

CEA-R 2514 - BOCHIROL Louis, LE CALVEZ Joseph, DOULAT Jacques,
VERDIER Jacques, LACAZE Albert, WEIL Louis

LES INSTALLATIONS CRYOGENIQUES POUR IRRADIATIONS DES
REACTEURS MELUSINE ET SILOE.

Sommaire. - L'étude des défauts créés par l'irradiation dans les solides est d'un intérêt théorique et pratique considérable. L'irradiation à basse température permet d'obtenir les défauts dans leur état le plus simple, leur état "primaire" sans que l'agitation thermique permette leur annihilation ou leur réarrangement.

L'irradiation en pile à basse température pose un certain nombre de problèmes techniques provenant de la puissance de réfrigération nécessaire, qui est quelquefois considérable, des réactions chimiques possibles sous rayonnement et du manque d'espace dans un réacteur. Enfin, la nécessité de faire toute l'irradiation et les mesures ultérieures sans réchauffer les échantillons impose que le dispositif fonctionne en continu sans défaillance et qu'il soit équipé de façon à permettre la récupération des échantillons froids, ou bien leur mesure et leur réchauffage contrôlé "in situ".

On décrit la façon dont ces problèmes ont été résolus à Grenoble pour des dispositifs d'irradiation à 78 °K, 28 °K et 4 °K dans les deux piles ./.

CEA-R 2514 - BOCHIROL Louis, LE CALVEZ Joseph, DOULAT Jacques,
VERDIER Jacques, LACAZE Albert, WEIL Louis

THE CRYOGENIC INSTALLATIONS FOR IRRADIATION IN THE REACTORS
MELUSINE AND SILOE.

Summary. - The study of effects created in solids by irradiation is of considerable fundamental and practical interest. Low temperature irradiation allows defects to be obtained in their simplest "primary" state, not being then annihilated or rearranged by thermal motion.

In-pile irradiation at low temperature raises a number of technical problems connected to 1) the necessary refrigeration power which may be considerable, 2) chemical processes which may occur under irradiation, 3) the lack of space in a reactor. Furthermore the necessity that all the irradiation and subsequent measurements be done without reheating the samples demands continuous and reliable working of the irradiation device and its being designed so as to permit removal of the samples in the cold condition or their measurement and controlled annealing "in situ".

The way in which these problems have been solved in Grenoble for irradiation devices at 78 °K, 28 °K and 4 °K in the swimming-pool reactors Melusine and Siloe is described.

Some operation results are given about the liquid nitrogen rig, ./.

piscines Mélusine et Siloé.

Quelques résultats d'exploitation sont donnés sur la boucle à azote liquide, dite type A, qui fonctionne depuis plusieurs années dans Mélusine. En particulier certaines observations sont faites sur les réactions chimiques qui peuvent se produire sous irradiation dans l'azote liquide impur.

On décrit assez en détail la boucle à azote liquide, dite type A, qui vient d'être installée dans le réacteur Siloé. Les traits essentiels de cet appareil sont : qu'il permet l'irradiation dans des flux plus élevés que le précédent et que son exploitation est grandement facilitée grâce à un mode de réalisation qui permet l'accès aux échantillons sans démontage ni déconnexion de l'appareil.

Une boucle à hydrogène, qui fonctionne depuis un an dans la pile Mélusine, est ensuite analysée. Un circuit réfrigérant à hydrogène, entièrement fermé, fournit les frigories à l'enceinte d'irradiation, qui contient du néon. Cette solution permet en particulier la sortie des échantillons froids sans dissipation d'hydrogène dans l'atmosphère et sans pollution du circuit réfrigérant.

On dit enfin quelques mots de la boucle à hélium liquide dont un prototype a fonctionné, et qui est en cours de reconstruction avec une puissance accrue.

1964

p.

Commissariat à l'Energie Atomique - France

called mark A, which has worked for several years in Melusine. In particular certain observations about chemical reactions which may occur in impure liquid nitrogen under radiation are made.

The liquid nitrogen rig, called mark B, which has just been installed in the Siloe reactor, is described with some detail. The essential features of this apparatus are that irradiation can be performed in higher fluxes with it than with the former one, and that its operation is made much easier by a design which allows the samples to be introduced and removed without any disconnection of the apparatus.

A liquid hydrogen loop, which has worked for one year in the Melusine reactor, is then analysed. An entirely closed hydrogen refrigerating circuit provides the frigories to the irradiation enclosure, which contains neon. Owing to this solution, the samples may be recovered in the cold condition without hydrogen being vaporized in the atmosphere and without any pollution of the refrigerating circuit.

Lastly, a few words are said about the liquid helium loop, a prototype of which has worked, and which is being rebuilt with an increased power.

1964

p.

Commissariat à l'Energie Atomique - France

LES INSTALLATIONS CRYOGÉNIQUES POUR IRRADIATIONS DES RÉACTEURS MELUSINE ET SILOE

par

Louis BOCHIROL, Joseph LE CALVEZ,
Jacques DOULAT, Jacques VERDIER,
Albert LACAZE, Louis WEIL

Rapport C E A - R 2514

1964

**CENTRE D'ÉTUDES
NUCLÉAIRES
DE GRENOBLE**

CENTRE D'ETUDES NUCLEAIRES
DE GRENOBLE - FRANCE

LES INSTALLATIONS CRYOGENIQUES
POUR IRRADIATIONS DES
REACTEURS MELUSINE ET SILOE

par

Louis BOCHIROL, Joseph LE CALVEZ,
Jacques DOULAT, Jacques VERDIER,
Albert LACAZE, Louis WEIL

Juillet 1964

LES INSTALLATIONS CRYOGENIQUES POUR IRRADIATIONS DES REACTEURS MELUSINE ET SILOE

I - INTERET DES IRRADIATIONS A BASSES TEMPERATURES

On sait quel intérêt pratique présente la connaissance des effets produits sur les solides par un bombardement de particules. On doit, par exemple, connaître les modifications de propriétés mécaniques et de conductibilité thermique induites par un tel bombardement sur les matériaux de structure des piles atomiques ou des astronefs possédant un réacteur embarqué.

L'expérimentation préalable de chaque matériau dans les conditions exactes où l'on envisage son emploi est évidemment possible, et c'est actuellement la seule méthode sûre dans bien des cas. Mais cette méthode est longue et coûteuse. Il y aurait intérêt à arriver à une connaissance suffisante des phénomènes microscopiques mis en jeu, pour pouvoir prévoir la modification de toute propriété de n'importe quel matériau. Malheureusement, ces phénomènes sont compliqués. Si le bombardement lui-même produit en général des défauts simples, - interstitiels, lacunes, - l'agitation thermique permet la migration immédiate de ces défauts qui peuvent, suivant les cas, soit disparaître, soit être piégés par des impuretés, soit se rassembler pour former des défauts plus complexes (di-interstitiels, di-lacunes, boucles de dislocations, etc.). La bonne méthode pour l'étude de tout phénomène complexe consiste à le séparer en phénomènes simples. Cette séparation peut être faite ici, expérimentalement, au moyen de l'irradiation à une température suffisamment basse pour que l'agitation thermique ne permette pas aux défauts de migrer. On étudie ainsi les défauts tels que l'irradiation les produit. Naturellement, l'observation directe de ces défauts étant impossible, c'est de leur influence sur les propriétés physiques du solide qu'on doit induire leur nature. Par des ~~ré~~chauffements contrôlés avec soin, on peut suivre ensuite les transformations successives des défauts lorsque la température croît.

Outre l'intérêt appliqué que nous avons signalé, de telles études présentes, bien entendu, un grand intérêt fondamental pour la connaissance des propriétés statiques et dynamiques des réseaux cristallins.

L'irradiation à basse température peut trouver une autre application intéressante dans des études de chimie sous rayonnement : des espèces ou radicaux libres formés par radiolyse et qui seraient éphémères à température ambiante peuvent se trouver "gelés" et mis ainsi en évidence.

II - PROBLEMES POSES PAR LES IRRADIATIONS A BASSES TEMPERATURES

Une boucle d'irradiation en pile à basses températures est un cryostat placé dans le coeur d'un réacteur nucléaire ou près de celui-ci. Ce simple fait impose au cryostat un certain nombre de conditions plus ou moins faciles à réaliser :

- 1 - La puissance de réfrigération nécessaire n'est plus limitée à la compensation des pertes par défaut d'isolation thermique. Elle est au contraire, le plus souvent, déterminée principalement par le chauffage nucléaire (chauffage gamma, surtout) dans les échantillons, le fluide cryogénique et les parois du cryostat. Quelques dixièmes de Watt à plusieurs Watts par gramme sont des valeurs typiques pour des réacteurs à flux élevés. Cela peut nécessiter des puissances de réfrigération considérables, ou bien la protection de l'enceinte d'irradiation par un matériau qui absorbe les gamma, comme le plomb.

- 2 - L'exposition aux rayonnements peut induire dans le fluide cryogénique des réactions chimiques encore mal connues. C'est ainsi qu'on observe des explosions dans l'azote liquide irradié et renouvelé sans précautions particulières. Ces explosions semblent bien être dues à la formation, à partir de l'oxygène contenu dans l'azote liquide du commerce et sous l'effet des rayonnements, de composés oxygénés instables qui, beaucoup moins volatils que l'azote, se concentrent dans le bain.
- 3 - L'espace disponible est toujours limité, soit par le diamètre du canal d'accès au coeur ou par la dimension de l'élément combustible dont le cryostat prend la place, soit simplement par la nécessité de cohabiter dans le coeur ou près du coeur avec d'autres dispositifs expérimentaux.
- 4 - Le cryostat doit être d'un maniement facile. Il faut dans toute la mesure du possible, pouvoir le sortir froid du flux de rayonnement, pour permettre la désactivation des échantillons, et éventuellement, du fluide cryogénique avant le défournement. Celui-ci doit pouvoir être fait sans réchauffage des échantillons pour permettre leur mesure ultérieure au laboratoire. Si cela ne peut se faire, les mesures et les réchauffages contrôlés doivent être possibles dans le cryostat d'irradiation lui-même.
- 5 - Enfin, comme les irradiations doivent souvent être de longue durée (plusieurs jours), le fonctionnement des boucles froides doit être continu et sûr, et si possible entièrement automatique.

La façon dont ces différents problèmes ont été résolus à Grenoble pour des dispositifs d'irradiation à azote, hydrogène et hélium liquides est décrite ci-après.

III - PRINCIPE DU DOUBLE CIRCUIT

Les dispositifs d'irradiation conçus au C.E.N.G. utilisent presque tous le "double circuit", schématisé par la figure 1. Le fluide qui constitue le bain (1) soumis au rayonnement (2) est contenu dans une enceinte entièrement close. Il se reliquéfie sur un condenseur (3) situé au dessus, qui est lui-même refroidi par un fluide (4) (de même nature ou non) qui circule dans un circuit indépendant.

Ce principe a été utilisé au départ dans les boucles à azote liquide pour éviter le renouvellement de l'azote du bain irradié, renouvellement qui conduit aux explosions dont il a été question au paragraphe II.2. Mais il offre d'autres avantages. Il permet par exemple d'irradier à basse température de petites quantités de substances (méthane par exemple) dont on veut étudier la radiolyse. Il permet aussi d'utiliser, pour le bain d'irradiation, un fluide cryogénique différent de celui du circuit de réfrigération. Cet avantage a été utilisé dans la boucle à hydrogène dont il sera question plus loin. Le bain d'irradiation y est constitué de néon qui a l'avantage sur l'hydrogène de pouvoir être dissipé sans danger dans la salle du réacteur lorsqu'on sort les échantillons froids de la boucle. D'autre part, le néon est trop coûteux pour pouvoir être utilisé dans la totalité du circuit.

IV - BOUCLE A AZOTE LIQUIDE, TYPE A

Cette boucle, construite pour la pile Mélusine (pile piscine 1 MW) en 1959, a été décrite en détail par ailleurs [1]. La figure 2 donne une vue éclatée de sa partie

immergée. On y reconnaît le récipient porte-échantillons (1), le condenseur (2), les joints à déconnecter pour la sortie des échantillons (3), la partie horizontale de protection (4), la conduite d'amenée d'azote liquide (5). Le bas du condenseur est placé à 1,30 m au dessus du sommet du coeur, de sorte que l'azote liquide commercial qui le refroidit reçoit un flux gamma atténué d'un facteur 1000 environ, soit à peu près 10^5 roentgens/heure.

Les deux exemplaires de cette boucle qui sont en service dans la pile Mélusine depuis plusieurs années totalisent maintenant plus de 14.000 heures de fonctionnement, certaines irradiations s'étant prolongées sur plusieurs semaines consécutives. Ce dispositif, dont l'exploitation s'est révélée particulièrement sûre, est par ailleurs fabriqué sous licence par un constructeur français, et plusieurs exemplaires en ont déjà été vendus.

