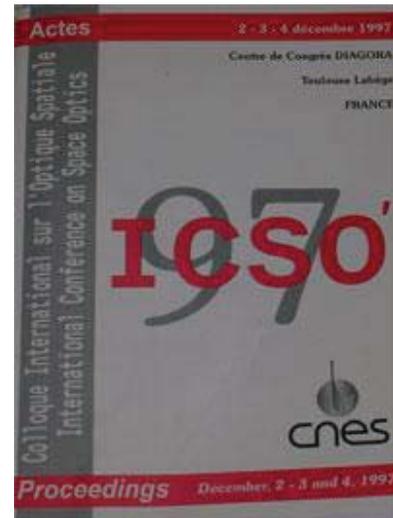


International Conference on Space Optics—ICSO 1997

Toulouse, France

2–4 December 1997

Edited by George Otrio



Diagnostics optiques pour la mesure de fluides critiques en micro-gravité dans les instruments ALICE et DECLIC

Alain Durieux, Claude Babolat, Pierre Dureux, Bernard Martin



icso proceedings



International Conference on Space Optics — ICSO 1997, edited by Georges Otrio, Proc. of SPIE Vol. 10570, 105701C · © 1997 ESA and CNES · CCC code: 0277-786X/18/\$18 · doi: 10.1117/12.2326488

DIAGNOSTICS OPTIQUES POUR LA MESURE DE FLUIDES CRITIQUES EN MICRO-GRAVITE DANS LES INSTRUMENTS ALICE ET DECLIC

Alain DURIEUX, Claude BABOLAT, Pierre DUREUX⁽¹⁾, Bernard MARTIN⁽²⁾

(1) SODERN - 20 avenue Descartes - 94451 Limet-Brevannes Cedex

(2) AEROSPATIALE Espace et Defense - B.P 111 - F 33165 Saint-Medard-en-Jalles

RESUME - L'instrument ALICE 2, utilise depuis août 1996 dans la station spatiale MIR offre sept diagnostics pour l'étude des fluides au point critique en microgravite. Le futur instrument DECLIC étendra le domaine d'investigation aux fluides supercritiques a haute température tels que l'eau, et a l'étude de la croissance dans les matériaux transparents.

ABSTRACT - The ALICE 2 instrument, on board space station MIR since august 1996, offers seven optical diagnostics for the study of fluids near critical point under microgravity conditions. DECLIC will be the follow-on facility. The field of investigation will be enlarged to fluids such pure water with a high critical temperature and to growth solidification of transparent materials.

1 - INTRODUCTION - BUTS SCIENTIFIQUES

En situation de gravité très faible, la convection étant presque nulle, le comportement des fluides au voisinage du point critique a été étudié sur un modèle de CO₂ grâce à l'instrument ALICE 2. Dans ce domaine les fluides ont une densité élevée, une faible viscosité et peuvent être fortement comprimés. L'instrument DECLIC participera aux modélisations des systèmes hypercompressibles et des réactions chimiques dans les solutions supercritiques. Les moyens thermiques et optiques de DECLIC seront aussi utilisés pour suivre les processus de solidification dans des alliages organiques transparents représentatifs d'alliages métalliques.

2 - INSTRUMENT ALICE 2

2.1 - Mission

Le modèle de vol ALICE 2 est installé dans la station spatiale MIR où il est utilisé depuis août 1996 avec les thermostats expérimentaux contenant les fluides, apportés lors des missions successives, y compris ceux qui avaient été étudiés avec l'instrument ALICE 1.

2.2 - Concept de l'instrument

Cet instrument a été développé pour le CNES par une équipe industrielle dirigée par AEROSPATIALE Espace et Défense dans son Etablissement d'Aquitaine. En particulier les sous-ensembles optiques ont été étudiés et réalisés par SODERN/CERCO. Dans un volume de 0,95 x 0,60 x 0,32 m les 2 boîtiers optiques, les boîtiers électroniques (régulation thermique, enregistrement des données), le support de thermostat sont fixés sur une plaque de base qui assure la stabilité géométrique de l'instrument.

