage nous-mêmes.

plissons avec ce siphon un grand vase Dewar formant réservoir de stockage, dans lequel puisent toutes les conduites alimentant les différentes parties du liquéfacteur; nous avons en plus immergé dans ce vase les tubes de charbon de purification et de transformation (§ 15); l'alimentation est rendue automatique par un système électrique.

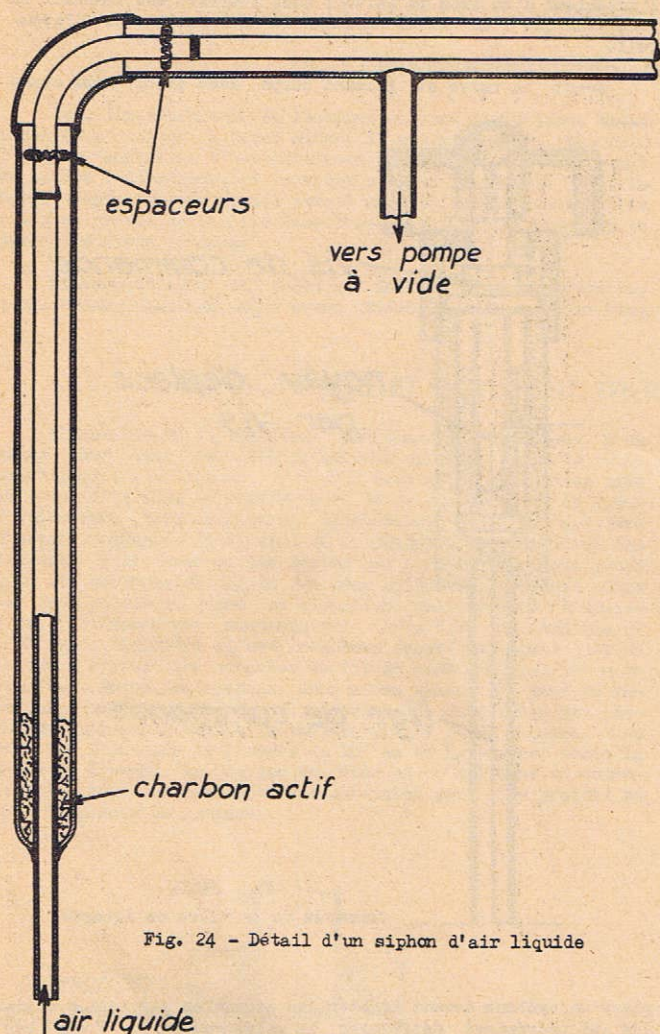


Fig. 24 - Détail d'un siphon d'air liquide

L'air liquide est ensuite transvasé du récipient de stockage dans les vases Dewar du purificateur, du catalyseur et du prérefroidisseur, au moyen de conduites métalliques à chemise de vide reliée au groupe de pompage signalé plus haut. Le tube intérieur de ces conduites est en cuivre chromé et poli extérieurement, le tube extérieur est de préférence en cupro-ni-

kel dans les parties montantes, en laiton dans la partie horizontale, les coudes à angle droit étant en cuivre; l'assemblage des différentes parties est fait par brasure à l'argent. L'écartement entre les parois est maintenu à l'aide d'espaceurs formés d'une bande mince de nichrome spiralée; nous n'avons placé de tels espaceurs que de part et d'autre des coudes, le reste du siphon étant rectiligne conserve l'écartement des tubes. A la base de chaque siphon, nous avons mis une petite quantité de charbon actif destiné, une fois plongé dans l'air liquide, à adsorber les gaz résiduels, fig. 24.

