

⑲ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
—
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
—
PARIS
—

⑪ N° de publication : **2 556 085**

(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

⑳ N° d'enregistrement national : **83 19325**

⑤① Int Cl⁴ : F 28 F 21/08, 21/06; F 28 D 21/00.

⑫ **DEMANDE DE CERTIFICAT D'ADDITION** A2
À UN BREVET D'INVENTION

②② Date de dépôt : 2 décembre 1983.

③⑦ Priorité :

④③ Date de la mise à disposition du public de la
demande : BOPI « Brevets » n° 23 du 7 juin 1985.

⑥⑦ Références à d'autres documents nationaux appa-
rentés : 1^{re} addition au brevet 82 10787 pris le 21 juin
1982.

⑦① Demandeur(s) : *CENTRE NATIONAL D'ETUDES SPA-
TIALES.* — FR.

⑦② Inventeur(s) : Gérard Cambon.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : Brevatome.

⑤④ Puits de chaleur à régulation de température.

⑤⑦ Puits de chaleur à joint métallique liquide constitué par
des alliages étain-plomb-bismuth-cadmium ou indium-bismuth-
étain.

Application à la mise en œuvre de puits de chaleur de
grande efficacité servant à des dispositifs d'élaboration de
matériaux et de cristaux dans un gradient thermique, notam-
ment à bord de satellites artificiels.

FR 2 556 085 - A2

D

Le présent certificat d'addition a pour objet un puits de chaleur à régulation de température et à joint métallique liquide.

5 Le brevet principal décrit et revendique un puits de chaleur comprenant un bloc conducteur de la chaleur (40), en contact thermique avec un serpentín (46) parcouru par un liquide de refroidissement. Le bloc est percé d'un canal (42) apte à recevoir au moins un tube d'expérimentation (46). Une couche de métal alié (84) ayant une température de fusion inférieure à 10 la température de fonctionnement du puits est interposée entre le tube d'expérimentation (46) et le puits de chaleur. Cette couche forme un joint métallique liquide qui favorise le transfert thermique entre le tube et le 15 puits et améliore donc l'efficacité de celui-ci.

Le métal employé doit être liquide à la température de fonctionnement du puits, et il est de préférence, solide à la température ambiante (par exemple à 20°C). La conductibilité thermique des métaux liquides étant de l'ordre de 15W/m°C, avec une épaisseur de 20 1 mm, on obtient une conductance thermique d'environ 47W/°C, ce qui est bien meilleur qu'avec une couche d'hélium, où avec une couche d'épaisseur 0,2 mm la conductance thermique ne serait que de 2,6W/°C ou avec 25 l'air, où cette conductance serait de 0,5W/°C.

La solution du joint métallique liquide offre un autre avantage. Si le joint est solide à la température ambiante, il participe au maintien du tube d'expérimentation dans le puits, ce qui est particulièrement 30 utile pendant la phase de lancement et de mise en orbite d'un satellite emportant une telle installation, phase pendant laquelle les vibrations risquent d'endommager le tube.

Bien que l'alliage indium-gallium mentionné 35 dans le brevet principal puisse convenir dans certaines

applications pour constituer le joint métallique liquide, le présent certificat d'addition a pour objet d'autres alliages plus avantageux, notamment dans la réalisation de fours de croissance de cristaux destinés aux satellites artificiels. On conçoit que, dans une telle application, les conditions opératoires soient particulièrement sévères et que le joint métallique liquide doive répondre à de multiples exigences comme par exemple :

- 5
- 10 - être compatible chimiquement avec les matériaux constituant le tube d'expérimentation et le puits de chaleur,
- pouvoir être confiné malgré la température élevée (jusqu'à 1500°C) au droit de la zone chauffée,
- 15 - mouiller le puits de chaleur,
- ne pas mouiller le tube d'expérimentation contenant l'échantillon cristallin,
- ne pas engendrer de perturbations mécaniques (accélé-rations) en cours de tirage,
- 20 - offrir la possibilité de déplacement dans une gamme de vitesse très large (10^{-5} à 10^{-1} cm/s),
- avoir un coefficient de changement de volume positif à la fusion, c'est-à-dire occuper un volume plus grand sous forme liquide que sous forme solide

25 Les travaux du demandeur sur ce sujet ont permis de tester deux alliages qui répondent bien à la plupart de ces exigences : il s'agit de l'alliage de WOOD qui est un alliage étain-plomb-bismuth-cadmium dont le point de fusion est situé à 72°C et d'un allia-
30 ge qui est l'eutectique indium-bismuth-étain dont le point de fusion se situe à 55°C.