La face avant porte un panneau de commande, un écran de visualisation et une trappe pour le chargement des thermostats

Les expériences sont généralement exécutées à partir de séquences pré-enregistrées, mais il est possible de faire intervenir un opérateur dans la station spatiale

Les données expérimentales et les images sont enregistrées sur un support informatique pour être ramenées sur Terre, une liaison pour télétransmission est aussi utilisable

2.3 - Les thermostats

Les fluides supercritiques expérimentaux sont enfermés dans des cavités de diamètre 12 mm, d'épaisseur 1 à 10 mm percées dans un cylindre à base de cuivre et obturées par des fenêtres optiques transparentes. Chaque SCU (Sample Cell Unit) ainsi constituée est équipée de senseurs de température et peut être complétée par des capteurs de pression. Deux SCU, dont une est associée à un interféromètre, sont placées dans chaque thermostat. Elles sont entourées de 3 parois cylindriques concentriques qui portent des fenêtres optiques ou des lentilles. La régulation thermique est assurée avec une stabilité meilleure que $50 \mu\text{K/h}$ et une précision absolue meilleure que 5 mK. Dimensions extérieures : diamètre 145 mm, longueur 245 mm

2.4 - Le système optique

Le thermostat est placé entre deux sous-ensembles optiques : le BOE (Bloc Optique d'Entrée) met en forme les faisceaux optiques qui après traversée du thermostat, sont traités dans le BOS (Bloc Optique de Sortie). La figure 1 représente les trajets optiques pour les 7 diagnostics disponibles dans les 2 blocs optiques et le thermostat. Les mécanismes de commutation (3 dans chaque Bloc Optique) et des séparateurs optiques permettent de partager les principales ressources (laser et caméras) entre ces modes de fonctionnement.

Les principes optiques et les performances obtenues sont décrits ci-dessous. L'architecture optique se différencie de celle de l'instrument ALICE 1 [Ref 1] par la création de la mise au point en mode microscopie, une plus grande sensibilité du diagnostic d'ombroscopie avec grille, l'introduction d'obturateur et d'atténuateur.

Observation grand champ La source de lumière est une diode électroluminescente (670 nm), homogénéisée par un diffuseur qui sort du BOE de façon à avoir un éclairage télécentrique de l'objet (\varnothing 12 mm) dans la SCU. Sur cette voie, le thermostat est équipé de lentilles de collimation. Une image intermédiaire, formée par un objectif commun dans le BOS, est reprise par un objectif fixe au commutateur microscopie grand champ. La dernière image, dans le plan du détecteur CCD de la caméra, a un diamètre de 6,6 mm et une résolution de 500 lignes vidéo, soit $25 \mu\text{m}$ dans l'objet.

Observation microscopie vue centre La dimension de l'objet est $1 \times 1,3 \text{ mm}$. Une deuxième diode électroluminescente est dédiée à son éclairage pour conserver le niveau de signal sur la caméra. Dans le BOS, le commutateur est basculé de façon à mettre l'objectif microscopie sur le trajet optique. Le grandissement est 12 fois plus important et la résolution dans l'objet est de $2 \mu\text{m}$, pour une profondeur de champ inférieure à $15 \mu\text{m}$.

Observation microscopie vue fenêtre Cette nouvelle fonction utilise un mécanisme qui interpose un groupe de lentilles à l'entrée dans le BOS. Le plan conjugué sur la caméra est ainsi avancé jusqu'à 1 mm vers la fenêtre de sortie de la SCU avec les mêmes caractéristiques que dans le plan central. Il est alors possible d'observer l'interface fluide-fenêtre.

ALICE 2 : OPTICAL SYSTEM

- [1] wide field observation
- [2] grid shadowing observation
- [3] microscopy - SCU center
- [4] microscopy - SCU window
- [5] interferometry
- [6] small angle scattering
- [7] light transmission

