

ETUDE ET REALISATION D'ENCEINTES THERMOREGULEES
POUR LA CONSERVATION DES PILES ETALONS

par D. Reymann

1. INTRODUCTION

L'étude et la réalisation d'enceintes thermorégulées pour la conservation des piles étalons a été entreprise au BIPM afin de remédier aux défauts des enceintes commerciales (1) et d'obtenir des résultats plus satisfaisants.

Pour conserver les piles étalons dans les meilleures conditions et mesurer leur force électromotrice (fem) avec la meilleure précision, certaines précautions doivent être observées :

La température des piles doit être stable et uniforme ; l'uniformité est particulièrement importante du fait que le coefficient de température des piles, qui est de - 40 à - 60 $\mu\text{V/K}$ entre 20 °C et 30 °C, résulte de la différence entre les coefficients de température des deux pôles de la pile, qui sont supérieurs à cette valeur d'un ordre de grandeur. Ces coefficients de température proviennent des différentes concentrations des composants chimiques de la pile ; en cas de variation importante de la température, le temps nécessaire à l'établissement de l'équilibre chimique peut être long ; les variations de température doivent donc être lentes et de faible amplitude. Dans ces conditions, la connaissance de la température des piles permet d'apporter, avec une incertitude négligeable, une correction à la valeur mesurée, et de calculer la valeur de la fem à une température de référence.

L'environnement électrique ne doit perturber ni les piles ni les mesures.

Les principaux défauts rencontrés dans les enceintes commerciales sont les suivants :

- présence aux bornes des piles de courants alternatifs provenant du secteur : cela peut produire des effets différents selon les piles mesurées ;
- présence de champs électromagnétiques variables, dus en particulier au système de régulation de la température : chauffage par tout ou rien, oscillations de l'électronique ; ces parasites perturbent à la fois les piles et les appareils de mesure.

Il faut également veiller à ce que les fils des piles aient une résistance de perte très élevée ($> 10^{11} \Omega$) et ne soient pas sources de forces thermoélectromotrices (ftem) ; il est préférable de pouvoir inverser les polarités des fils des piles à l'intérieur de l'enceinte, ce qui permet, lors des mesures, d'éliminer la plus grande partie des ftem.

Pour donner toute satisfaction, une enceinte thermorégulée contenant des piles étalons doit fonctionner de façon permanente,

quoi qu'il arrive. Il est en particulier indispensable de se protéger des pannes de secteur par une alimentation de secours telle que la température des piles ne soit pas modifiée. De même, il doit être possible de faire de petites interventions sur l'électronique sans perturber notablement la température des piles. Enfin, dans les cas plus graves, il faut pouvoir enlever rapidement les piles, pour les mettre dans une enceinte de secours.

Remarque.- Ces critères, principalement l'environnement thermique et électrique des piles, ont été nos principes directeurs pour la réalisation des enceintes ; néanmoins, plutôt que de chercher le "nec plus ultra" en ce qui concerne la stabilité de la température, nous avons choisi de construire un dispositif de régulation électronique simple et pratique, satisfaisant aux principes énoncés précédemment. De même, en ménageant des accès faciles aux piles et à l'électronique, nous avons tenu compte des problèmes généralement rencontrés par les utilisateurs.

2. REALISATION DES ENCEINTES

Considérations thermiques

Lorsqu'on construit une enceinte, il faut garder à l'esprit le fait que seule la température du détecteur est réellement réglée.

Ensuite, c'est de la qualité des différents couplages thermiques que dépend la stabilité de température des autres parties. En principe, une étude théorique, à partir des paramètres thermiques (capacité calorifique, isolement thermique, conductivité des matériaux ...) permet d'établir un modèle de la répartition des températures, mais en général, les incertitudes sur la valeur de certains paramètres déterminants, par exemple la conductivité thermique des joints, sont telles que l'on a recours à des méthodes empiriques. Bien souvent, en considérant l'isolement par rapport aux conditions extérieures et la conduction vers le centre de la régulation, on peut avoir une bonne idée des phénomènes.