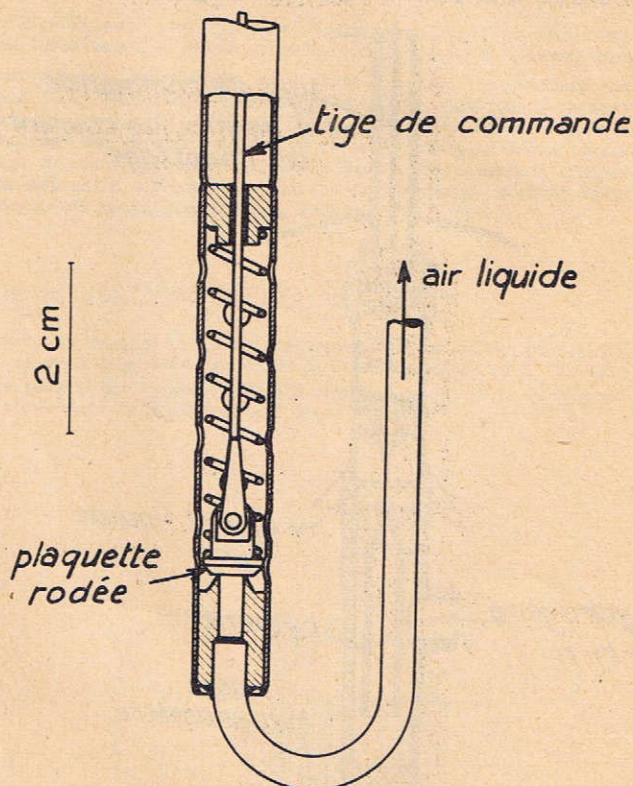


Fig. 25 - Valve d'air liquide

Les siphons débouchant dans les réservoirs sous vide, l'amorçage se fait automatiquement. A l'extrémité des siphons sont placées les valves d'alimentation; ces valves de faible encombrement sont formées d'un clapet plat en acier inoxydable 18-8, reposant sur un siège conique en laiton. L'ouverture se fait d'en haut par un fil de nichrome, le rappel est produit par un ressort de nichrome; la valve est commandée automatiquement par un relai électro-magnétique, qui maintient le niveau constant dans les vases Dewar (fig. 25).

27. RÉGLAGE DES NIVEAUX D'AIR LIQUIDE

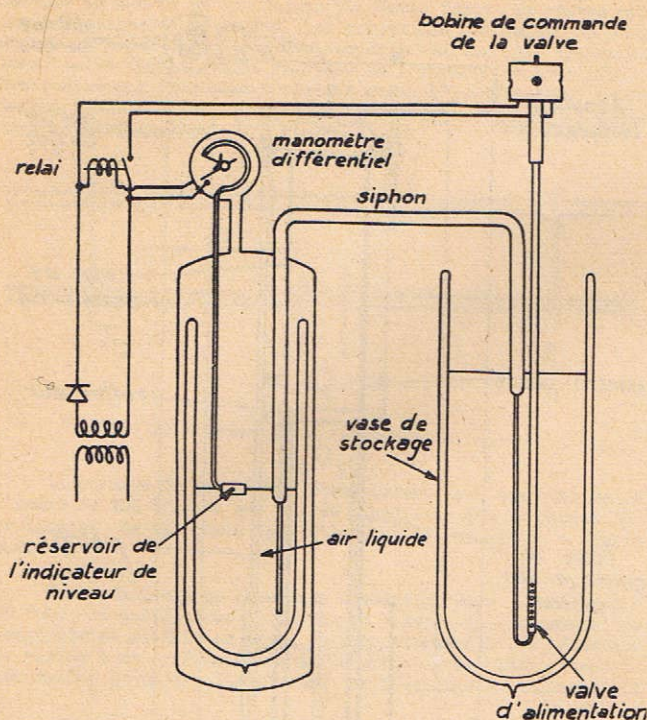
Une détermination mécanique du niveau au moyen d'un flotteur ne peut convenir, car à basse température le système risque toujours d'être arrêté par givrage; et l'on ne dispose d'aucun moyen de vérification pour les parties enfermées dans des réservoirs métalliques sous vide. Nous avons choisi une détermination du niveau par un thermomètre à gaz à volume constant. Ce thermomètre est constitué par un petit réservoir de quelques cm^3 relié à un manomètre, situé à l'extérieur, par un tube capillaire; l'ensemble est rempli d'air sous une pression absolue de $1,500 \text{ kg/cm}^2$.

Tant que le réservoir est tout à fait en dehors de l'air liquide, l'air qui s'y trouve est gazeux. Vers 100°K , la pression sera donc descendue aux environs de $0,5 \text{ kg/cm}^2$. Si au contraire le réservoir baigne entièrement dans l'air liquide, il y a liquéfaction à l'intérieur. En particulier si l'air li-

quide de refroidissement a la composition de l'air atmosphérique, il s'y établira une pression égale; soit quelques g/cm^2 pour les bains à $62,5^\circ\text{K}$, et quelques dizaines de g/cm^2 pour le bain à 63°K .

Un manomètre différentiel mesurant la différence de pression entre le réservoir et l'enceinte, tombera à zéro dès que le réservoir sera immergé. Il suffit de le munir d'un contact électrique pour arrêter l'alimentation en air liquide, fig. 26.

Nous avons réalisé un manomètre différentiel, en plaçant un manomètre ordinaire dans un boîtier métallique fermé par une glace, et mis en communication avec l'enceinte. L'aiguille et le contact fixe sont en platine.



Nous obtenons ainsi une déviation importante du manomètre aussitôt que le réservoir du thermomètre arrive au contact de l'air liquide; mais il faut aussi que le manomètre reprenne rapidement sa position initiale dès que le réservoir quitte l'air liquide. En d'autres termes, il faut que le gaz contenu dans le réservoir se réchauffe rapidement; nous réalisons pour cela le tube du thermomètre en métal bon conducteur de la chaleur. La résistance thermique métal/gaz reste grande devant la résistance thermique longitudinale du tube, et le thermomètre, dans le gaz, indique une température supérieure à l'ambiante. Lorsqu'il est plongé dans le liquide, la résistance métal/liquide devient plus faible que la résistance longitudinale du tube, et le réservoir indique la température réelle du liquide.