C'est ici le lieu de signaler un incident étonnant qui s'est produit à la fin de 1962 dans l'exploitation de cet appareil. Depuis 1959 son circuit réfrigérant était alimenté en azote liquide industriel contenant environ 0,5 % d'oxygène, et aucun incident ressemblant à une explosion ne s'y était jamais produit. Il devint possible de l'alimenter en azote liquide beaucoup plus pur (0,08 % d'oxygène). C'est alors que se produisirent, à trois reprises, de petites fuites au fond du condenseur. Aussi étonnant que cela parût, et à cause de petites déformations du métal au voisinage, il fallut bien identifier ces fuites au résultat de minuscules explosions localisées. Une contre-expérience fut faite, en ajoutant délibérément de l'oxygène à l'azote liquide utilisé, et les ennuis disparurent. Sans avoir fait d'investigations vraiment systématiques à ce sujet, nous pouvons affirmer qu'il ne se produit pas d'incident si la concentration en oxygène est comprise 0,2 et 0,5 %. C'est dans ces limites que nous maintenons actuellement l'azote liquide utilisé.

Ce phénomène étonnant a été clairement constaté. Une seule hypothèse, à notre avis, peut en donner un embryon d'explication. Supposons que la nature du composé instable formé (ozone, l'un ou l'autre des oxydes instables de l'azote) dépende de la concentration en oxygène. Appelons A le composé qui se forme dans un bain à 0,5 % d'oxygène, B celui qui se forme en milieu très dilué. Ces composés sont, de toute façon, beaucoup moins volatils que l'azote, donc restent à peu près intégralement dans le bain qui refroidit le condenseur, et peuvent y avoir un comportement très différent. Si, par exemple (hypothèse tout à fait gratuite, d'autres hypothèses seraient possibles), A est soluble dans l'azote liquide, il restera assez dilué, surtout s'il existe pour lui un processus de décomposition lente qui finira par équilibrer le processus de formation. Si, par contre, B est insoluble et plus lourd que l'azote liquide, il se rassemblera au fond du condenseur et pourra exploser spontanément lorsque sa concentration sera suffisante. Il y a là, semble-t-il, un champ d'investigations intéressant dans le domaine de la radio-chimie.

L'inconvénient principal de ce type de dispositif est la relative difficulté d'accès aux échantillons. Il faut déconnecter la tête de boucle, soulever la boucle de quelques mètres, déconnecter les joints (3) et retirer le condenseur, tout cela assez rapidement pour qu'il n'y ait pas de réchauffage. C'est pourquoi nous avons imaginé un appareil d'un type un peu différent, mieux adapté à une exploitation intensive.

V - BOUCLE A AZOTE LIQUIDE, TYPE B

Définition du dispositif

Cette boucle a été étudiée et réalisée pour utilisation dans le nouveau réacteur du C.E.N.G. Siloé (pile piscine à coeur ouvert, 15 MW). Elle fonctionne sur le même principe du double circuit avec condenseur, mais diffère des boucles type A par les points suivants :

a) - articulations du dispositif permettant sa mise en position de désactivation (loin du

coeur) par des mouvements simples, sans arrêt de la circulation d'azote commercial et sans aucune modification du régime de fonctionnement.

- b) - possibilité de défournement des échantillons à froid sans démontage de la boucle, et éventuellement sans pollution du circuit d'azote pur.
- c) - éloignement du condenseur et donc de l'azote commercial par rapport au coeur.

La réalisation des points a et b était destinée à améliorer les conditions d'exploitation et à diminuer les temps morts entre irradiations, ceux-ci prenant naturellement une importance relative accrue dans un réacteur à plus haut flux. La condition c a découlé de la réalisation technique des points a et b, et quoique nous ne pensions pas qu'elle ait été indispensable, elle ne peut qu'accroître la sécurité d'exploitation.

Réalisation (fig. 3)

La boucle proprement dite, schématisée sur les figures 4 et 5, comprend les parties suivantes :

- le "bas de boucle", partie verticale immergée qui contient le bain d'irradiation,
- le "haut de boucle", partie verticale immergée également qui contient le condenseur, prolongée par un raccord avec le bas de boucle incliné à 30° par rapport à l'horizontale. L'ensemble comporte donc deux coudes qui assurent la protection biologique.
- le "tube de défournement" permet l'accès aux échantillons par simple dévissage d'un bouchon. Ce tube est deux fois cintré pour assurer la protection biologique, avec des rayons de courbure assez grands pour permettre le libre passage du récipient à échantillons.
- la canalisation d'amenée d'azote liquide et de retour d'azote vaporisé en deux parties, l'une verticale, l'autre horizontale, raccordée par une "boîte de raccordement".
- la "tête tournante" qui raccorde le haut de boucle à la canalisation.

Toutes ces parties comportent une enveloppe extérieure à température ambiante et des canalisations ou éléments internes froids maintenus en place par des espaceurs isolants, et isolés thermiquement de l'enveloppe par un vide poussé.

Deux mouvements permettent de déplacer la boucle, sans la déconnecter, entre la position d'irradiation, au bord du coeur, et une position de "désactivation" à un mètre du coeur environ :

- l'un est une translation de 40 cm suivant l'axe de la canalisation horizontale, qui est fixée à un chariot. Des soufflets métalliques internes et externes sur la canalisation verticale donnent la flexibilité nécessaire à ce mouvement (fig. 6).
- l'autre est une rotation de $\pm 120^\circ$ autour de l'axe du "haut de boucle", effectuée par la "tête tournante" (fig. 7 et photo 2) qui comporte deux joints toriques tournants sur l'enveloppe extérieure, et des jeux de soufflets métalliques travaillant en flexion sur les canalisations internes.

La translation permet d'éloigner un peu la boucle du coeur malgré la présence d'autres dispositifs d'irradiation de part et d'autre, la rotation met ensuite la boucle hors du flux.

Description fonctionnelle (fig. 3)

- a) - *Circuit de vide.* Le vide d'isolement thermique est obtenu par une pompe à diffusion à vapeur d'huile (11) placée à la base de la canalisation verticale et une pompe à palettes (12) qui permet aussi éventuellement d'entretenir le vide sur la canalisation d'alimentation générale en azote liquide et sur le séparateur de phases distributeur d'azote liquide (16).
- b) - *Circuit d'azote pur.* L'azote "pur" introduit dans le dispositif reste confiné, pendant la marche, dans le bas de boucle (autour du condenseur), dans le tube du défournement et dans une conduite de faible section (2) reliant la boucle à la baie de contrôle (14) qui contient les organes de remplissage et de régulation. L'azote est dosé à son introduction sous forme gazeuse au moyen d'un réservoir (15) de volume connu. A mesure qu'il est introduit, il va se liquéfier sur le condenseur et la quantité totale introduite est calculée de façon à donner le niveau de liquide désiré dans le bas de boucle. Le circuit est ensuite fermé, et la régulation des injections d'azote liquide se fait, comme dans le cas des dispositifs du type A, par contrôle de la pression d'azote pur au moyen d'un manomètre à contact électrique. Une soupape (8) permet l'évacuation de l'azote pur en cas d'incident provoquant une hausse anormale de sa pression.
- c) - *Circuit d'alimentation en azote commercial.* Une ligne isolée sous vide amène l'azote liquide d'un réservoir (22) de 4000 litres à un séparateur de phases distributeur (16) dont le rôle est double : il élimine la vapeur formée dans le transfert et permet, au moyen de vannes incorporées, de distribuer l'azote liquide dégazé pour diverses utilisations. Une de ces vannes, en particulier, est actionnée électromagnétiquement et commande l'injection d'azote commercial dans la boucle.
- d) - *Circuit d'effluents.* L'azote vaporisé passe dans un réchauffeur électrique (9) qui l'amène à température ambiante, puis il est envoyé, par un circuit d'effluents comportant un ventilateur, vers la cheminée de la pile. La soupape (8) évacue éventuellement l'azote pur dans ce même circuit, et une vanne manuelle permet la décompression volontaire de l'azote pur dans ce circuit, avant le défournement des échantillons par exemple.
- e) - *Contrôles, régulation et sécurités.*
- L'injection d'azote liquide, nous l'avons vu, est commandée par l'élévation de pression du circuit d'azote pur qui indique une augmentation de la température moyenne de la surface du condensation. L'injection est donc discontinuée et la pression de l'azote pur oscille avec une amplitude maxima de 0,2 atm. Naturellement, le fonctionnement est entièrement automatique.
 - On surveille, en outre, la valeur du vide d'isolement thermique, le fonctionnement des pompes primaire et secondaire, la pression du réservoir de stockage d'azote liquide, la fréquence et la durée des injections, l'activité des gaz refoulés dans la conduite d'effluents. Si l'un de ces paramètres devient anormal, une alarme est transmise au conducteur du réacteur qui dispose d'une liste de consignes. De plus, un thermocouple placé dans la partie supérieure du bain d'irradiation permet de s'assurer que le niveau s'y maintient, ce qui indique l'étanchéité du circuit. Dans le cas contraire, une réduction de puissance du réacteur est automatiquement provoquée. De même une dégradation complète du vide d'isolement, qui pourrait indiquer un incident d'étanchéité important, arrête le réacteur par chute des barres de sécurité.
- L'ensemble de ces dispositifs permet au cryostat de fonctionner en continu sans aucune surveillance active.

Résultats d'essais et d'exploitation

La boucle a été mise en pile au cours du mois de novembre 1963 et, après une courte campagne d'essais, a été mise en exploitation au début du mois de décembre.

Essais hors flux

La consommation en azote liquide commercial, mesurée en fonction de la puissance électrique dissipé dans le bain d'azote pur, est représentée sur la figure 8. La consommation à vide est de l'ordre de 5 litres/heure, ce qui correspond à une perte thermique de 250 W. Cette valeur est raisonnable si l'on pense que la longueur totale des canalisations est d'environ 25 mètres. Elle atteint 25 l/h pour une puissance dissipée de 750 W. A cette puissance, la consommation utile serait de 16 l/h, la consommation de perte s'élève donc à 9 l/h. L'augmentation de la consommation de perte avec la puissance s'explique :

- 1) par l'augmentation de la fréquence des injections qui maintient plus longtemps les circuits froids,
- 2) par l'augmentation de la turbulence de l'ébullition dans le condenseur qui provoque certainement un entraînement de liquide avec la vapeur aux fortes puissances.

Essais en pile

Des mesures de consommation en azote liquide ont été faites pour la position normale de la boucle dans le réacteur (trou n° 28 de la grille du coeur), celui-ci fonctionnant à sa puissance ordinaire de 15 MW. Dans ces conditions, les flux sont à peu près les suivants :

- neutrons rapides ($E > 1$ MeV)	$1,0 \cdot 10^{13}$ neutrons/cm ² sec.
- flux gamma	$5 \cdot 10^8$ roentgens/heure.

La consommation s'établit alors à 20 l/h, ce qui correspond à une puissance thermique dissipée dans le bas de boucle de 550 W environ.

Résultats d'exploitation

Le dispositif totalisait au 30 avril 1964 plus de 1000 heures d'irradiation. Y ont été irradiés, en particulier, des échantillons de graphite, pour mesures de variations dimensionnelles et d'énergie emmagasinée, de nickel, pour mesures de traînage magnétique, de fer, pour mesures de frottement interne, d'alliage Aluminium-Lithium pour mesures de résistivité électrique.

Pour des doses comparables, les temps d'irradiation sont trois fois plus courts que ceux qui seraient nécessaires à l'emplacement habituel des boucles du type A dans Mélusine. Les opérations d'enfournement et de défournement des échantillons sont considérablement réduites et simplifiées.

Cependant, le temps qui doit s'écouler entre deux irradiations n'a pas pu être encore réduit, à cause de la nécessité de laisser décroître l'activité de l'argon 41 avant d'ouvrir le circuit d'azote pur, puis de laisser la boucle se réchauffer complètement avant un nouvel enfournement. Un système de sas d'enfournement et défournement actuellement à l'étude devrait permettre dans l'avenir d'éviter totalement ces temps morts et de diminuer ainsi appréciablement le coût de l'irradiation dans cet appareil.

VI - BOUCLE A HYDROGENE LIQUIDE

Position du problème

Pour l'étude de certains défauts (essentiellement les atomes interstitiels et les paires rapprochées interstitiel - lacune) qui sont encore mobiles bien au-dessous de la température de l'azote liquide, il fallait faire des irradiations à une température inférieure à 30°K, dans la pile Mélusine. On devait avoir la possibilité de faire des mesures "in situ", y compris des recuits contrôlés, et celle de sortir les échantillons sans réchauffage, pour effectuer sur eux des mesures plus complexes au laboratoire.

Les dimensions de l'enceinte d'irradiation, imposées par certains échantillons, sont : 3 cm de diamètre et 15 cm de hauteur environ. Le taux d'échauffement gamma à l'emplacement de cette enceinte est de 0,2 Watt/gramme environ. Il en résulte une puissance nécessaire de refroidissement approchant 100 Watts, ce qui exige un débit d'hydrogène liquide de 10 l/h, plus les pertes en ligne.