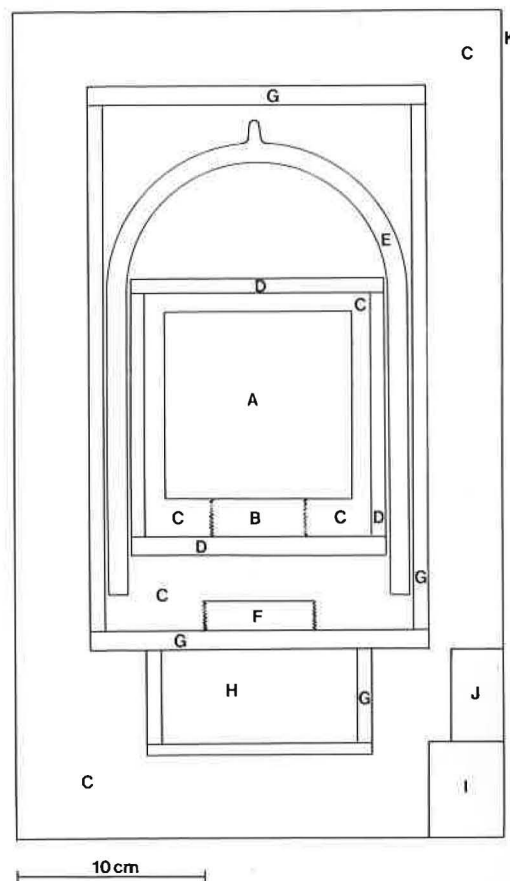
Réalisation mécanique

Nous avons choisi de construire une double enceinte ; l'enceinte externe permet d'atténuer les variations de la température extérieure, et l'enceinte interne est ainsi maintenue dans de meilleures conditions. La figure 1 donne le schéma d'ensemble des enceintes thermorégulées réalisées.

L'isolant est du polystyrène expansé (type Roofmate) ; un vase de Dewar est utilisé là où les conditions sont critiques. Les métaux utilisés pour la conduction thermique sont le duralumin et le laiton, matériaux moins conducteurs mais plus faciles à usiner que le cuivre et l'aluminium. Il est important de noter que la pression de serrage des assemblages mécaniques des différentes pièces métalliques détermine la qualité de la conduction thermique. Une attention particulière doit être portée aux fils qui relient des pièces à des températures différentes ; l'ancrage thermique de ces fils permet de rendre plus constant le flux thermique qui les traverse et d'atténuer les perturbations liées aux variations de la température extérieure.

Fig. 1.- Schéma d'ensemble des enceintes thermorégulées

- A, partie contenant les piles étalons ;
- B, bloc de chauffage interne ;
- C, isolant thermique ;
- D, enceinte interne ;
l'enceinte interne est à 25,9 °C
- E, vase de Dewar ;
- F, bloc de chauffage externe ;
- G, enceinte externe ;
- H, électronique et inverseur pour les
fils des piles ;
l'enceinte externe est à 25,8 °C ;
- I, électronique ;
- J, panneau "avant" ;
- K, boîte extérieure.



Nous utilisons comme détecteurs des thermistances ; pour améliorer le contact thermique, ces thermistances sont collées, à l'aide de colle "epoxy" chargée à l'argent, à l'intérieur d'une vis en laiton.

Deux de ces thermistances sont fixées symétriquement dans la masse d'un bloc (B) qui est chauffé par un fil résistant (double bobinage non inductif). Ce bloc constitue le centre de la régulation auquel le bloc contenant les piles (A) est fixé solidement par deux tiges filetées qui maintiennent aussi le couvercle inférieur (D') ; c'est sur ce couvercle que sont fixés les ancrages thermiques des fils venant du bloc contenant les piles et de ceux du chauffage (fig. 2) ; ces ancrages thermiques sont réalisés à l'aide de rondelles en BeO. Le bloc contenant les piles est entouré d'une boîte (D) fixée sur ce couvercle, boîte dont il est isolé par une couche de polystyrène expansé (C). La stabilité et l'uniformité de la température des piles sont assurés par l'excellent couplage thermique au centre de régulation et par le relativement bon isolement par rapport à la boîte qui l'entoure et qui se trouve, en fait, à peu près à la même température.

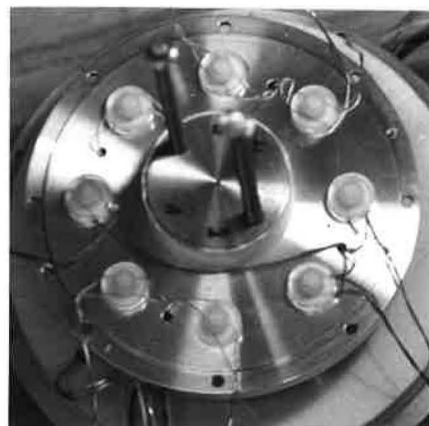


Fig. 2.- Bloc de chauffage et ancrage thermique des fils à la sortie de l'enceinte interne.