On peut ainsi régler la déviation du manomètre correspondant au passage du réservoir du voisinage immédiat de l'air liquide, au liquide lui-même, et l'inertie de l'indicateur de niveau, uniquement par la résistance thermique du tube reliant le réservoir au manomètre.

L'appareil fonctionne encore quand la composition de l'air liquide n'est pas celle de l'air atmosphérique; nous réglons d'ailleurs l'index de contact non pas au zéro de pression, mais à une valeur de quelques dizaines de grammes.

Fig. 26

Schéma de l'alimentation en air liquide

28. DÉTERMINATION DES TEMPÉRATURES DE L'AIR LIQUIDE

Nous utilisons un mélange d'azote et d'oxygène dont la courbe de tension de vapeur diffère peu de celle de l'azote pur. Les deux réservoirs à air liquide sont reliés à des va-

cuomètres qui nous donnent la tension de vapeur, donc la température. Nous vérifions celle-ci au moyen de couples placés près des serpentins.

29. MESURE D'UN NIVEAU D'HYDROGÈNE LIQUIDE

Il est intéressant de savoir d'une part quand la liquéfaction commence, d'autre part quand le réservoir intérieur est plein. Il fallait de plus que l'indicateur fonctionne sans étalonnage préalable au premier essai de liquéfaction. Nous avons placé un thermomètre à résistance comme indicateur de température de l'hydrogène après détente, et un thermomètre à tension de vapeur à hydrogène comme indicateur de niveau: ce dernier étant identique à ceux que nous avons décrits au § 27, pour l'air [35,36].

Cet indicateur de niveau doit donner une déviation notable lorsqu'il touche l'hydrogène liquide; à ce moment, et pourvu que la pression préalable y soit suffisante, il y a li-

quéfaction à l'intérieur. On passera donc brusquement d'une pression absolue de l'ordre du 1/13^e de celle qui règne dans le réservoir à température ordinaire (le 1/6^e en tenant compte du volume mort), à une pression de l'ordre de celle qui règne dans le réservoir du liquéfacteur, soit 1 atm. relative, ou 2 atm. absolue.

Pour qu'il y ait chute de pression, il faut que la pression de remplissage ait été suffisante. Un calcul simple, basé sur l'hypothèse que l'hydrogène est un gaz parfait, hypothèse justifiée par le réseau d'isothermes [10, p. 397], et tenant compte des volumes morts, montre que la pression de remplissage de 15 atm. absolues à 290°K que nous avons adoptée répond à cette condition.

30. MESURE DE LA PURETÉ DE L'HYDROGÈNE

Le détecteur d'impureté utilisé dans le liquéfacteur doit permettre une mesure très rapide de la composition du gaz contenu dans le réservoir du piège à froid, dans lequel s'accumulent les impuretés. Cette mesure doit non pas donner le pourcentage d'impureté de l'hydrogène sortant du purificateur, cette teneur étant de quelques dix millièmes serait très longue à mesurer, mais de doser le gaz rejeté avec le liquide condensé dans le piège, gaz qui contient plusieurs dixièmes d'impuretés.

Nous avons trouvé que la méthode remplissant le mieux ces conditions avec les moyens dont nous disposons, est la mesure de la vitesse du son dans le gaz. Pour avoir une plus grande précision, nous utilisons une méthode de résonance d'une colonne de gaz contenue dans un tube de longueur variable. La vitesse du son étant en gros inversement proportionnelle à la racine carrée de la masse moléculaire du gaz, les diverses impuretés donnent des vitesses voisines, et nettement séparées de celle de l'hydrogène; cette vitesse est par exemple à 18°C

de 343,4 m/s dans l'air sec et de 1301 m/s dans l'hydrogène [37-38].

L'avantage de cet appareil est d'avoir une sensibilité d'autant plus grande que la teneur en gaz lourd de l'hydrogène est plus faible. La présence de 1% d'oxygène dans l'hydrogène fait passer la vitesse de 1301 à 1290 m/s; ceci se traduit sur notre appareil par un déplacement du piston de 2,3 mm.

Le détecteur d'impureté est formé d'un cylindre de laiton de 30 cm de long et de 5 cm de diamètre. Nous engendrons les vibrations dans le tube contenant le gaz au moyen d'un écouteur téléphonique excité par une tension de fréquence fixe d'environ 2.000 Herz; la résonance est obtenue en déplaçant un piston dans le tube. Un index solidaire du piston permet de repérer la longueur du tube, donc de déterminer la masse moléculaire du gaz. L'écouteur téléphonique dont l'impédance est surtout selfique, est monté dans un pont de Wheatstone alimenté sous la tension alternative à 2.000 Herz. Le pont est équilibré

bré au moyen de self et de résistance fixes lorsqu'il n'y a pas résonance; à la résonance, l'impédance de l'écouteur devient beaucoup plus grande et le pont se trouve déséquilibré, fig. 27.