Principe de l'appareil

Cette consommation importante éliminait pour nous la possibilité d'alimenter la boucle à partir d'un réservoir de stockage à cause des difficultés d'approvisionnement en grosses quantités d'hydrogène liquide, et pour des raisons de sécurité. Nous avons donc choisi de faire circuler l'hydrogène en circuit fermé entre un liquéfacteur et la boucle. Ce procédé a, de plus, l'avantage d'utiliser toujours la même quantité limitée de gaz, ce qui élimine le risque d'explosion chimique. Si, en effet, on fait en sorte qu'il règne toujours dans l'ensemble du circuit une surpression par rapport à l'atmosphère, on est assuré que l'hydrogène reste parfaitement pur, même s'il existe de petites fuites. Ce procédé a d'ailleurs été déjà utilisé pour une boucle à refroidir les neutrons [2] et s'est révélé tout à fait sûr (4 années de fonctionnement dans EL3).

La figure 9 donne le schéma du circuit. Un réservoir ballast (1) de 4 m³ amortit les variations de pression. Deux compresseurs Corblin (2), à membrane - pour éviter la pollution du gaz - délivrent ensemble un débit de 50 m³/h (TPN) d'hydrogène à la pression de 150 atm. Le liquéfacteur T.B.T. (3) assure une production maxima de l'ordre de 20 l/h d'hydrogène liquide. Il a été installé en dehors du hall de la pile. La conduite de transfert d'hydrogène liquide (4), longue de plus de 20 mètres, isolée par le vide et à écran d'azote liquide, est du type décrit par ailleurs [3]. La circulation d'azote liquide dans l'écran est utilisée pour l'alimentation du liquéfacteur. Un système de by-pass automatiques (5) entre compresseurs et liquéfacteurs assure une limitation supérieure à la haute pression et une limitation inférieure, fixée un peu au-dessus de la pression atmosphérique, à la basse pression.

Le circuit principal d'hydrogène devant essentiellement rester fermé, la nécessité de sortir des échantillons froids imposait que l'irradiation soit faite dans un bain séparé, réfrigéré par l'hydrogène du circuit principal. Cette boucle utilise donc le même principe du double circuit avec condenseur que les boucles à azote liquide.

Choix du Néon

Nous avons le choix, pour le fluide de ce second bain, entre l'hydrogène et le néon. Nous avons, pour l'instant, choisi ce dernier qui offre les avantages suivants :

1) On peut ouvrir l'enceinte d'irradiation pour sortir les échantillons sans qu'il y ait de dégagement d'hydrogène dans le hall de la pile.

2) La chaleur de vaporisation du néon par unité de volume est 3 fois supérieure à celle de l'hydrogène, ce qui laisse plus de temps pour la sortie des échantillons dans un bain de liquide contenu dans un récipient non isolé.

3) L'utilisation d'hydrogène demanderait une surface de condensation beaucoup plus grande, à moins de consentir à travailler à des pressions élevées pour obtenir, à la condensation, le même écart de température qu'avec le néon.

En contrepartie, l'utilisation de néon présente, en plus de son prix élevé, l'inconvénient d'exiger des précautions spéciales pour éviter sa solidification sur le condenseur. Le bas de boucle réalisé pour assurer cette condition est représenté schématiquement sur la figure 10. La surface de condensation est un tube de cuivre (1) sur lequel est soudée, le long d'une génératrice, une boîte cylindrique (2) également en cuivre, parcourue par l'hydrogène liquide à débit constant. La surface de condensation a une valeur assez faible pour que, lorsque la puissance normale (100 Watts) est dégagée dans le bain (3), l'écart de température à la condensation soit supérieur à 7°K. Ainsi, non seulement le néon est liquide, mais encore il règne dans l'enceinte de néon une pression supérieure à l'atmosphère, ce qui y évite toute entrée d'air ou d'eau. Lorsque la pile est arrêtée ou à faible puissance, ou lorsque la boucle est hors du coeur, un écran de cuivre (4) placé à l'intérieur et à proximité de la surface de condensation, est chauffé par une résistance électrique, et apporte ainsi la puissance d'appoint nécessaire pour réaliser la même condition. Cette puissance peut être réglée automatiquement en fonction de la pression qui règne dans l'enceinte d'irradiation.

Quelques détails de réalisation

La partie immergée, de 7 cm de diamètre, comporte, comme pour les boucles à azote liquide, un décrochement horizontal (fig. 9) qui assure la protection biologique et le dégagement de la piscine au-dessus du coeur. Il est possible de sortir la boucle en fonctionnement de la position d'irradiation, par exemple pour permettre la désactivation d'échantillons irradiés tout en les maintenant froids avant défournement. Pour cela, un système de double articulation (6 et 7, fig. 9) de la conduite d'hydrogène liquide, utilisant soufflets métalliques et joints toriques tournants, rend possible un mouvement horizontal, à deux degrés de liberté, du bas de boucle.

Le débit d'hydrogène liquide est maintenu constant et égal à celui du liquéfacteur par régulation de l'ouverture d'une vanne placée à la sortie du liquéfacteur en fonction du niveau dans le réservoir, intérieur à celui-ci, où l'hydrogène liquéfié se rassemble. Ce niveau est mesuré par une jauge à capacité et la vanne, du type à aiguille, est actionnée par un petit moteur. Le niveau est ainsi maintenu constant à moins d'un millimètre près.

Le défournement des échantillons est possible sans déconnexion de la boucle ni arrêt de l'alimentation en hydrogène. La boucle se trouvant en position de désactivation, hors flux, un tube (6, figure 10) est assujéti sur la tête du bas de boucle qui se trouve à 4 m environ au-dessous de la surface de l'eau, et vidé par l'air comprimé. Le bouchon (8) est alors dévissé au moyen d'une clé spéciale, et remonté rapidement à la surface de l'eau. L'écran (4) et le récipient (9) contenant du néon et les échantillons (10) remontent aussi et le récipient est rapidement plongé dans un vase Dewar contenant du néon. Naturellement, il faut laisser la boucle se réchauffer complètement avant d'y placer de nouveaux échantillons.

Pour permettre des mesures électriques dans la boucle elle-même, pendant l'irradiation ou au cours d'un recuit ultérieur, un connecteur électrique (7, fig. 10) est fixé au bou-

chon (8) et permet des connexions électriques entre l'intérieur et l'extérieur sans empêcher la mise en place du tube de défournement (6).

Les recuits contrôlés d'échantillons sont possibles dans la boucle elle-même, fonctionnant dans sa position "hors du coeur", par deux méthodes différentes. Si la propriété mesurée est, par elle-même, indépendante de la température (ou varie avec celle-ci par une loi connue et insensible à l'irradiation), on peut utiliser un réchauffage continu en arrêtant la réfrigération. La température s'élève alors lentement à la vitesse moyenne de 5°K/min . Si ceci n'est pas possible, ce qui est généralement le cas pour des mesures de résistivité, on peut obtenir des recuits isochrones de la façon suivante. Le débit d'hydrogène étant maintenu, on arrête le chauffage de l'écran; comme une puissance très faible est alors dissipée dans le bain, le néon se solidifie sur la surface de condensation et le niveau du bain baisse. Lorsque l'échantillon est découvert, ce qu'on détecte par un thermocouple, on le chauffe électriquement et on maintient sa température constante à la valeur désirée pendant le temps désiré. Alors on arrête le chauffage de l'échantillon et on remet celui de l'écran. Le néon solide fond très vite et l'échantillon se trouve à nouveau immergé.

Résultats

Des essais avec chauffage électrique ont permis d'évaluer la puissance maxima de réfrigération (à 30°K) à 150 Watts.

La boucle a été placée contre le coeur de la pile fonctionnant à 2 Mégawatts, à un emplacement où les flux sont approximativement les suivants :

neutrons rapides ($E < 1 \text{ MeV}$)	$2,1 \cdot 10^{12}$ neutrons/cm ² .sec.
neutrons thermiques	$1,7 \cdot 10^{13}$ neutrons/cm ² .sec.
flux gamma	$1,5 \cdot 10^8$ roentgen/h

Dans ces conditions, et sans chauffage de l'écran, la pression du bain de néon se maintient au voisinage de 1,2 atm. abs., ce qui correspond à une température d'irradiation de 28°K .

Cet appareil est en exploitation depuis le début de 1963, et compte aujourd'hui environ 500 heures de fonctionnement.

Un grand nombre d'irradiations y ont été faites, parmi lesquelles on peut citer des mesures de résistivité sur le graphite et divers métaux pendant l'irradiation et le recuit isochrone "in situ", et des mesures de traînage magnétique au cours de recuits après irradiation par une méthode intermédiaire adaptée à ce type de mesures, sur du fer et du nickel; les mesures sur ce dernier matériau ont permis de mettre en évidence des bandes de traînage inédites et d'apporter une contribution intéressante à l'étude des défauts créés par l'irradiation [4].

VII - BOUCLE A HELIUM LIQUIDE

On utilise cette fois l'hélium liquide obtenu dans la cascade Joule-Thomson azote-hydrogène-hélium.

Pour obtenir la puissance de réfrigération maxium et annuler les pertes au transfert de l'hélium, la liquéfaction de l'hélium est faite dans le bas de boucle lui-même, à proximité de l'enceinte d'irradiation. L'appareil fonctionne donc non en liquéfacteur mais en réfrigérateur, dont le rendement est à peu près le double.

L'hydrogène liquide est envoyé dans le bas de boucle par un circuit identique à celui de la boucle à hydrogène. Le circuit d'hélium, analogue, est schématisé sur la figure 11. Le réservoir-ballast est ici de 1 m^3 , le compresseur, à membrane lui aussi, donne un débit de $25 \text{ m}^3/\text{h}$ TPN, à une pression de 30 atmosphères.

Deux serpentins S_1 et S_2 refroidissent l'hélium haute pression, le premier par l'azote liquide, le second par l'hydrogène liquide, et deux échangeurs tubulaires à contre-courant E_1 et E_2 refroidissent l'hélium haute pression par l'hélium en retour et économisent ainsi, le premier l'azote liquide, et le second l'hydrogène liquide. L'échangeur final à contre-courant E_3 permet la liquéfaction après la vanne de détente réglable D.

Les échangeurs E_1 et S_1 se trouvent au-dessus de la surface de l'eau, E_2 dans le "haut de boucle" formé du tronçon horizontal et du tronçon vertical supérieur de la partie immergée; S_2 , E_3 et D sont dans le "bas de boucle".

Le bas de boucle contient donc les organes essentiels d'un liquéfacteur d'hélium. Son diamètre extérieur a dû être limité pour des raisons d'encombrement en pile à 12 cm et sa fabrication a, de ce fait, posé des problèmes délicats. La figure 12 représente la disposition des organes dans ce bas de boucle. On remarque que leur ensemble est protégé thermiquement par un écran à trois parois parcouru par l'hydrogène vaporisé, et que l'échantillon est accessible par le haut. Naturellement, il ne saurait être question ici de récupérer l'échantillon froid après irradiation, mais on peut faire in situ toutes les expériences qui ne nécessitent que des mesures électriques et, éventuellement, un déplacement vertical limité, comme c'est le cas pour des mesures magnétiques par extraction. On peut aussi effectuer des recuits contrôlés, hors flux, en diminuant le débit ou la pression de l'hélium de façon à arrêter la liquéfaction, et en réglant à l'aide de la vanne de détente ces paramètres à une valeur appropriée, pour obtenir la température désirée.

Comme la boucle à 28°K , la boucle à 5°K peut être déplacée horizontalement dans l'eau sans arrêt du refroidissement.

La puissance de réfrigération, mesurée par chauffage électrique, est de l'ordre de 5 à 6 Watts à 5°K . Cette puissance, compte tenu de la possibilité d'adjonction d'écrans de plomb réduisant le rayonnement γ , suffit pour de nombreuses expériences.

En fait cette boucle, essayée au début de 1963, a fonctionné en utilisant le circuit d'hydrogène lui-même de la boucle à hydrogène. A cause de l'importance de la demande en irradiations à 30°K , nous avons dû renoncer à cette solution et la boucle à hélium n'a pas fonctionné depuis lors. Un autre circuit d'hydrogène, analogue mais plus puissant, est en cours d'installation, et parallèlement la puissance du circuit d'hélium existant est augmentée; cela permettra d'obtenir un fonctionnement simultané des deux appareils, et de porter la puissance de réfrigération de la boucle à hélium liquide aux environs de 20 watts.