Un vase de Dewar (E) isole cette enceinte interne de l'enceinte externe. L'ouverture du vase, située en-dessous, est fermée par une couche de polystyrène expansé.

L'enceinte externe est construite sur un modèle semblable : détecteur fixé dans un bloc de chauffage (F) rapporté sur le plateau inférieur d'une boîte (G) entourant le vase de Dewar. On notera que l'enceinte interne présente sa face la mieux régulée du côté le moins protégé (ouverture du vase de Dewar), et que c'est le plateau le mieux régulé de l'enceinte externe qui lui fait face. Ainsi, le défaut de l'isolement est compensé par la meilleure régulation des faces en regard.

Rapportée sur le couvercle inférieur de l'enceinte externe et donc aussi thermorégulée, se trouve une boîte (H) contenant la partie de l'électronique sensible aux variations de température, montée sur un circuit imprimé enfichable, ainsi qu'un inverseur pour les fils des piles étalons qui sont ancrés thermiquement à la sortie de la boîte (fig. 3). Cette enceinte externe est isolée de la boîte à la température ambiante par une couche épaisse (4 cm) de polystyrène expansé. Cette boîte contient aussi les parties non critiques de l'électronique (I) et un commutateur pour le choix des piles (J) ; des ouvertures sont prévues pour permettre un accès aisé aux différentes parties de l'électronique.



Fig. 3.- Boîte contenant l'électronique et l'inverseur.

Electronique

Nous décrivons ici les deux dispositifs de régulation de température (interne et externe), le pont de mesure de la température des piles et un dispositif de sécurité protégeant les piles en cas de surchauffe accidentelle. Pour permettre éventuellement un fonctionnement durable sur batterie, nous avons choisi d'utiliser une électronique fonctionnant sous une tension continue de 12 V.

Les électroniques de régulation

La figure 4 donne le schéma de principe des dispositifs de régulation.

Ces deux ensembles fonctionnent sur le même principe bien que certains éléments soient différents. L'utilisation d'amplificateurs opérationnels fonctionnant avec des alimentations symétriques nous a obligés à transformer la source 12 V "flottante" en une alimentation ± 6 V dont le point milieu est connecté à la masse : cela est réalisé simplement par un diviseur résistif, mais nous oblige à ne pas déséquilibrer la source par des courants importants entre l'un de ses pôles et la masse : un dessin très symétrique des circuits a donc été réalisé ; par ailleurs, pour augmenter la résistance d'isolement des circuits, les connexions sont faites avec du fil sous PTFE.