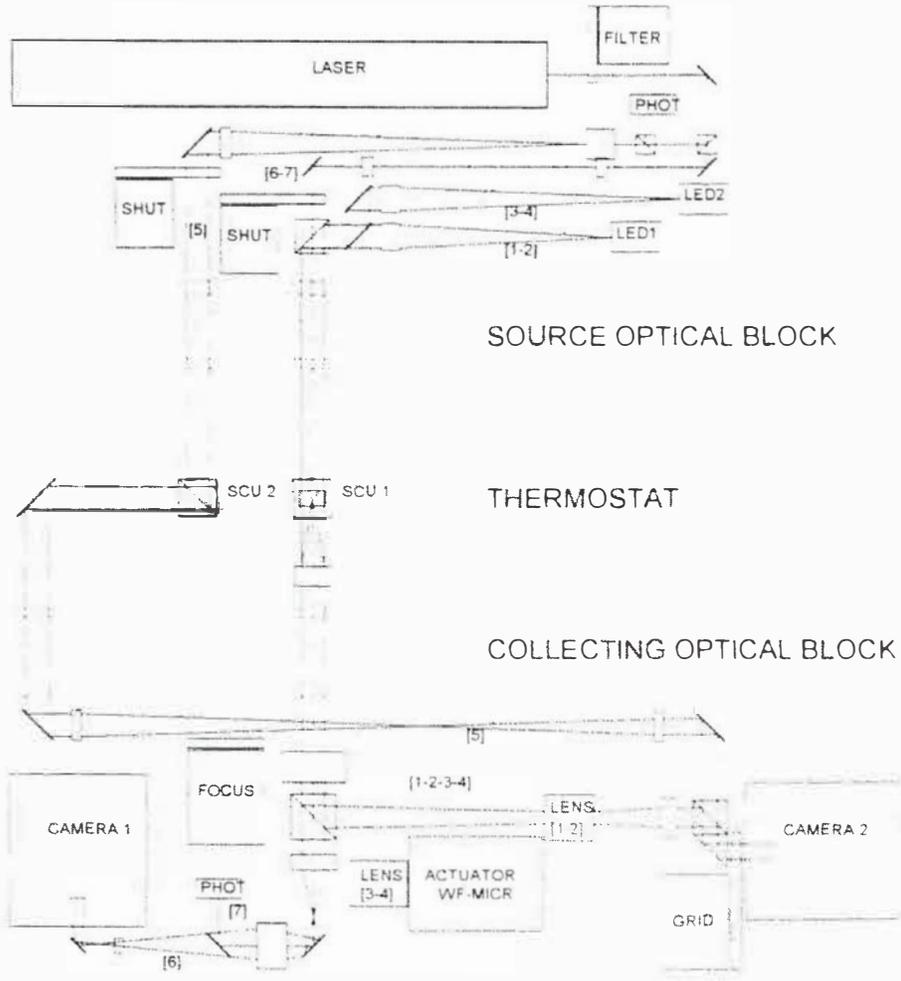


figure 1

SOBERN 1197

Diffusion et transmission Ces diagnostics sont toujours réalisés avec la même SCU, mais la source est un laser HeNe à 663 nm placé dans le BOE. Le diamètre faisceau dans la SCU, centre dans celle-ci, est de 0,3 mm

La puissance disponible (0,2 à 1 mW) est sélectionnée par un atténuateur motorisé. La valeur du signal de référence est mesurée dans le BOE. Dans le BOS, la séparation de la voie diffusion vers la deuxième caméra, identique à celle d'observation et de la voie transmission se fait par un miroir de petite surface placé dans un plan de focalisation du faisceau laser. Ainsi, à l'intérieur d'un cône de 13° angle 1° la lumière participe à la mesure de transmission alors qu'à l'extérieur et jusqu'à 13° la répartition d'énergie sur la caméra représente l'indicatrice de diffusion du fluide.

La précision sur la mesure de transmission est de 10^{-3}
La résolution angulaire de mesure de diffusion est de 2 mrad

Interférométrie. Une SCU est spécialisée pour cette analyse. L'interféromètre reçoit du BOE un faisceau laser collimaté après filtrage, de diamètre 12 mm à 70 % du maximum d'énergie. Dans le BOS, deux groupes de lentilles conjuguent le plan du fluide avec la caméra utilisée en observation. La combinaison des faisceaux optiques se fait par un prisme dichroïque. Cette voie a une résolution de 30 μm dans l'objet diamètre 12 mm