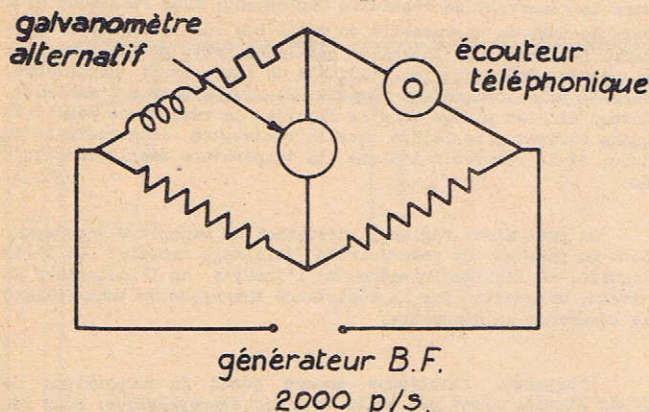


Fig. 27 - Schéma du montage électrique du détecteur d'impureté

L'hydrogène, à cause de sa faible masse moléculaire, nécessite une énergie plus faible pour entrer en vibration, qu'un gaz lourd comme l'air, et la résonance est beaucoup plus difficile à mettre en évidence. Le générateur Basse Fréquence utilisé permet de régler la tension d'attaque, pour avoir des vibrations d'amplitude convenable.

Le volume du gaz contenu dans le corps du détecteur d'impureté doit rester constant lorsqu'on déplace le piston, pour qu'il n'y ait pas de dépression ou de surpression produite. Le tube support du piston plonge dans un bain d'huile très fluide, qui maintient automatiquement la constance du volume. Pour éliminer les vibrations parasites qui pourraient prendre naissance en arrière du piston, nous avons placé, dans le corps du tube support, de la toile métallique grossière, et à ses extrémités internes un feutrage épais. Le joint entre le cylindre et l'écouteur est en caoutchouc pour éviter un couplage trop serré entre les deux, donnant naissance à des vibrations du corps de l'appareil, fig. 28.

Un très faible débit d'hydrogène passe en permanence dans l'appareil, pour que le tube entier soit bien rempli par le gaz à étudier au moment de la mesure. Il est bon d'arrêter ce débit pendant la mesure pour ne pas provoquer de variations de pression, mais ceci n'est pas nécessaire pour une mesure approchée. On peut donc avoir un dosage approché permanent du gaz et un dosage très précis intermittent; la fréquence des mesures pouvant d'ailleurs être très grande.

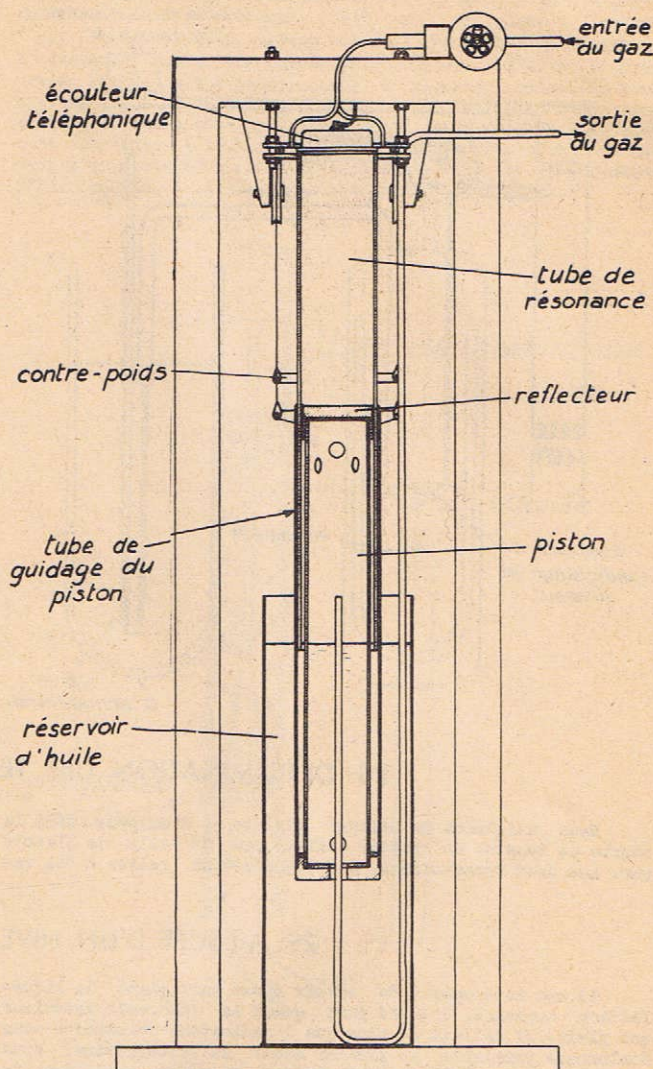


Fig. 28 - Ensemble du détecteur d'impureté

31. MESURE DES DÉBITS

Il est nécessaire de pouvoir mesurer le débit d'hydrogène en haute pression et en basse pression pour déterminer la fraction d'hydrogène liquéfiée.