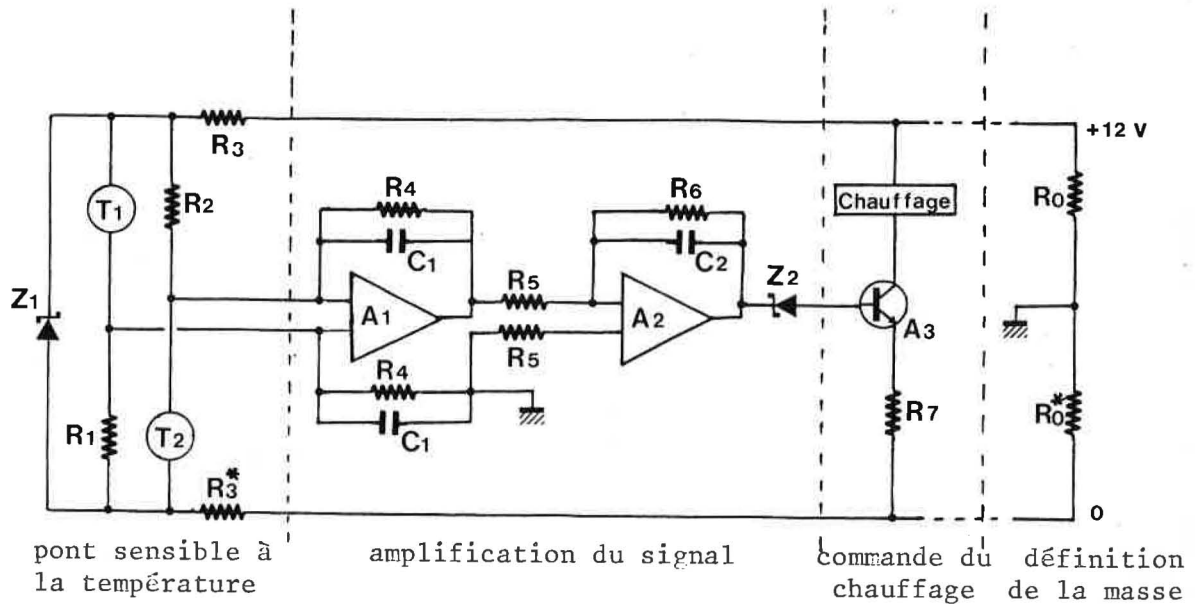


Fig. 4.- Schéma électronique des dispositifs de régulation.

Les deux dispositifs de régulation, interne (r.i.) et externe (r.e.) fonctionnent sur le même principe ; un seul point de mise à la terre est utilisé pour l'ensemble.

- T_1 , thermistance ;
- T_2 , thermistance (r.i.) ou résistance de référence (r.e.) ;
- R_0, R_0^* , résistances ajustées (5 k Ω) ;
- R_1, R_2 , résistances de valeurs telles qu'à la température de référence $T_1 \times T_2 = R_1 \times R_2$ ($T_1 \approx T_2 \approx R_1 \approx R_2$) ;
- R_3, R_3^* , résistances ajustées pour fixer le courant de Z_1 (470 Ω) ;
- R_4 , résistances de contre-réaction (2 M Ω (r.i.), 470 k Ω (r.e.)) ;
- R_5 , résistances d'entrée pour A_2 (5 k Ω) ;
- R_6 , résistance de contre-réaction (1 M Ω (r.i.), 100 k Ω (r.e.)) ;
- R_7 , résistance de limitation de courant (3 Ω (r.i.)) ;
- court-circuit (r.e.) ;
- C_1, C_2 , condensateurs de filtrage (47 nF) ;
- A_1 , amplificateur opérationnel (AD 504 M) ;
- A_2 , amplificateur opérationnel (AD 504 M (r.i.), 741 (r.e.)) ;
- A_3 , transistor de commande de chauffage (2N 2219) ;
- Z_1, Z_2 , diodes de Zener (5,1 V) ;
- Chauffage : 80 Ω (r.i.) ; 20 Ω (r.e.).

R_0, R_0^*, R_1, T_2 (r.e.) et R_2 sont des résistances bobinées, à faible dérive à long terme.

Les autres résistances sont à couches métalliques. A_1 et A_2 (r.i.) sont munis d'un ajustage de tension d'entrée et d'un condensateur de limitation en fréquence. (Composants non représentés sur la figure)

Un pont de Wheatstone, alimenté sous environ 5 V et contenant deux thermistances dans les bras opposés (1 thermistance et 1 résistance de référence pour le dispositif de régulation externe) fournit un signal d'erreur proportionnel à la différence entre la température des détecteurs et une température de référence (définie par l'équilibre du pont). La sensibilité de ce pont est de 0,1 V/°C (0,05 V/°C pour la régulation externe). Ce signal d'erreur est amplifié par deux amplificateurs opérationnels en série, puis, à travers une diode de Zener de 5,1 V montée en opposition, il commande le chauffage par l'intermédiaire d'un transistor. Les résistances et condensateurs dans les circuits de contre-réaction déterminent le gain de l'électronique, aussi bien en courant continu qu'en alternatif. Les constantes de temps des phénomènes thermiques permettent d'utiliser des bandes passantes très basses en fréquence et d'éliminer ainsi l'amplification des signaux alternatifs susceptibles de provoquer des oscillations. La présence de la diode de Zener permet au système de fonctionner avec un signal de sortie des amplificateurs proche de la tension de la masse lorsque le pont est en équilibre.