2.5 - Les nouveaux diagnostics

Observation grand champ avec grille On passe de l'observation grand champ à celle-ci par commutation de la grille placée devant la caméra. Il s'agit d'une technique d'ombroscopie. L'éclairage de l'objet étant télécentrique, un gradient d'indice s'y traduit par un gradient de déviation de la direction moyenne des faisceaux qui en sortent. Dans l'espace précédant la caméra, c'est donc un gradient de translation de la pupille de sortie qui va être visualisé grâce aux translations correspondantes de l'ombre de la grille sur la caméra

La figure 2 illustre le fonctionnement de la grille dans un cas où l'interface gaz (en bas de l'image) liquide (en haut) est plane sauf aux contacts avec la fenêtre où se forment des menisques. Par rapport à la vue de gauche (pratiquement sans information) la vue avec grille, sur laquelle on voit les 7 traits noirs de celle-ci, montre l'efficacité de cette méthode pour relier géométrie et variation d'indice dans le fluide

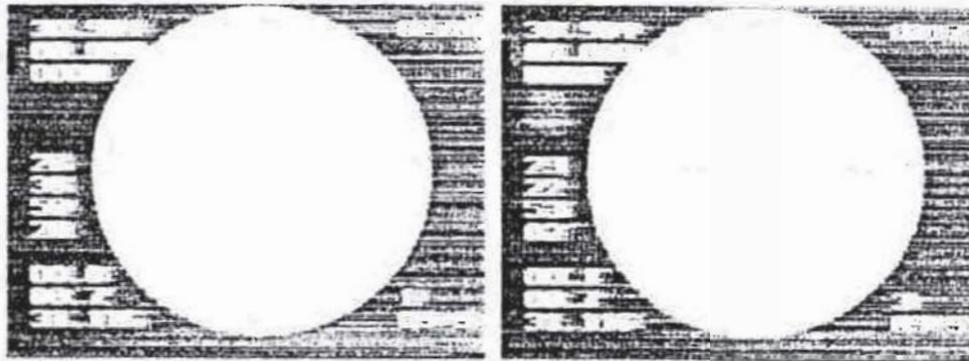


Fig. 2 images grand champ sans grille (à gauche), avec grille (à droite)

Microscopie haute résolution. Ce mode d'observation doit être utilisé lors d'une mission en 1998. Un thermostat et la SCU en mode observation vont être spécifiquement modifiés pour obtenir un gain de 3 en résolution, soit pratiquement $0.7 \mu\text{m}$ dans un objet de $0.35 \times 0.45 \text{ mm}$.

La SCU sera fermée par une lentille qui, avec les lentilles placées sur les enveloppes thermiques, formera un objectif de focale réduite. La conservation de l'éclairement sera obtenue par des lentilles sur ces mêmes parois, côté BOE.

2.6 - Résultats expérimentaux

L'instrument ALICE 2 [Ref. 2] a été conçu pour une durée de vie de 3 ans et 10000 séquences de commutation des mécanismes. Ce dernier chiffre a déjà été largement dépassé avec les thermostats disponibles dans la station MIR, dont ceux réalisés pour ALICE 1. Deux nouvelles missions sont prévues en 1998.

Le comportement des fluides supercritiques au voisinage immédiat du point critique a pu être précisé en microgravité. Les images (Fig. 3) illustrent l'évolution du fluide à la suite d'une trempe thermique.

3 - L'INSTRUMENT DECLIC

3.1 - Contexte de l'instrument

L'instrument DECLIC (Dispositif pour l'étude de la Croissance et des Liquides Critiques) est un projet étudié par le CNES [Référence 3] et destiné à être utilisé à bord de la Station Spatiale Internationale à partir de 2001. Il doit bien sûr reprendre toutes les fonctionnalités d'ALICE 2 en microgravité, c'est-à-dire les fluides supercritiques à moins 100°C et 100 bars, mais aussi étendre le domaine expérimental aux fluides supercritiques à des températures jusqu'à 600°C et des pressions jusqu'à 500 bars. Au premier rang de ces fluides se trouvent l'eau (374°C et 221 bars) et les solutions aqueuses. L'autre domaine d'étude prévu est la solidification dirigée d'alliages transparents.