Nous voudrions, pour terminer, signaler les grands avantages que nous avons trouvés à l'emploi de piles piscines pour les irradiations à basses températures. En dehors même de l'avantage fondamental dû à la grande proportion de neutrons rapides dans le flux, la pile piscine permet, par rapport à d'autres types de piles, une simplification de la conception des appareils et une remarquable souplesse dans leur emploi. Par exemple la possibilité de mesures "in situ" après irradiation, hors flux et sans arrêt de la pile est difficilement imaginable dans un autre type de réacteur.

REFERENCES

- [1] L. BOCHRIOL, J. DOULAT, L. WEIL
Principe d'un dispositif d'irradiation à azote liquide et sa réalisation pour utilisation dans une pile piscine.
En français : rapport CEA n° 1827 (1961)
en anglais : Advances in Cryogenic Engineering,
vol. 6, p. 130 (1961) Plenum Press.
- [2] B. JACROT, A. LACAZE, L. WEIL
Cellule à hydrogène dans la pile EL 3 de Saclay,
Comptes-rendus du X^e Congrès International du Froid,
Copenhague, 1959, Vol. 1, p. 214
- [3] A. LACAZE, L. WEIL
Pipe-line pour hydrogène liquide
Comptes-rendus du X^e Congrès International du Froid,
Copenhague, 1959, vol. 1, p. 218
- [4] P. PERETTO, P. MOSER, D. DAUTREPPE
Traînage magnétique de diffusion sur du nickel pur irradié aux neutrons à 28°K.
Comptes-Rendus Académie des Sciences, Paris,
258, 499-501 (1964)

Manuscrit reçu le 19.5.1964

LEGENDE DES FIGURES ET PHOTOGRAPHIES

- Fig. 1** Principe des boucles à double circuit
- Fig. 2** Boucle à azote liquide type A - Vue éclatée
- Fig. 3** Boucle à azote liquide type B
Schéma général
- Fig. 4** Boucle à azote liquide type B
Schéma de la boucle proprement dite
- Fig. 5** Boucle à azote liquide type B
Coupe schématique de la partie immergée
- Fig. 6** Boucle à azote liquide type B
Canalisation d'alimentation
Mouvement de translation
- Fig. 7** Boucle à azote liquide type B
Schéma de la tête tournante
- Fig. 8** Boucle à azote liquide type B
Courbes de consommation en azote liquide
- Fig. 9** Boucle à hydrogène liquide
Schéma des circuits
- Fig. 10** Boucle à hydrogène liquide
Schéma du bas de boucle
- Fig. 11** Boucle à hélium liquide
Schéma du circuit d'hélium
- Fig. 12** Boucle à hélium liquide
Coupe schématique du bas de boucle

- Photo 1** **Un défournement après irradiation dans une boucle à azote liquide Type A**
- Photo 2** **Montage des soufflets de la tête tournante de la boucle à azote liquide Type B**
- Photo 3** **La boucle à azote liquide Type B dans le coeur de Siloé**
- Photo 4** **Baie de commande et canalisations d'alimentation de la boucle à azote liquide Type B**
- Photo 5** **Vue de la plate-forme supérieure de Mélusine.
Au premier plan, les groupes de pompage des boucles froides. Au-dessus, l'extrémité du pipe-line à hydrogène liquide avec sa "tête tournante". Au fond, la salle de contrôle.**
- Photo 6** **Le tableau de commande de la boucle à hydrogène - néon et de la boucle à hélium. En haut, le pipe-line à hydrogène liquide.**