Les débitmètres usuels utilisent la mesure de la chute de pression créée par le passage du fluide à travers un orifice en paroi mince ou un tube de Venturi. En pratique, ces méthodes ne peuvent convenir ici : la faible densité de l'hydrogène nécessiterait un rétrécissement important pour avoir une mesure simple; en haute pression, il serait difficile de réaliser un système suffisamment résistant et étanche. On réalise un débitmètre remplissant ces conditions au moyen d'une méthode thermoelectrique, fonctionnant de la manière suivante [39-40]: Si l'on fournit au gaz une énergie calorifique Q à travers la paroi de la conduite, fig. 29, et que l'on mesure la température du gaz avant et après l'échange de chaleur, la différence des températures ainsi mesurée varie avec le débit et permet de mesurer celui-ci. Nous avons :

$$Q = q C_p \Delta T$$

Supposons les pertes par conduction le long du tube et par rayonnement nulles; en utilisant un chauffage électrique,

l'énergie calorifique est proportionnelle à l'énergie électrique W , donc :

$$q = \frac{1}{J C_p} \frac{W}{\Delta T}$$

Nous voyons d'après cette équation que nous pouvons, soit maintenir la différence de température ΔT constante, et mesurer l'énergie fournie qui est proportionnelle au débit, soit maintenir l'énergie constante et lire la différence de température qui est inversement proportionnelle au débit.

La première méthode donne une loi linéaire mais nécessite un réglage de la puissance fournie; la capacité calorifique de l'hydrogène étant faible, il faut faire passer une masse de gaz importante dans l'appareil de mesure avant qu'il ait atteint son état d'équilibre. Il est alors nécessaire de maintenir le système constamment équilibré au moyen d'un réglage électronique complexe. Nous avons préféré utiliser la deuxième méthode; la loi de variation est hyperbolique, mais le débitmètre ayant constamment sa température de régime permet une mesure immédiate.

Théoriquement, pour un débit nul la différence de température est infinie; si l'on trace la courbe réelle de varia-

tion de la différence de température en fonction du débit, on obtient la courbe de la figure 30. Cette forme de courbe est due à l'existence de pertes. Les pertes par conduction le long du tube tendent à égaliser les températures des deux thermomètres, cette égalité étant réalisée en l'absence de tout débit; les pertes par rayonnement variant comme T^4 , deviennent rapidement considérables lorsque la température s'élève et limitant cette élévation.

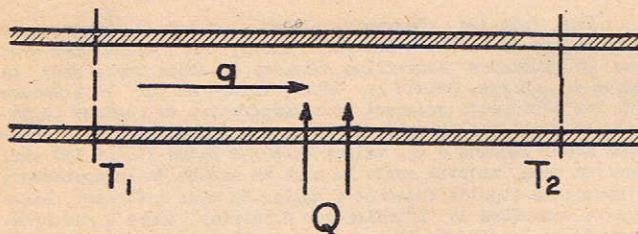


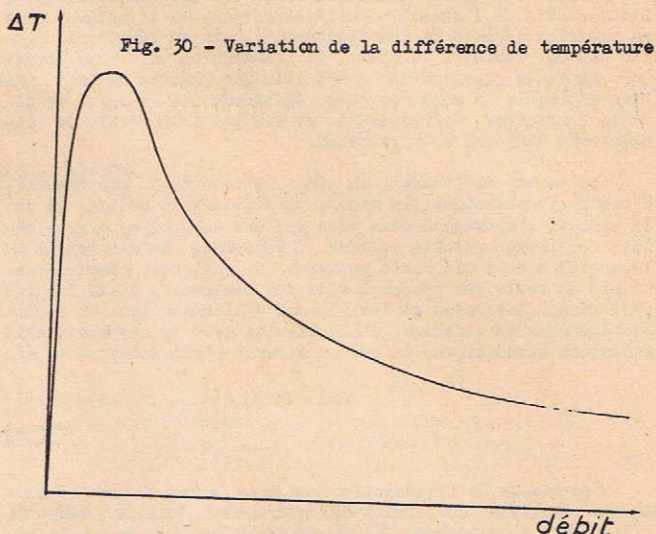
Fig. 29 - Principe de la mesure de débit

Le maximum de la courbe étant obtenu pour des débits de l'ordre de 100 l/h, on est sûr de n'utiliser que la partie décroissante de la courbe dans l'intervalle de mesure à réaliser.