Pour les thermistances, nous avons choisi des composants de forte résistance (50 k Ω , Fenwall type GA45 P2) afin d'augmenter le rapport sensibilité/puissance dépensée. Les amplificateurs (Analog Device, type AD504M) ont été choisis d'abord en fonction de leur faible dérive de zéro (spécifiée à 10 μ V/mois en utilisation \pm 15 V). Les résistances utilisées pour les ponts de Wheatstone et pour la définition du point de mise à la masse ont aussi été choisies pour leur faible dérive dans le temps. Rappelons que les coefficients de température (d'ailleurs faibles) des composants ont peu d'importance puisque ceux-ci sont dans une enceinte thermorégulée.

La température de l'enceinte interne a été choisie à 25,9 °C : cette température est suffisamment élevée pour permettre un fonctionnement en toutes saisons à l'intérieur du laboratoire. A cette température, le coefficient de température des piles est de - 50 μ V/K.

La température de l'enceinte externe est de 25,8 °C. Cette faible différence de température permet de ne dépenser qu'une puissance très faible dans le chauffage de l'enceinte interne, d'autant que l'isolement dû au vase de Dewar permet de diminuer considérablement les pertes. Ce fonctionnement permet d'avoir un gain en tension très important pour les deux amplificateurs en série (2×10^5) sans créer d'oscillations (c'est le gain en puissance qui peut provoquer des oscillations, tandis que la stabilité de température dépend du gain en tension).

Ainsi, lors de la mise en fonctionnement de l'enceinte, la régulation interne fonctionne par intermittence (marche-arrêt) tant que l'apport de puissance nécessaire à la mise en température est supérieur à la valeur critique. De même, si on supprime le chauffage de l'enceinte externe, la température de l'enceinte interne varie peu (à cause de la forte valeur du gain) mais le chauffage fonctionne en tout ou rien. Lors des réglages, on ajuste la valeur du gain un peu en dessous de la valeur critique pour laquelle apparaissent les oscillations.

Mesure de la température

Le bloc contenant les piles est pourvu d'une thermistance et d'un thermomètre à résistance de platine de 25Ω de type "capsule" (Tinsley). La mesure de la résistance du thermomètre nécessite l'utilisation d'un pont extérieur et n'est effectuée que comme contrôle à long terme. Par contre, la thermistance est mesurée à l'aide d'un pont de Wheatstone construit à l'intérieur de l'enceinte, sur le même circuit imprimé que le reste de l'électronique ; seule une faible partie de la résistance de référence, variable par pas correspondant environ à $0,1 \text{ mK}$, est située dans la boîte extérieure ; la thermistance est alimentée en permanence, et c'est par inversion du courant que l'on fait la mesure de température ; on utilise un microvoltmètre comme détecteur : la résolution est voisine de $10 \mu\text{K}$.

Dispositif de sécurité

Un schéma électronique voisin de ceux des dispositifs de régulation, mais utilisant une réaction positive pour le deuxième amplificateur permet d'ouvrir les circuits de chauffage si la température d'une thermistance située dans le bloc de régulation interne dépasse de plus de $0,02 \text{ K}$ la température de consigne ; la remise en marche s'effectue si la température revient à la valeur normale ; en la débranchant du circuit à l'aide d'un commutateur, cette thermistance peut être mesurée directement de l'extérieur, ce qui permet de connaître plus rapidement l'état thermique du bloc de régulation.

La face "avant" de l'enceinte (fig. 5) présente :

- deux commutateurs pour la résistance variable, l'inverseur de courant et les prises pour le microvoltmètre pour la mesure de la température des piles ;
- un commutateur pour la thermistance du dispositif de sécurité et les prises pour la mesure ;
- deux prises pour la mesure d'une thermistance située dans le bloc de chauffage de l'enceinte externe ;
- un indicateur de courant de chauffage, qui peut être branché au chauffage interne ou au chauffage externe par un commutateur ;
- la prise d'alimentation normale, connectée à un voyant de marche ;
- la prise d'alimentation de sécurité (batterie) ;



Fig. 5.- Face avant des enceintes.

- la prise de terre (masse) ;
- un voyant signalant la mise en marche du dispositif de sécurité ;
- le commutateur d'inversion et le commutateur de choix pour les piles étalons ;
- une prise à quatre bornes pour la mesure de la résistance du thermomètre ;
- une prise identique pour la mesure d'une résistance de référence de 10 Ω , située dans la boîte contenant l'électronique : cela permet de mesurer la résistance du thermomètre sans avoir besoin d'une résistance de référence extérieure ;
- le câble de mesure pour les piles.