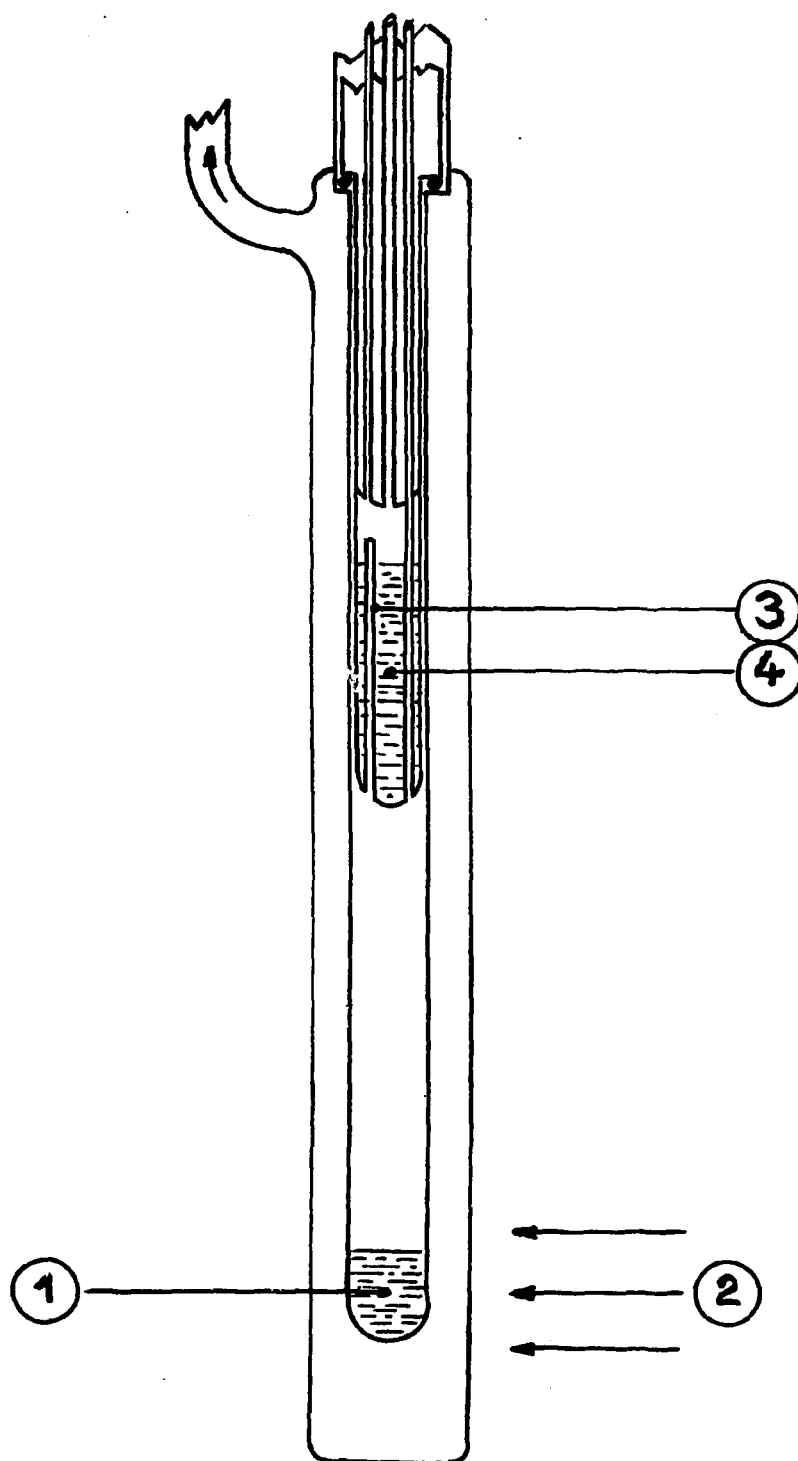


Fig. 1 - PRINCIPE DES BOUCLES A DOUBLE CIRCUIT

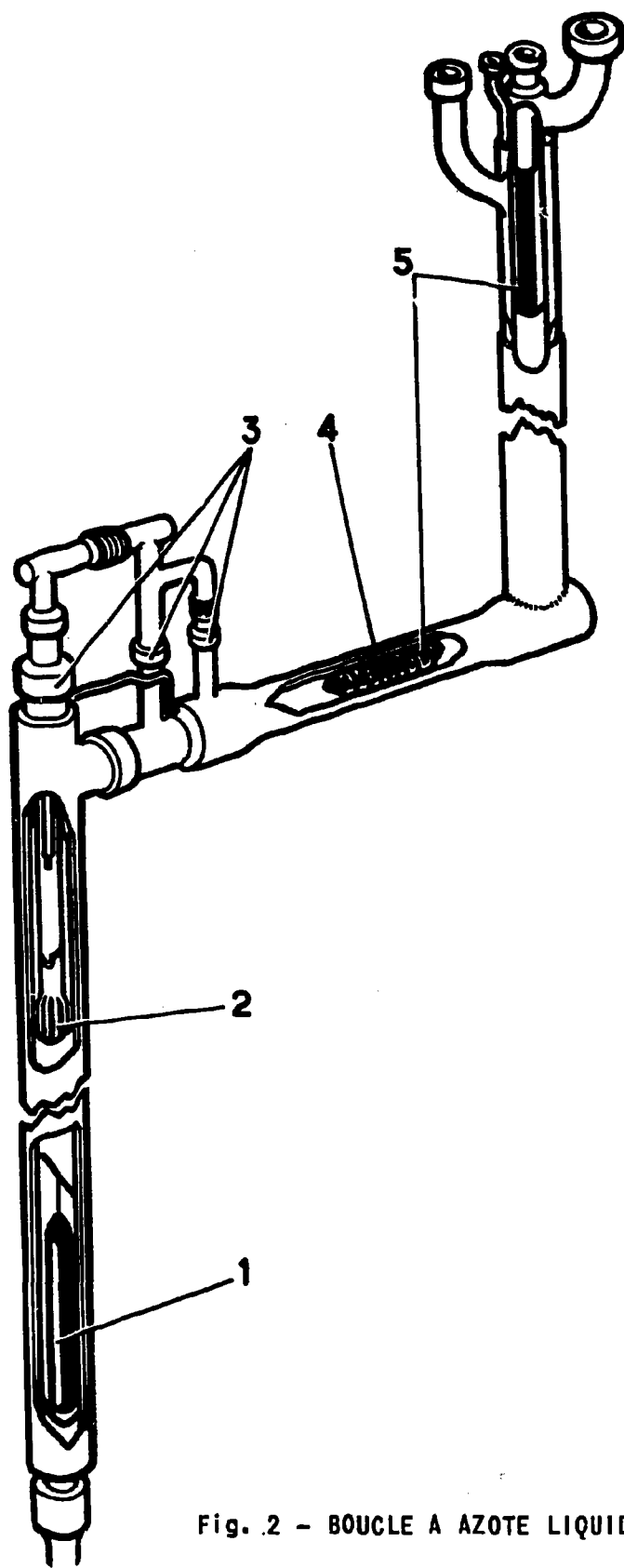


Fig. 2 - BOUCLE A AZOTE LIQUIDE TYPE A - VUE ECLATEE

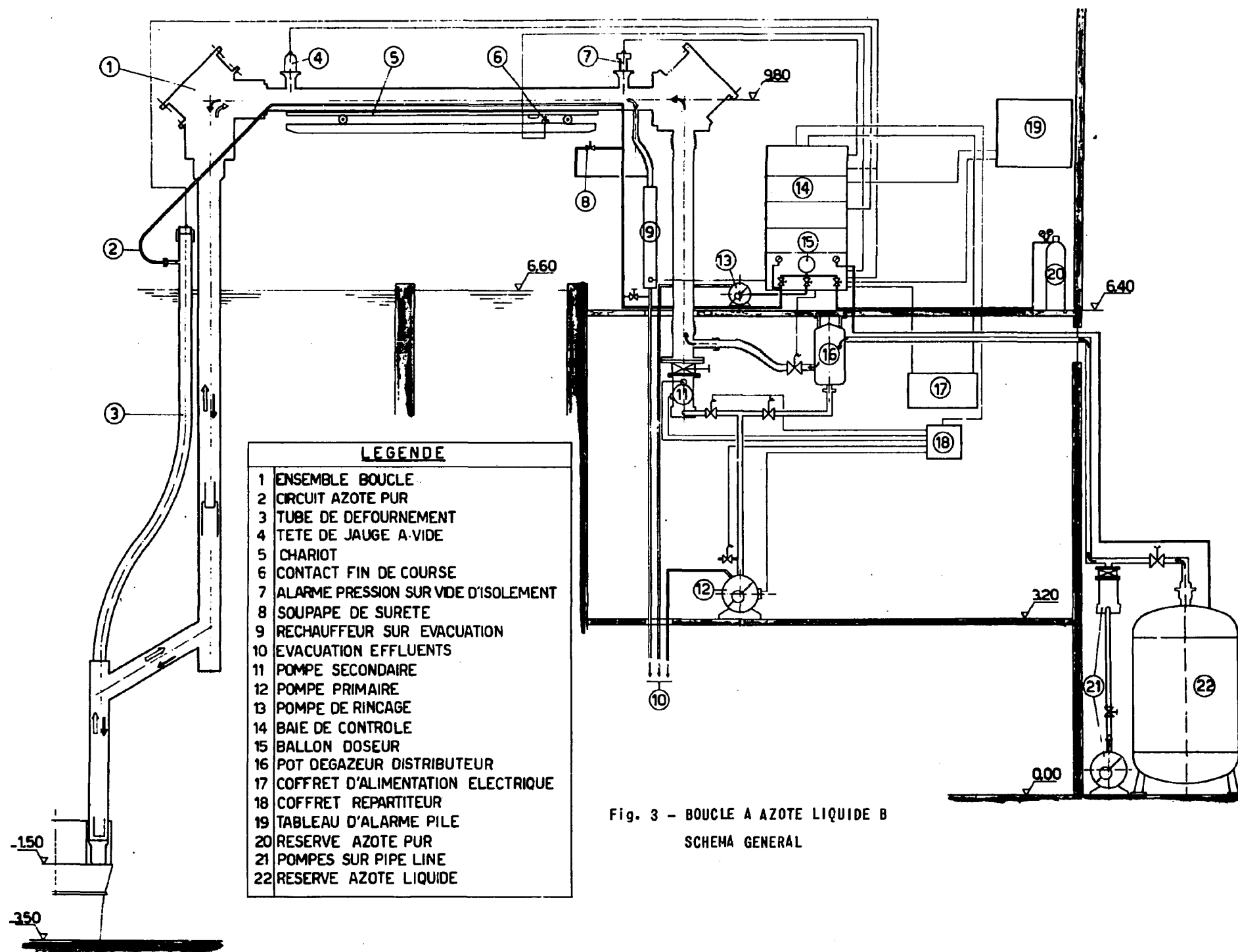


Fig. 3 - BOUCLE A AZOTE LIQUIDE B
SCHEMA GENERAL

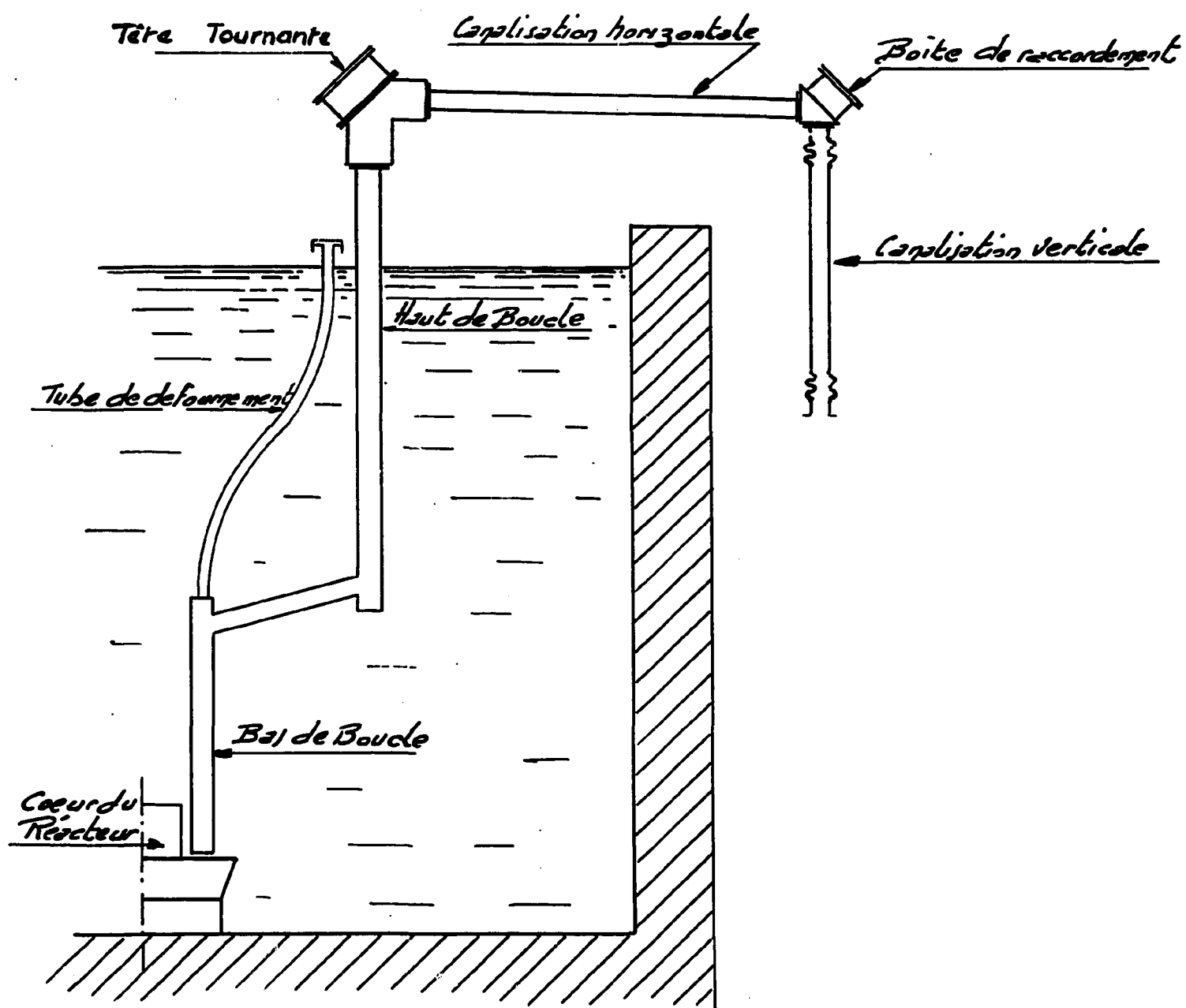
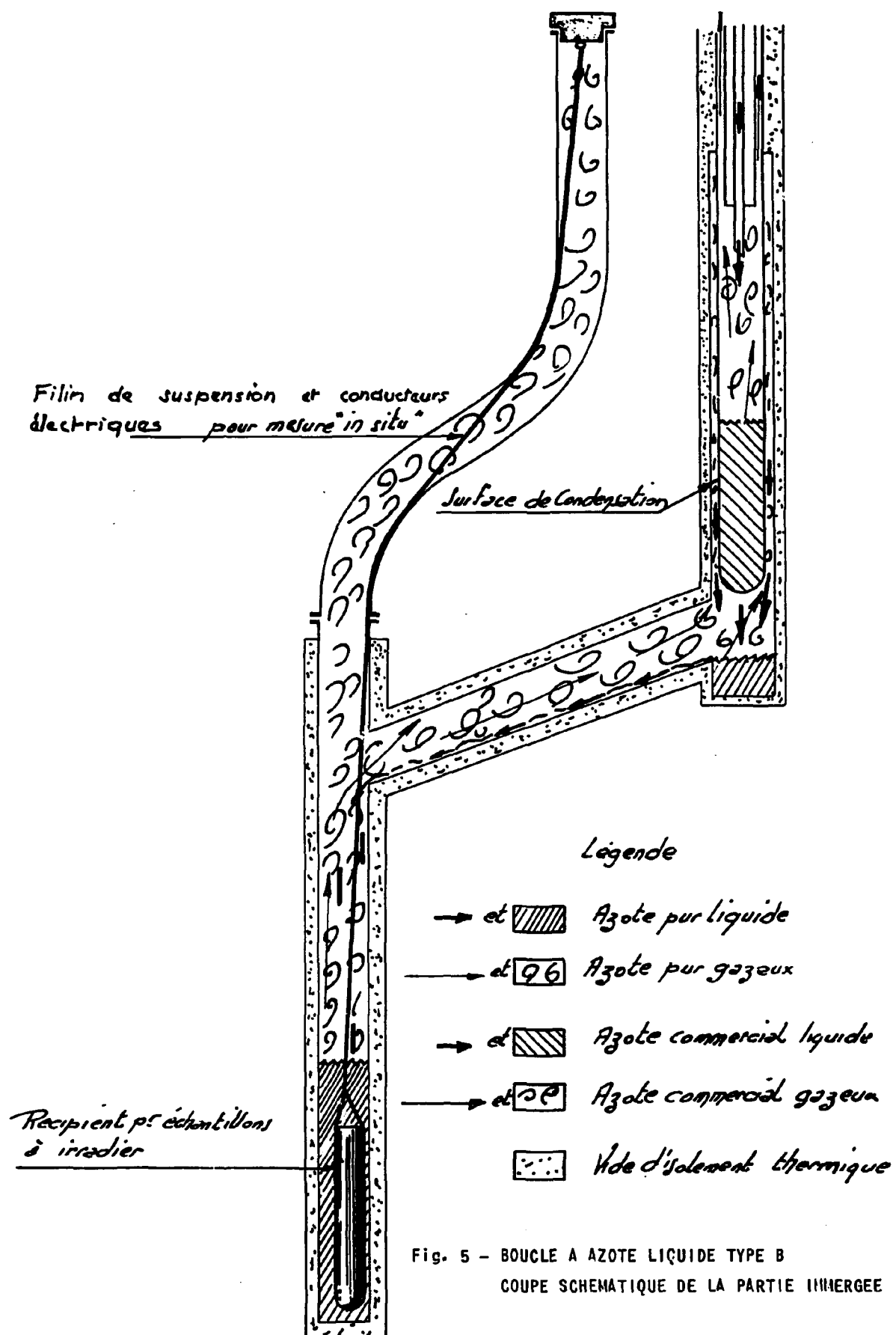
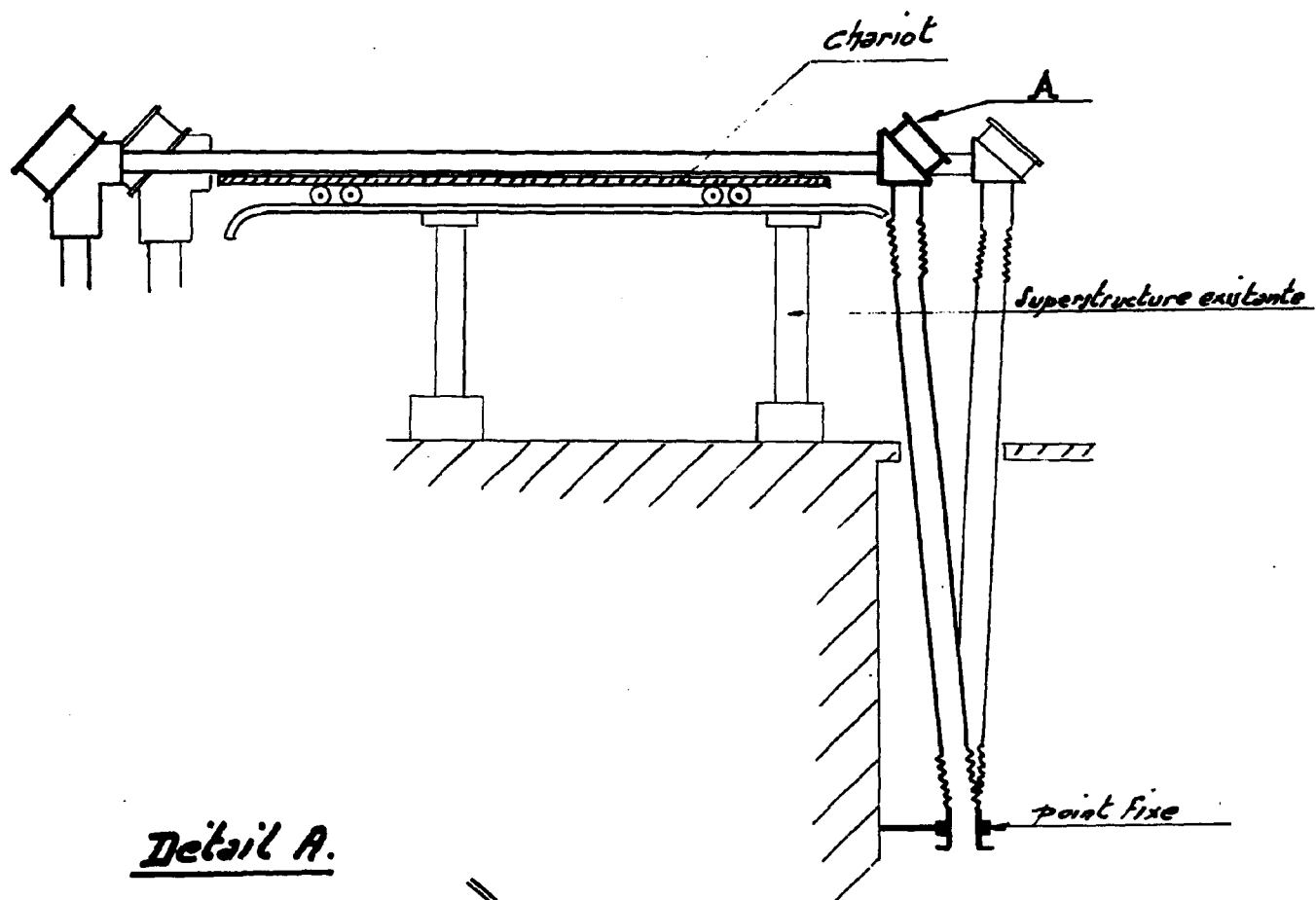


Fig. 4 - BOUCLE A AZOTE LIQUIDE TYPE B
SCHEMA DE LA BOUCLE PROPREMENT DITE





Détail A.