Nous utilisons un chauffage électrique dans la masse même du tube, ce qui diminue l'inertie de l'appareil. La mesure des températures se fait au moyen de deux thermomètres à résistance reliés à un galvanomètre différentiel. Les indications du débitmètre dépendent directement de l'échange de chaleur, il

résistances sont placées à 2,5 cm des extrémités des tubes de mesure.

Le débitmètre est placé dans un carter maintenant les enroulements de mesure à l'abri des courants d'air extérieurs.



La température prise par le gaz est inversement proportionnelle à la chaleur spécifique; l'échange de chaleur dépend lui-même principalement de la viscosité du gaz; l'appareil est

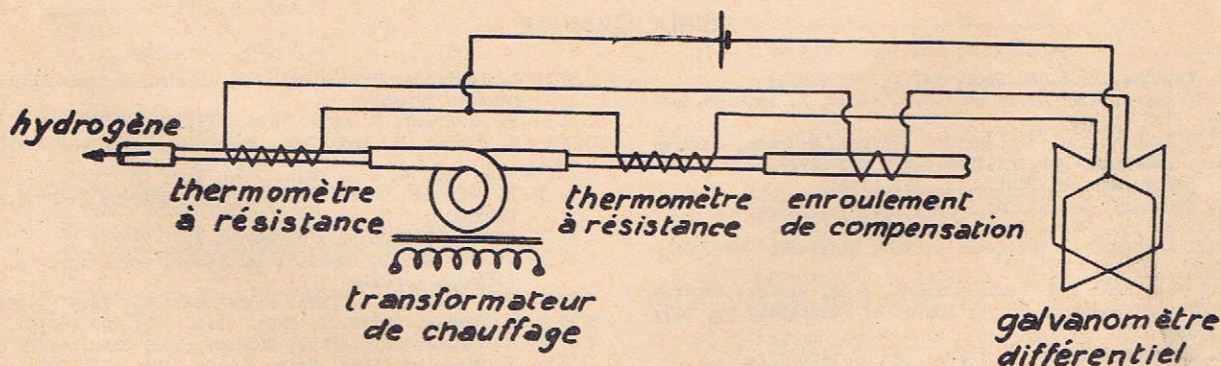


Fig. 31 - Schéma de montage du débitmètre

faut que le régime d'écoulement reste le même pour toute l'échelle des débits, soit de 1 m³/h à 50 m³/h. Il est indispensable d'avoir une conduite de petit diamètre pour que l'écoulement soit toujours turbulent. Nous avons réalisé le débitmètre avec un tube de chauffage en cuivre de : D_i = 2 mm, D_e = 4 mm et de 18 cm de long; pour diminuer les pertes par rayonnement, nous avons poli soigneusement le tube.

Si l'on fait le calcul des températures le long du tube en tenant compte de la conductibilité longitudinale, calcul du même type que celui vu au paragraphe 9, pour les échangeurs, on trouve que la variation de température du tube due à la conductibilité longitudinale est pratiquement amortie au bout de 2 cm, même pour du cuivre, alors que la variation de température du gaz se fait encore sentir au bout de 15 cm. Les tubes de mesure sont donc en cuivre de D_i = 1,5 mm, D_e = 2 mm, et de 12 cm de long chacun. Les thermomètres à résistance sont faits en fil de cuivre de 1/10 mm de diamètre isolé soie, l'ensemble étant ensuite imprégné de vernis pour réaliser une résistance thermique faible entre tube et fil de mesure; les

donc influencé par les variations de la température du gaz et par la pression. D'après les courbes de variation des constantes physiques de l'hydrogène en fonction de la pression et de la température, on voit que ces variations restent très faibles en fonction de la pression puisqu'on reste toujours aux environs de 150 atm. Nous avons compensé l'influence de la température, en plaçant un enroulement de correction dans le circuit du galvanomètre; cet enroulement doit être constitué d'un métal à grand coefficient de variation de résistance en fonction de la température fig. 31. Nous avons pris le même fil que pour les enroulements de mesure.

Nous avons prévu, pour augmenter la précision des lectures, deux échelles de sensibilité : de 1 à 10 m³/h et de 10 à 50 m³/h, le passage d'une sensibilité à l'autre se faisant en changeant la tension de chauffage. Le débitmètre que nous avons réalisé suit les variations de débit avec une inertie ne dépassant pas quelques secondes même aux faibles débits. Il donne de plus une indication permanente, sans système électronique complexe de réglage.