Les alliages à base de mercure conviennent également, mais ils sont à rejeter pour une application spatiale pour des questions de sécurité.

35 Un problème annexe posé par l'utilisation

d'un joint métallique liquide est celui des joints d'étanchéité à placer entre le tube d'expérimentation et le puits de chaleur, joints qui se trouvent en contact avec le métal lorsque celui-ci est sous forme liquide. Ce problème a trouvé une solution satisfaisante dans l'utilisation de joints en élastomère, moulables à froid et présentant une grande souplesse. Comme élastomère, on a utilisé le Silatic E RTV (DOW CORNING) qui présente d'excellentes propriétés de moulage, de précision et de tenue en température. Cependant, d'autres matériaux caoutchoutiques peuvent convenir.

Quant à l'alliage indium-gallium mentionné dans le brevet principal, il mouille fortement tous les matériaux en présence, y compris les joints en élastomère, et, de ce fait, convient mal à certaines applications ; mais naturellement il peut convenir à d'autres.

Pour ce qui est du remplissage du volume offert au joint métallique entre le tube d'expérimentation et le puits de chaleur, deux techniques peuvent être utilisées :

- remplissage du volume entre le tube d'expérimentation et un manchon solidaire du puits de chaleur avec le métal sous forme liquide après préchauffage de l'ensemble à 70°C environ. Le moulage peut être fait sous pression ou non. Il faut observer que le manchon en question peut présenter une forme tronconique, ce qui facilite la mise en place des divers éléments de l'appareil,
- moulage d'un joint métallique dans un outillage spécial, et pose du joint sous forme solide autour du tube d'expérimentation. Cette technique est intéressante car elle permet d'équiper le puits de chaleur avec peu de moyens techniques, les joints métalliques étant préparés à l'avance.

Avec les alliages mentionnés plus haut, le

demandeur a observé un excellent comportement thermique du joint métallique liquide, aussi bien sous air que sous vide, y compris lorsque le tube expérimental est déplacé avec une vitesse comprise entre 10^{-5} cm/s et 10^{-2} cm/s.

Des opérations de déplacement du puits ont été effectuées sur des longueurs de 200 mm avec de multiples allers et retours. Après démontage du dispositif, aucune altération du joint métallique, ni des joints en élastomère n'a pu être observée.

Grâce à l'utilisation du joint métallique liquide décrit on peut obtenir des effets de trempe très importants sur l'échantillon cristallin en cours de traitement par avancement rapide de ce dernier dans le puits de chaleur.

Une expérimentation a été effectuée sous air avec une température d'échantillon de 900°C . Le comportement du système a été en tout point excellent, le temps pour atteindre à nouveau la température du puits de chaleur étant de l'ordre de 2 à 4 secondes.

Par ailleurs ce système de point liquide peut être mis en place sur des cartouches expérimentales permettant ainsi d'effectuer le chargement et le déchargement, manuel ou automatique, de fours terrestres ou spatiaux, afin de profiter des avantages thermiques considérables offerts par l'amélioration du transfert de chaleur vers un puits froid.

REVENDEICATIONS

1. Puits de chaleur à joint métallique liquide selon la revendication 1 du brevet principal, caractérisé par le fait que le joint métallique est constitué par un alliage étain-plomb-bismuth-cadmium.

2. Puits de chaleur à joint métallique liquide selon la revendication 1 du brevet principal, caractérisé par le fait que le joint métallique est constitué par un alliage eutectique indium-bismuth-étain.

3. Puits de chaleur à joint métallique liquide selon la revendication 1 du brevet principal, caractérisé par le fait que le joint métallique est constitué par des alliages à base de mercure.

4. Puits de chaleur à joint métallique liquide selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé par le fait qu'il comprend des joints d'étanchéité en élastomère.