Conçu pour être intégré à bord d'un des modules de l'ISS, Declic doit avoir des interfaces standard et minimales avec la Station, avoir une architecture modulaire pour faciliter la maintenance ou la reconfiguration à bord ou par retour à Terre, pouvoir être actionné depuis le sol.

La définition retenue est compatible d'une configuration au standard EXPRESS Rack [Référence 4], les principaux modules étant intégrés dans des tiroirs de type Mid Deck Locker (MDL).

Un MDL sera dédié aux fonctions électroniques communes, au traitement des données et à leur archivage. Le deuxième MDL supportera le thermostat et comprendra les sous-ensembles optiques, les échangeurs thermiques et des circuits électroniques de mise en forme des signaux.

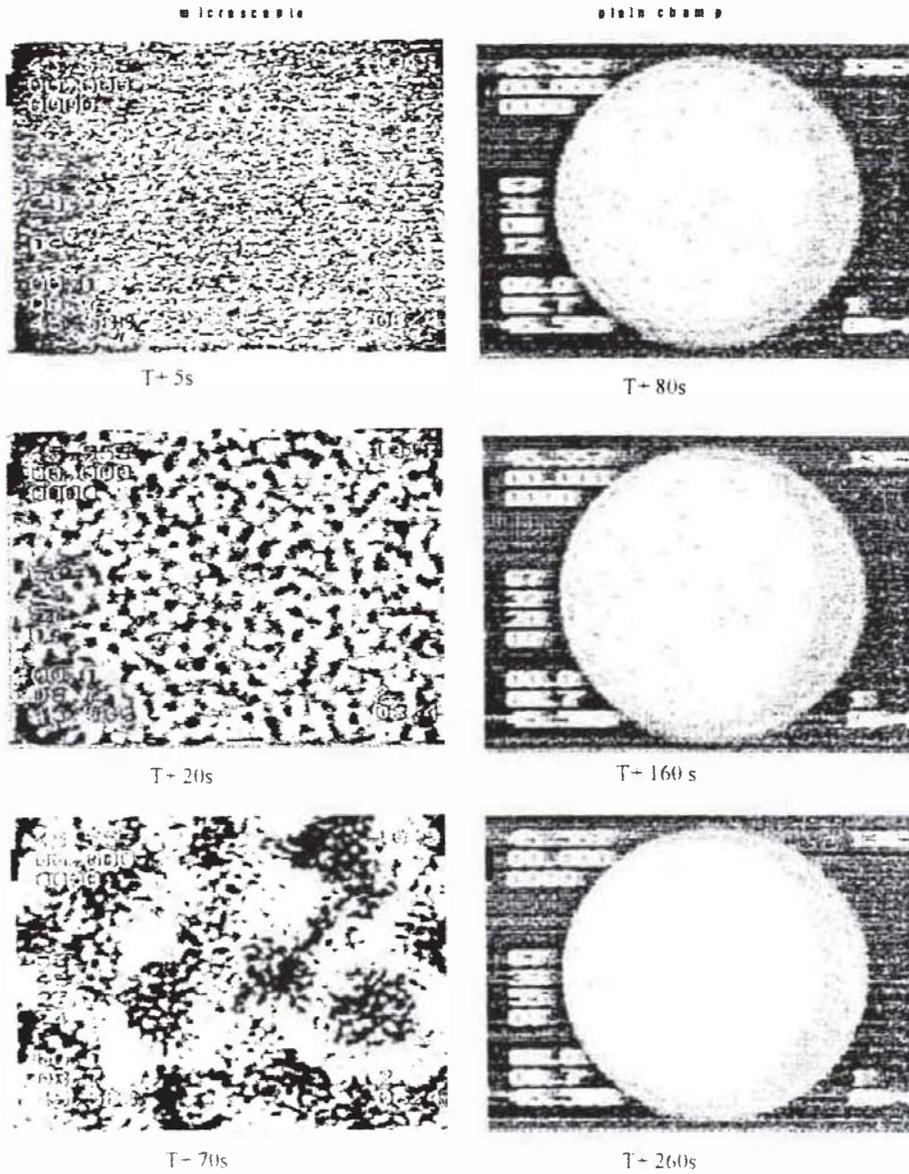


Fig 3 croissance rapide apres une trempé thermique de 2.3 mK .soit 700 μ K
sous la température de coexistence (t temps apres le début de la trempé)

3.2 - Architecture proposée

3.3 - Le tiroir optique

Ce module assurera des fonctions similaires à celles des deux Blocs Optiques d'ALICE 2 et supportera le thermostat, lequel sera introduit par la face avant. Les dimensions maximales des thermostats sont limitées à 200 x 200 mm² en section et 400 mm en profondeur, avec une température aux interfaces, en fonctionnement, comprise entre 20°C et 45°C.