CONDUITE D'UN ESSAI DE LIQUÉFACTION

Avant tout essai de liquéfaction, il est bon de vérifier l'étanchéité de l'ensemble du liquéfacteur, en le mettant sous sa pression normale de fonctionnement, puis en vérifiant, toutes valves fermées, la chute de pression en un temps donné; une chute de pression de 2 à 3 atm. par minute ne doit pas être dépassée. On doit vérifier également que la valve de détente fonctionne correctement, et que les indicateurs de niveau sont toujours sous pression.

Au début de l'essai, on fait le vide dans les chemises d'isolement thermique. Le vide cathodique étant obtenu, on met le circuit d'hydrogène sous vide sur une des pompes à gros débit; on laisse ensuite entrer l'hydrogène, en maintenant un léger débit sous une haute pression de quelques atmosphères. On met en route les pompes à vide des réservoirs d'air liquide pour sécher les vases et les siphons d'alimentation. On emplit le réservoir de stockage d'air liquide avec le système d'alimentation automatique. On met en circuit l'alimentation en air

liquide du purificateur et du liquéfacteur. Le purificateur et le réservoir de transformation sont pleins en 10 mn environ; le réservoir de refroidissement à 60°K demande environ 15 mn pour être refroidi et rempli.

Une fois les réservoirs pleins, on met le compresseur d'hydrogène en marche à son plein débit, en l'alimentant avec une ou plusieurs bouteilles suivant le débit recherché; la perte de charge, grande au début, baisse au fur et à mesure que les échangeurs prennent leur température de régime; le débit est réglé par la valve de détente pour maintenir la pression avant détente à une valeur comprise entre 130 et 150 atm. Environ cinq minutes après la mise en marche du compresseur, l'hydrogène liquide commence à emplir le vase intérieur. Lorsque le manomètre de l'indicateur de niveau tombe à une pression égale à celle de l'enceinte, on peut transvaser l'hydrogène dans un vase de mesure, ou dans un vase Dewar double permettant de le conserver.

CONCLUSION

Les essais de liquéfaction que nous avons faits ont donné des résultats confirmant nos prévisions. Pour un débit de 21 m³/heure d'hydrogène, nous avons trouvé à la valve de détente une pression amont de 130 atm. et aval de 200 g/cm². La quantité d'air liquide vaporisée dans ces conditions était de 17 à 18 litres/heure, pour une quantité d'hydrogène liquide produite de 4 à 6 litres/heure, la consommation théorique étant de 14 litres/heure.

Les difficultés d'approvisionnement en hydrogène pur et les besoins actuellement réduits du Laboratoire (le grand débit d'hydrogène nous sera nécessaire pour liquéfier l'hélium) ont fait que nous avons jusqu'ici limité les essais à ces débits.*

Les rendements et les pertes de charge observés nous ont montré que les prévisions théoriques se vérifiaient parfaitement dans ces conditions.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] - P. Kapitza, Proc. Roy. Soc., **147 A**, 189 (1934)
- [2] - F.G. Keyes, H.T. Gerry et J.F.G. Hicks, J. Am. Chem. Soc., **59**, 1426 (1937)
- [3] - L.C. Jackson, Low temperature physics, Mathuen, Londres
- [4] - H.A. Fairbank, Rev. Sci. Inst., **17**, 473 (1946)
- [5] - C. Starr, Rev. Sci. Inst., **12**, 193 (1941)
- [6] - M. Ruhemann, Zeits. f. Phys., **65**, 67 (1930)
- [7] - B.V. Rollin, Proc. Phys. Soc., **48**, 18 (1936)
- [8] - J.E. Ahlberg, I. Estermann et W.O. Lindberg, Rev. Sci. Inst., **8**, 422 (1937)
- [9] - Roberts, Heat and thermodynamics, 3 éd. Blackie, Londres
- [10] - Journ. of Research of the Bureau of Standards, **41**, 445, (1948)
- [11] - W. Meissner, Zeits. f. Phys., **18**, 12 (1923)
- [12] - Landolt-Börnstein, Physik. Chem. Tabellen, Erg. III p. 2432
- [13] - Landolt-Börnstein, Hw II, 1336 et Erg. III, 2433
- [14] - Herrik, Johnston, Irving, Bezman et Hood, J. Amer. Chem. Soc., **68**, 2572 (1946)
- [15] - W. H. Mac Adams, Heat transmission, Mc Graw Hill, New-York, (1942)
- [16] - R.B. Jacobs et S.C. Collins, J. Appl. Phys., **11**, 491, (1940)
- [17] - E. Brun, La France Energétique, **4**, 137 (1945)
- [18] - M. Veron, Cours de Phys. Industr. Ecole Centrale
- [19] - Vernotte, Thermocinétique, Publ. Sci. et Techn.-Ministère de l'air (1949)
- [20] - R. Legendre, Transmission de la chaleur en régime permanent, Dunod.
- [21] - W. Elenbaas, J. Appl. Phys., **19**, 1148 (1948)
- [22] - G. Ribaud, E. Brun, Mém. Soc. Phys. Fasc. I, (1948)
- [23] - T.A. Hall et P.H. Tsao, Proc. Roy. Soc., **191**, 6, (1947)
- [24] - A. Fortier, Cours d'hydraulique générale de l'E.N.S.E.H. Grenoble
- [25] - Ledoux, L'Industrie Chimique, **272** (1936)
- [26] - Strong, Modern Physical Laboratory practice, p. 105, Blackie, Londres
- [27] - W.F. Giauque, J. Amer. Chem. Soc., **52**, 4819 (1930)
- [28] - E. Cremer, Zeits. f. Phys. Chem., **28**, 199 (1935)
- [29] - F. Simon et G.V. Ebbe, Zeits. f. Phys. Chem., **6**, 79 (1929)
- [30] - F. Simon et Laue, Zeits. f. Phys., **15**, 312 (1923)
- [31] - Landolt-Börnstein, Erg. II, 142, et Hw. I, 175
- [32] - International critical tables, **2**, 221
- [33] - R.I. Jaffee, E.J. Minarcik et B.W. Gonser, Metal Progress, **54**, 843 (1948)
- [34] - Druyvesteyn, Appl. Sci. Res., **A1**, 66
- [35] - G. Ribaud, Mesure des températures, Armand Colin
- [36] - K. Mendelssohn, Zeits. f. Phys., **75**, 482 (1931)
- [37] - A. Wood, Acoustics, Blackie, Londres
- [38] - G.W.C. Kaye et G.G. Sherratt, Proc. Roy. Soc., **141**, 123, (1933)
- [39] - L. Vadot, Cours de mesures hydrauliques de l'E.N.S.E.H. à Grenoble
- [40] - J.H. Laub, Electrical Engineering, **66**, 1216 (1947)