3. MISE EN PLACE DES PILES ETALONS

Le bloc contenant les piles étalons est amovible. Les fils pour les piles, la thermistance de mesure et le thermomètre à résistance de platine sont soudés (soudure basse ftem) sur un circuit imprimé fixé au-dessus du bloc (fig. 6a). La mise en place de ce bloc est possible après avoir retiré l'ensemble des couvercles des différentes enceintes, les isolants et le vase de Dewar. Cette opération est très brève. Les fils venant d'en bas sont alors soudés sur le circuit imprimé, après avoir fixé le bloc des piles sur le bloc de chauffage à l'aide de deux écrous (fig. 6b).

Cela permet :

- 1) de préchauffer les piles dans leur support dans une enceinte à température variable, tandis que l'on assemble et met au point l'enceinte définitive ;
- 2) de changer facilement une pile défectueuse ;
- 3) de sortir les piles pour les conserver dans une autre enceinte en cas de nécessité ;
- 4) de faire voyager les piles comme bagage à main, dans une enceinte de dimensions plus réduites, tandis que le reste de l'enceinte voyage en fret.

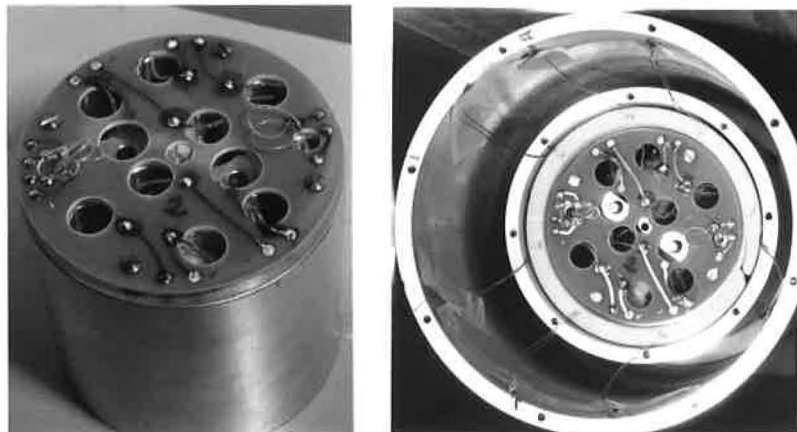


Fig. 6.- Bloc contenant les piles étalons :

a - à l'extérieur ; b - en place.

Connexions des piles étalons

Sur la face avant de l'enceinte sont ancrés thermiquement deux fils venant du commutateur de choix des piles ; en amont de ce commutateur, quatre paires de fils torsadés sont connectés, sur des ancrages thermiques, aux fils venant de l'inverseur ; ces connexions, faites sur l'avant de la boîte de l'électronique, sont facilement accessibles de l'extérieur : cela peut permettre, pour certaines applications, de mesurer les piles sans passer par le commutateur de choix. En amont de l'inverseur, les fils sont ancrés thermiquement sur l'enceinte interne, avant d'être soudés sur le circuit imprimé fixé au-dessus du bloc des piles. Tous ces fils sont en cuivre pur émaillé (de 0,3 mm de diamètre) et sont isolés par un tube fin en PTFE. Les commutateurs (Stackpole, type 100) sont à contacts en alliage argent-cuivre, l'isolant étant du phtalate de diallyle. Toutes les soudures sont faites avec de la soudure basse ftem. Ce montage permet de réduire les ftem parasites tout en gardant une très haute résistance d'isolement.

4. RESULTATS

Quatre enceintes de ce type ont été construites au BIPM. Elles satisfont toutes aux exigences énoncées au début. Néanmoins, deux semblent plus stables que les deux autres.

Pour les enceintes les moins stables, la dérive de température n'a jamais dépassé 40 $\mu\text{K}/\text{d}$ ce qui est suffisamment faible pour qu'une pile reste en équilibre thermique et chimique.

Pour les enceintes les plus stables la dérive n'a pas dépassé 10 $\mu\text{K}/\text{d}$ et la température est restée stable à $\pm 0,7$ mK près depuis la construction, soit depuis un an.

Dans tous les cas, les variations de la température semblent corrélées avec l'humidité de l'air.

Référence

(1) WITT, T.J. and REYMANN, D. New equipment and procedures for the maintenance and comparison of standards of electromotive force at the BIPM. Rapport BIPM-82/5, juin 1982.

Septembre 1982