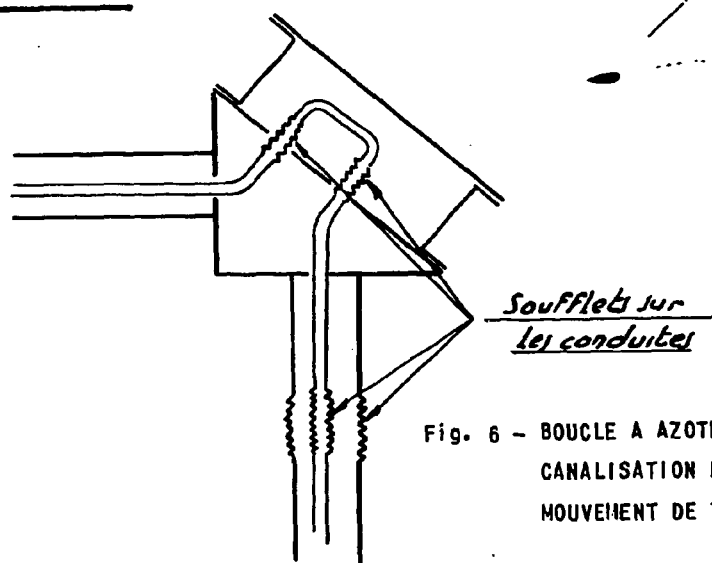


Fig. 6 - BOUCLE A AZOTE LIQUIDE TYPE B
CANALISATION D'ALIMENTATION
MOUVEMENT DE TRANSLATION

*Vue de côté
Position repos
des soufflets*

*Alimentation
en Azote Comprimé*

*Echappement d'Azote
évaporé*

*Jointis tournants
étanches au vide*

*Vue de dessus:
Position des soufflets
0-1, 1-2, 2-3, 3-4 lorsque le
point A initialement à la
verticale de 0, a décrit une
rotation de 120°*