* L'hydrogène liquide produit a déjà servi à mesurer des champs coercitifs (L. Weil, C.R. 228, 1949, p. 1581, et L. Weil, C.R. 229, 1949, p. 584) et à des mesures de saturation.

TABLE DES MATIÈRES

	Pages		Pages
Introduction	3	I4 - Purification par le froid :	
Préliminaire	3	a) Efficacité de la purification	I6
		b) Réalisation du refroidissement	I7
		c) L'épuration	I8
1ère PARTIE		I5 - Purification par le charbon :	
Chapitre I - Théorie de la liquéfaction	4	a) Efficacité de la purification	I8
1 - Notations	4	b) Transformation ortho-para	I8
2 - Abaissement de température à la détente	5	c) Réalisation	I9
3 - Rendement de la liquéfaction	5	Chapitre IV - Réalisation du liquéfacteur	I9
4 - Détermination des conditions de liquéfaction..	6	I6 - Calcul pratique des échangeurs	20
Chapitre II - Théorie des échangeurs	8	I7 - Echangeur E	20
5 - Transmission de la chaleur :		I8 - Serpentin de refroidissement	20
a) par conduction	8	I9 - Echangeur E	2I
b) par convection	8	20 - Echangeur final	2I
6 - Détermination du coefficient de convection ...	9	2I - Température de l'air liquide	22
7 - Formule pratique	IO	Chapitre V - Détails techniques du liquéfacteur	23
8 - Calcul des échangeurs :		22 - Construction des échangeurs de température ...	23
a) Serpentin de refroidissement	IO	23 - Montage et isolement thermique du groupe de	
b) Echangeur à contre-courant, capacités ca-		liquéfaction	23
lorifiques différentes	IO	24 - Valve de détente	24
c) Echangeur à contre-courant multitubulaire	II	25 - Dégivrage de la valve	24
d) Echangeur à contre-courant, capacités ca-	II	26 - Alimentation en air liquide	24
lorifiques égales	II	27 - Réglage des niveaux d'air liquide	25
e) Echangeur à contre-courant à section va-	12	28 - Détermination des températures de l'air liqui-	
riable	12	de	26
9 - Influence de la conductibilité longitudinale..	12	29 - Mesure du niveau d'hydrogène liquide	26
IO - Pertes de charge dans les conduites	I3	30 - Mesure de la pureté de l'hydrogène	26
II - Choix des échangeurs	I3	3I - Mesure des débits	27
2ème PARTIE		Conduite d'un essai de liquéfaction	29
Description du Liquéfacteur		Conclusion	29
I2 - Données générales	I5	Bibliographie	29
Chapitre III - Purification de l'hydrogène	I6		
I3 - Purification grossière	I6		

N° d'ordre
15 I. D.

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté

Vu.

Grenoble, le 24 Novembre 1949

P. Le Président de la Thèse,

L. NÉEL

Vu.

Grenoble, le 24 Novembre 1949

Le Doyen de la Faculté des Sciences,

L. MORET

Vu et Permis d'imprimer

Le Recteur de l'Académie de Grenoble

H. PARISELLE