Un adaptateur permettra l'utilisation des thermostats construits pour ALICE, avec deux SCUs. Les principales ressources partagées par les expériences sont

- un laser HeNe à 633 nm, puissance 1.5 mW
- deux caméras CCD monochrome, résolution 1024 x 1024 pixels, cadence 25 images/s,
- une caméra CCD monochrome, résolution 512 x 512 pixels au plus, cadence 1000 images/s, plus particulièrement utilisée sur la voie interférométrie des fluides supercritiques basse température.

3.4 - Fluides supercritiques chauds

L'extension à des températures supérieures à 600°C du concept SCU + thermostat développé pour ALICE nécessite l'utilisation de technologies et de matériaux dans des domaines inhabituels. Elle est aussi rendue complexe par la présence de multiples barrières de sécurité puisque ce matériel sera utilisé dans une station habitée.

SODERN a participé avec AEROSPATIALE Aquitaine à une étude concluante de faisabilité du thermostat. Le choix des matériaux optiques, dont un verre, et la tenue des traitements anti-reflet jusqu'à 650°C ont été validés.

Le fluide à analyser conservera un diamètre maximal de 12 mm et une épaisseur entre fenêtres comprise entre 1 et 10 mm.

Les spécifications optiques concernent

- l'observation grand champ \varnothing 12 mm, mise au point variable, résolution 12 μ m
- la microscopie - champ \varnothing 1 mm, mise au point variable, résolution 1 μ m
- mesure de transmission - comme ALICE 2
- mesure de diffusion aux petits angles (cône de 30°)
- mesure de diffusion à 90°
- possibilité d'une voie interférométrie

3.5 - Solidification dirigée

Le thermostat contiendra un tube de verre (creuset) renfermant le mélange composé par exemple de succinonitrile et d'acétone qui sera déplacé entre une zone chaude (160°C) et une zone froide (-20°C). La zone de solidification (gradient 80°C/cm) sera observée par les diagnostics suivants

- observation de l'interface liquide solide (\varnothing 10 mm) pendant le déplacement (100 mm)
- interférométrie (\varnothing 10 mm) le long de l'axe de creuset (633 nm)
- observation transversale de l'interface perpendiculaire à l'axe du creuset (670 nm)
- fonctionnement de cette observation avec grille pour mesurer les gradients

4 - CONCLUSION

L'instrument ALICE 2 fournit des résultats riches d'informations sur les fluides critiques. En utilisant les mêmes types de diagnostics optiques, l'instrument DECLIC sera bien adapté aux fluides critiques chauds et aux études de croissance des alliages.

Sa conception en modules pour Mid Deck Lockers est adaptée à l'utilisation dans la Station Spatiale Internationale.

5 - BIBLIOGRAPHIE

- [Référence 1] A. Durieux, I. Petitbon "ALICE Optical instrument for observation, Interferometry and diffusion of critical fluids in microgravity", Proceedings of Space Optics 1994, SPIE, Volume 2210 pp 249-258
- [Référence 2] R. Marcout, J.F. Zwilling, J.M. Laheyre, Y. Garrabos, D. Beysens "ALICE 2, an advanced facility for the analysis of fluids close to the critical point in microgravity" IAF-94-J2-1100
- [Référence 3] G. Cambon, B. Zappoli, R. Marcout, Y. Garrabos, F. Cansell, D. Beysens, B. Billa, H. Jamgotchian "DECLIC A facility to investigate critical fluids behaviour, chemical reactivity in supercritical water and directional solidification in transparent media" Proceedings of IAF 97 J5 03-Turin - October 1997
- [Référence 4] Express Rack Payloads - SSP 52000 - IDD - ERP coordination copy 4 3/21/97