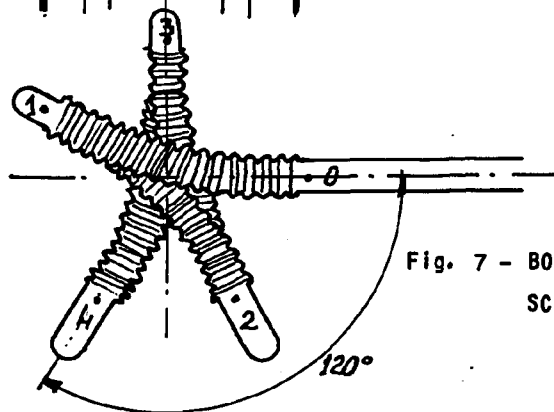


Fig. 7 - BOUCLE A AZOTE LIQUIDE TYPE B
SCHEMA DE LA TETE TOURNANTE

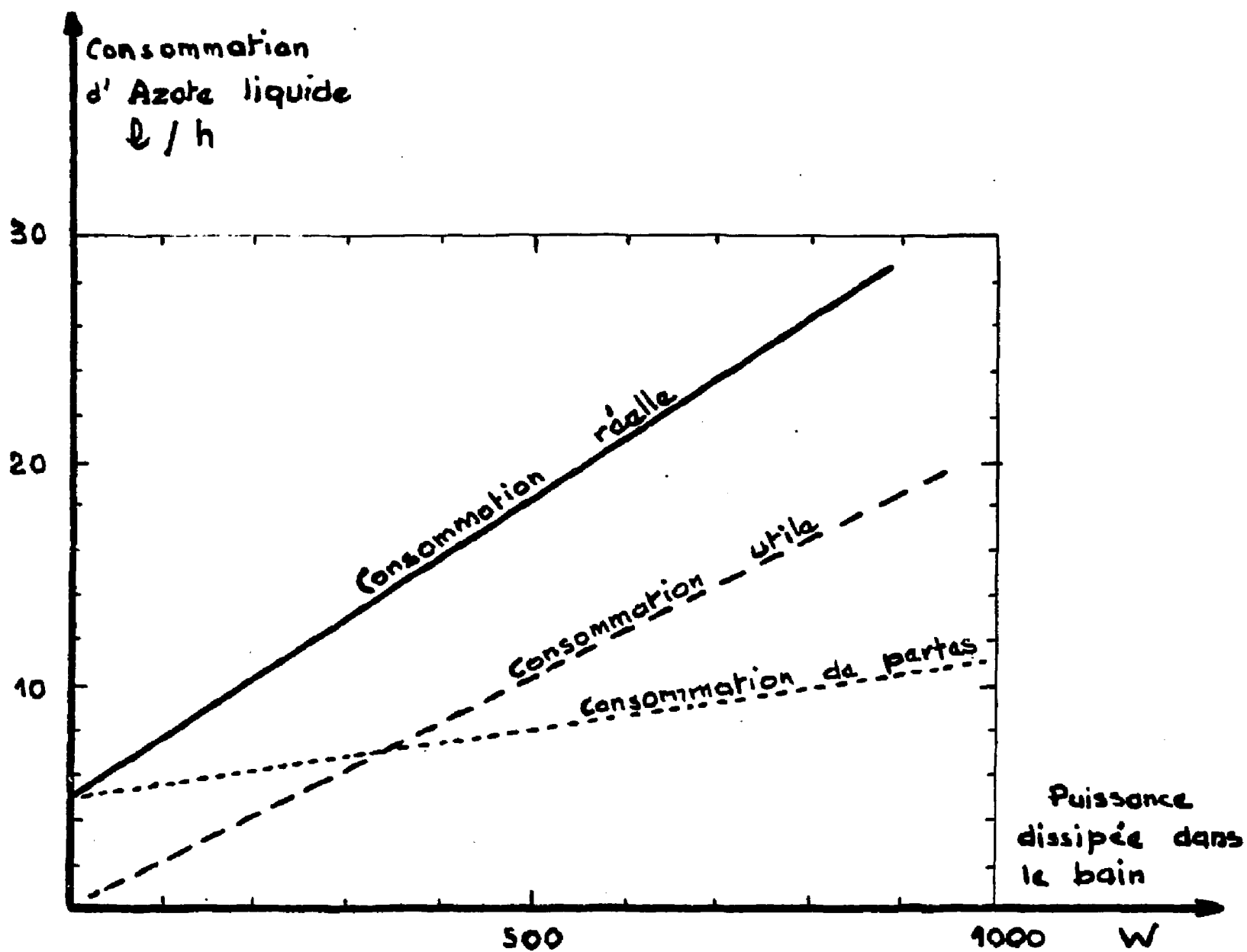


Fig. 8 - BOUCLE A AZOTE LIQUIDE TYPE B
COURBES DE CONSOMMATION EN AZOTE LIQUIDE

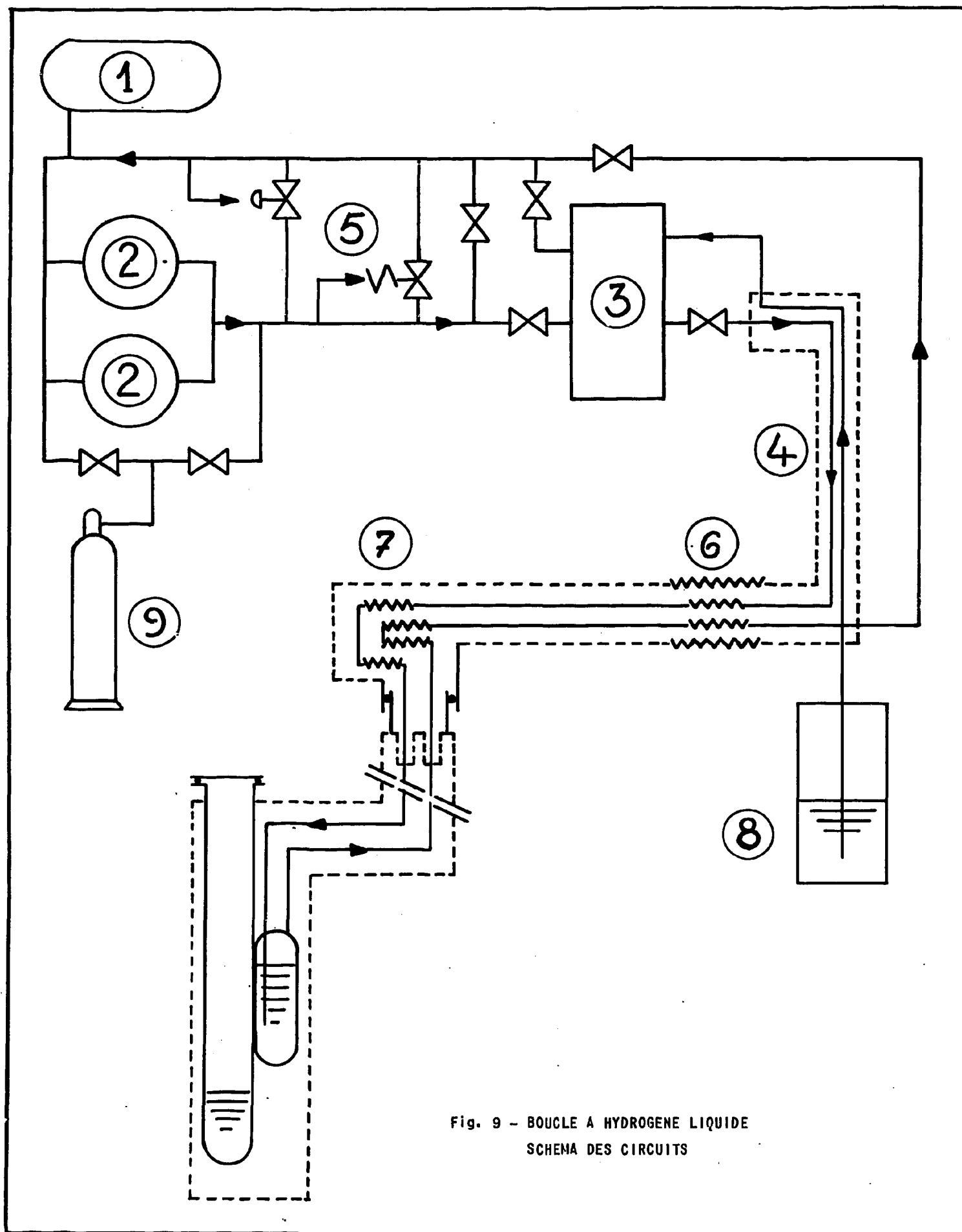


Fig. 9 - BOUCLE A HYDROGENE LIQUIDE
SCHEMA DES CIRCUITS

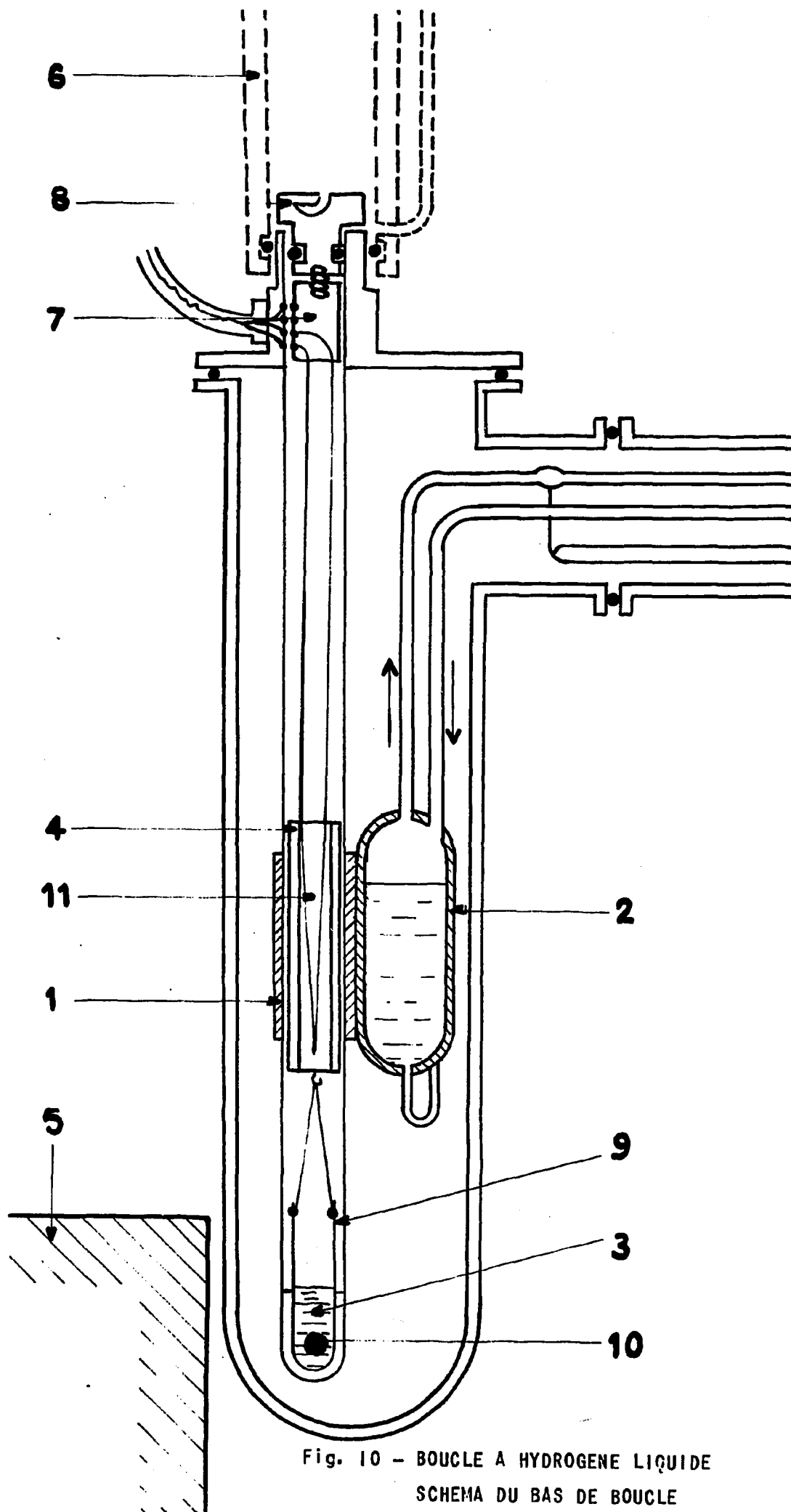


Fig. 10 - BOUCLE A HYDROGENE LIQUIDE
SCHEMA DU BAS DE BOUCLE

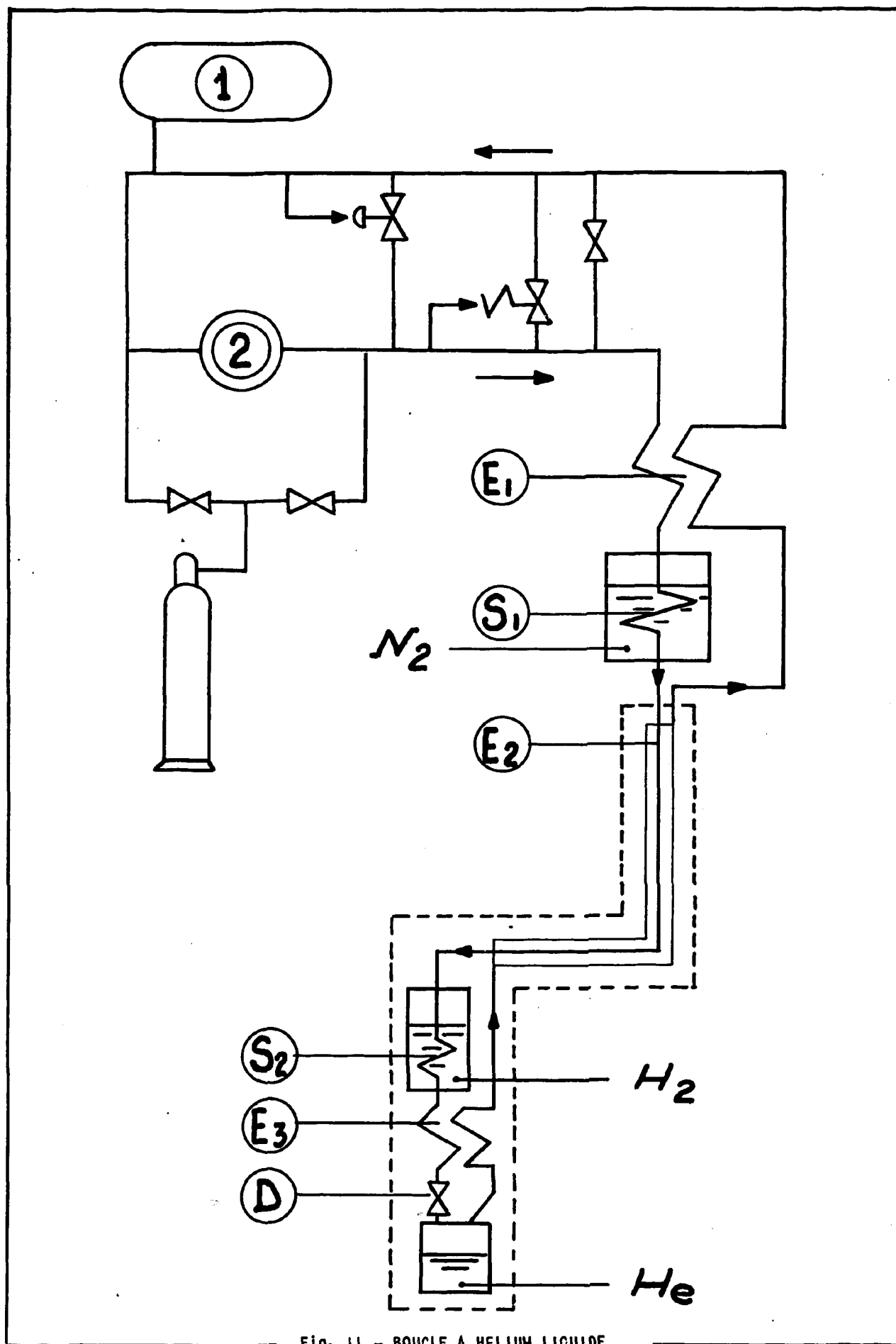


Fig. 11 - BOUCLE A HELIUM LIQUIDE
SCHEMA DU CIRCUIT D'HELIUM

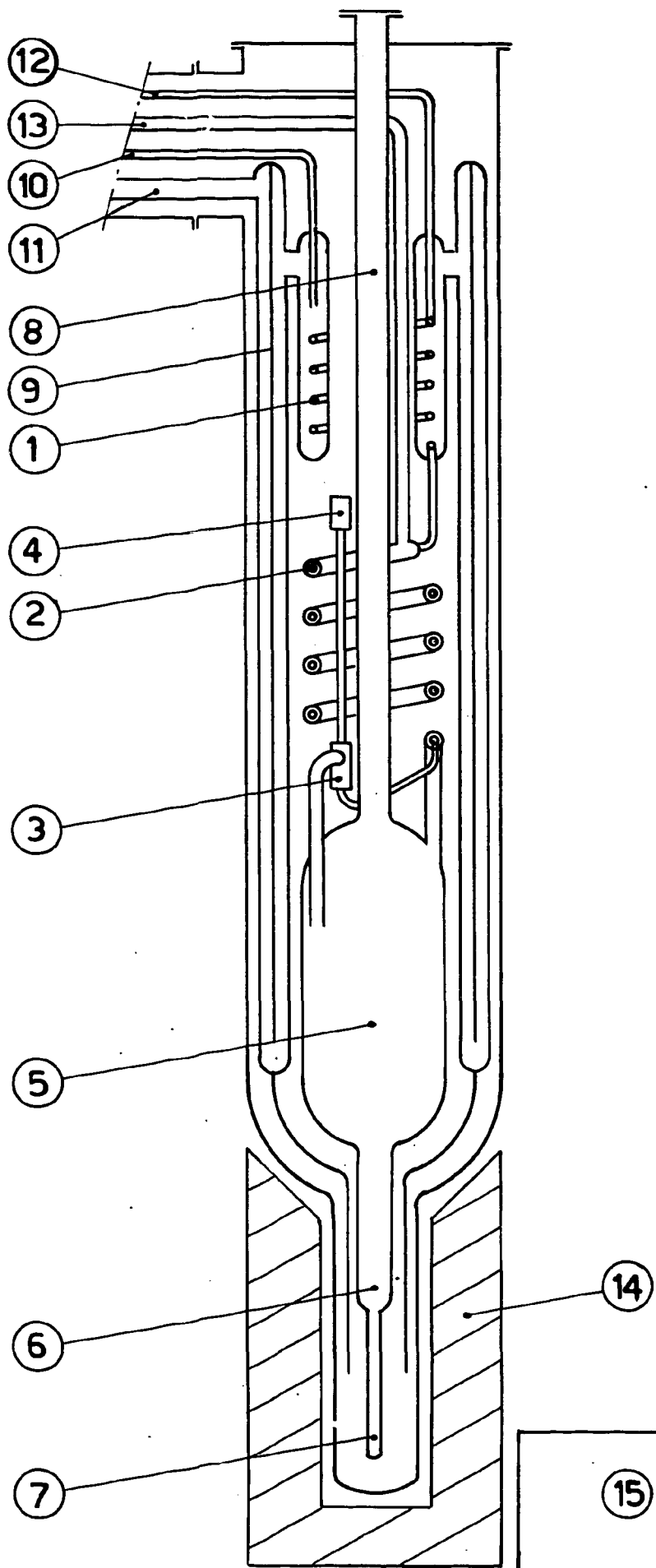


Fig. 12 - BOUCLE A HELIUM LIQUIDE
COUPE SCHEMATIQUE DU BAS DE BOUCLE



Photo 1 UN DEFOURNEMENT APRES IRRADIATION DANS UNE BOUCLE A AZOTE LIQUIDE TYPE A

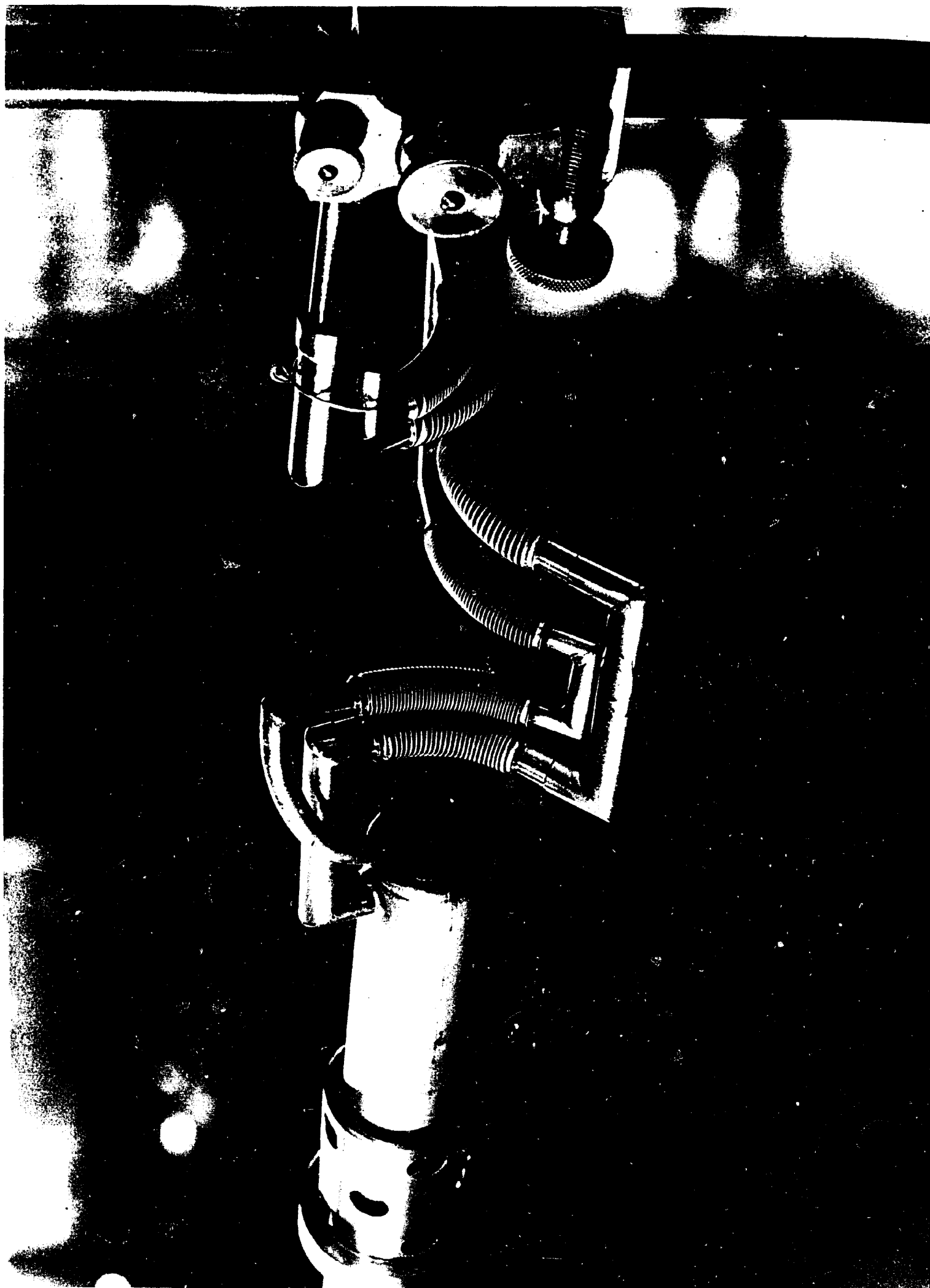


Photo 2 MONTAGE DES SOUFFLETS DE LA TETE TOURNANTE DE LA BOUCLE A AZOTE LIQUIDE
TYPE B



Photo 3 LA BOUCLE A AZOTE LIQUIDE TYPE B DANS LE COEUR DE SILOE

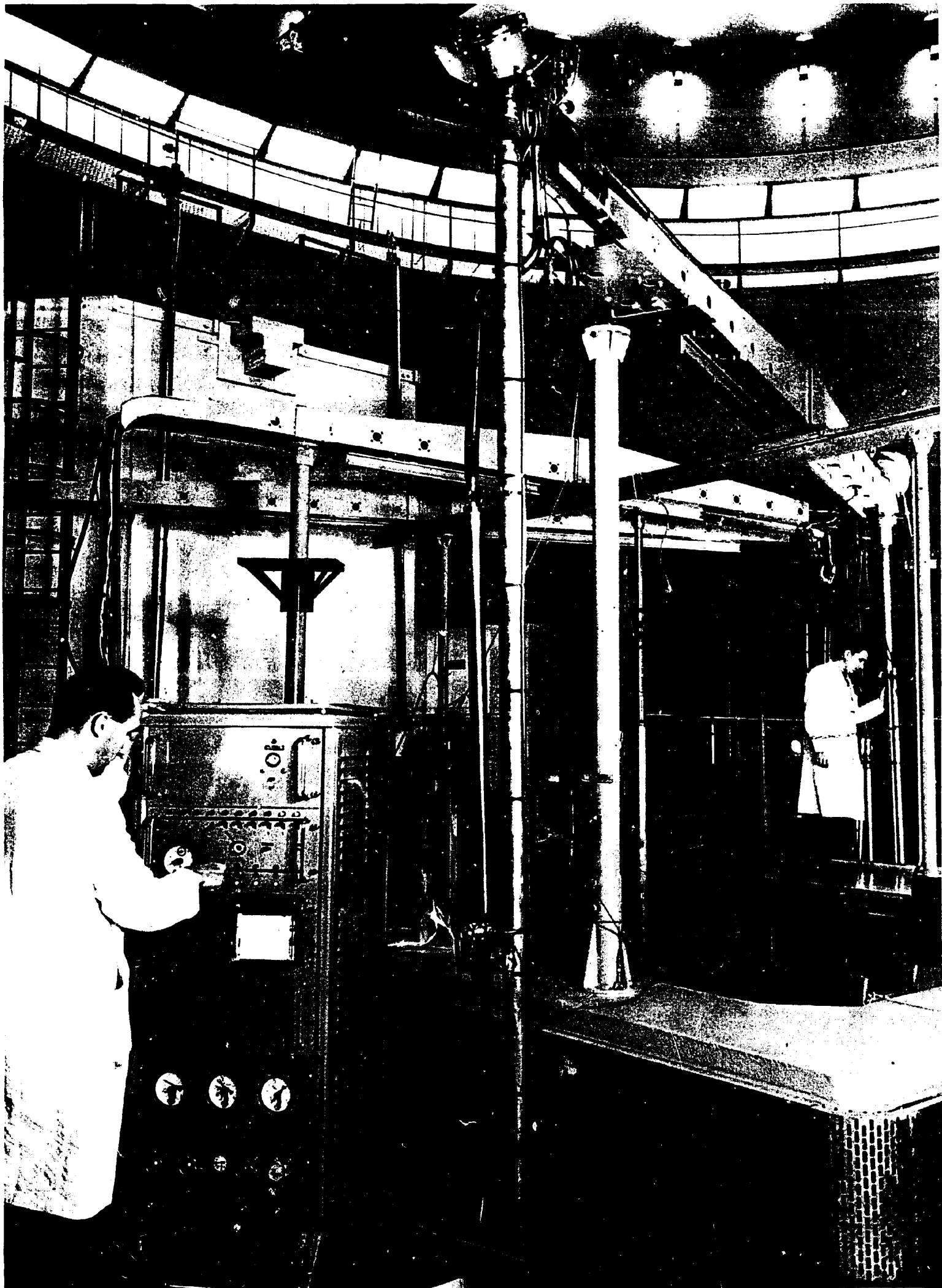


Photo 4 BAIE DE COMMANDE ET CANALISATIONS D'ALIMENTATION DE LA BOUCLE A AZOTE
LIQUIDE TYPE B

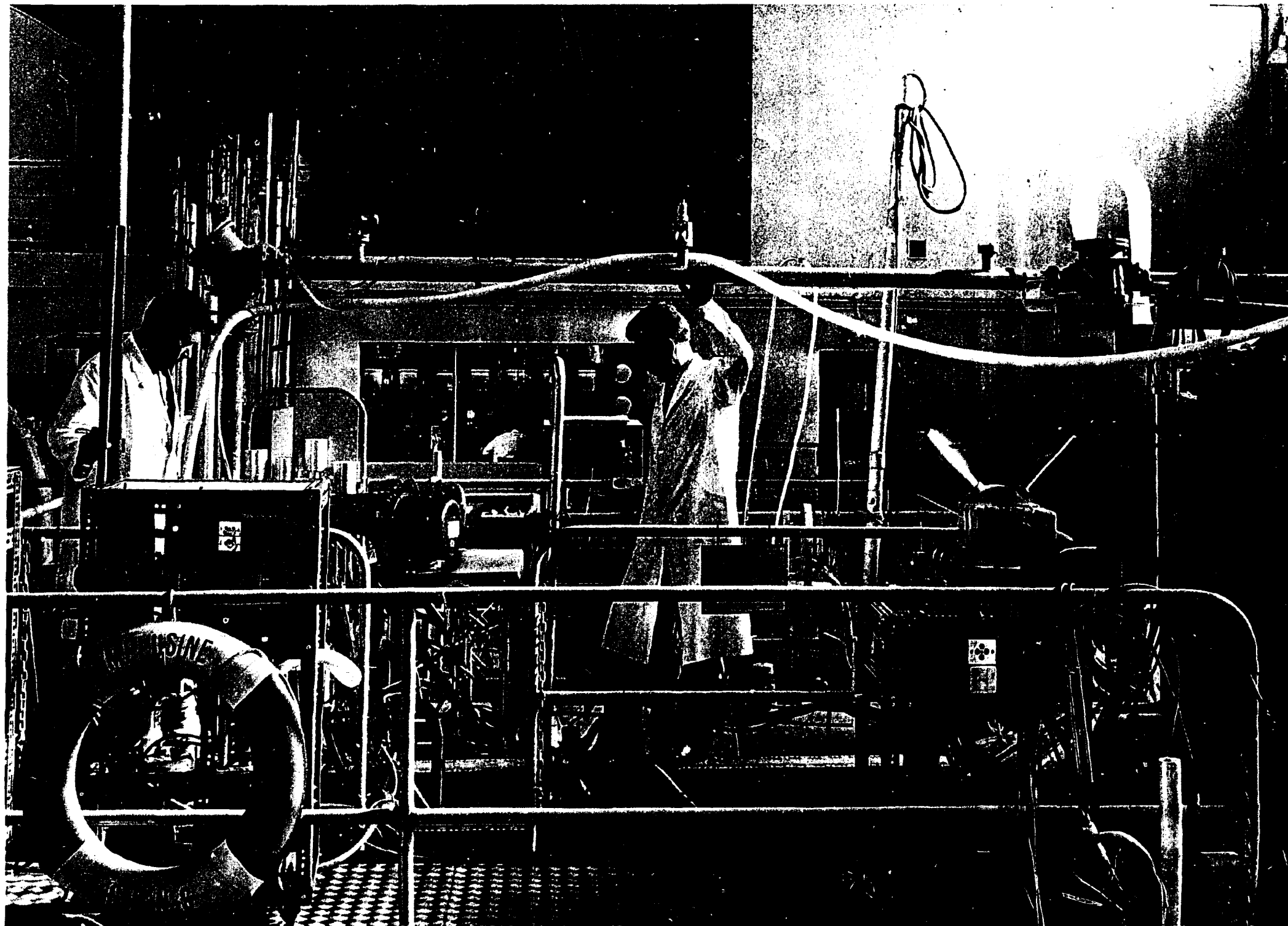


Photo 5 VUE DE LA PLATE-FORME SUPERIEURE DE MELUSINE.
AU PREMIER PLAN, LES GROUPES DE POMPAGE DES BOUCLES FROIDES. AU-DESSUS, L'EXTREMITE DU PIPE-LINE A HYDRO
GENE LIQUIDE AVEC SA "TETE TOURNANTE". AU FOND, LA SALLE DE CONTROLE.

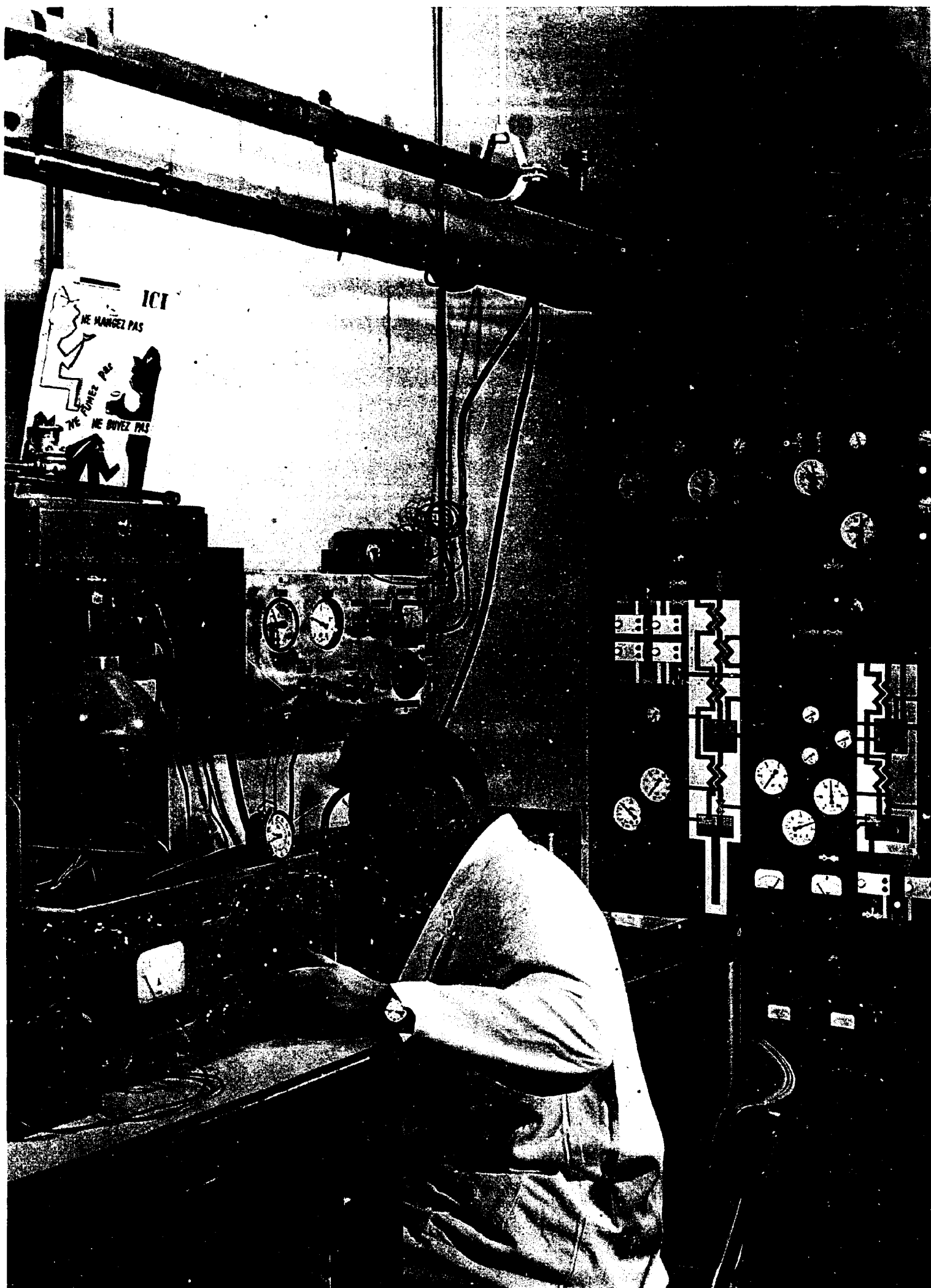


Photo 6 LE TABLEAU DE COMMANDE DE LA BOUCLE A HYDROGENE - NEON ET DE LA BOUCLE A HELIUM. EN HAUT, LE PIPE-LINE A HYDROGENE LIQUIDE.

FIN