

Thermostat de précision
pour la
mesure de la densité de l'eau
par J.-M. Chartier

I GENERALITES

1. Introduction

Depuis le mois d'août 1969, le Bureau International dispose d'un ensemble permettant l'enregistrement et la régulation de la température d'un bain d'eau. Ce bain d'eau doit nous permettre, par mesures relatives à l'aide de flotteurs (ludions), de déterminer les différences de densité (1) entre des eaux de compositions isotopiques variées. [1]

Si l'on veut pouvoir mesurer des variations relatives de densité de 1×10^{-7} au voisinage de 20 °C, le coefficient de dilatation moyen de l'eau étant alors de $2 \times 10^{-4} \text{ K}^{-1}$, la température doit être stable et uniforme à 0,5 mK. Néanmoins, cela n'est suffisant que si l'on s'affranchit des variations de pression.

2. Considérations de base

Pour effectuer une régulation de température plusieurs méthodes sont possibles.

a) Ne pas protéger le bain contre les perturbations extérieures et utiliser un grand volume de liquide.

b) Protéger thermiquement le bain (rayonnement, conduction, convection) et travailler avec un faible volume.

Dans ce cas, pour obtenir la même "fourchette" que dans le cas a, la détection des variations de température doit être plus fine, car l'inertie est moins grande.

Nous avons choisi le cas b pour diverses raisons, notamment pour l'encombrement.

D'autre part, pour l'apport d'énergie, nous avons rendu à peu près égales les périodes de chauffage et de non chauffage. De plus, pendant les périodes de chauffage la puissance dépend du déréglage.

(1) Il s'agit de la densité par rapport à l'eau de mer étalon (Standard Mean Ocean Water).

II DESCRIPTION DU BAIN

1. Ensemble des cuves

Nous disposons de deux cuves remplies d'eau (voir figure 1). La première cuve cylindrique en grès, d'un volume de 14 dm^3 , renferme tous les éléments de régulation. Une pompe, actionnée par un moteur électrique, entraîne l'eau thermostatée dans un tube, percé de petits trous, situé au centre de la seconde cuve.

Celle-ci, en plexiglas de 15 mm d'épaisseur, de forme cubique a été construite à notre atelier, elle a un volume de 11 dm^3 .

L'eau est ainsi projetée sur trois tubes de quartz remplis d'eau, de diamètre $\varnothing = 42 \text{ mm}$ et de hauteur $h \approx 300 \text{ mm}$.

Ces tubes renferment respectivement

- a) le ludion et l'eau à étudier
- b) le thermomètre de référence à résistance de platine
- c) la sonde d'enregistrement à résistance de platine et 2 thermocouples

Le but est de pouvoir régler, dans ces tubes de quartz la température conduisant pour chaque variété d'eau à l'équilibre du ludion dans les conditions citées précédemment.

2. Echanges de chaleur [2], [3]

Nous montrons dans ce paragraphe diverses précautions prises et leur influence sur l'amplitude des variations de température de l'eau de la première cuve.

/cuve

a) La seconde/a été protégée par un revêtement de polystyrène expansé doublé de feuille d'aluminium.

La figure 2 montre l'amélioration qui en est résultée.

b) Les deux tuyaux de liaison entre les cuves ont été mis en contact intime de manière à diminuer l'écart de température entre l'aller et le retour de l'eau (voir figure 3).

c) L'agitation de l'eau due à la pompe provoque un échauffement d'environ 1 K par rapport à la température ambiante ($20 \text{ }^\circ\text{C}$). D'autre part, comme nous ne voulons que chauffer, nous avons opté pour une température de consigne supérieure de 2 K à la température ambiante. La salle d'expérience est réglée à $20 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ K}$.

d) La seconde cuve est maintenue fermée hermétiquement à l'aide d'un joint torique, un purgeur permet d'évacuer l'air résiduel. On diminue ainsi notablement le refroidissement de l'eau à la surface produit par l'évaporation.

e) Pour obtenir de bons résultats, il est nécessaire de rechercher les emplacements respectifs du chauffage et du détecteur. Ces positions varient d'ailleurs suivant le mode d'agitation utilisé. Après divers essais nous avons adopté

pour emplacements de la résistance de chauffage et du détecteur par rapport à cet élément ceux représentés sur la figure 4. Nous envoyons l'eau chaude sur le détecteur avant son passage dans la seconde cuve.

Les figures 5 et 5 bis montrent l'amélioration obtenue après cette mise au point.

3. Régulation et mesure de la température

A) Régulation - Voir schéma synoptique (Figure 6)

L'ensemble du thermostat comprend deux régulations.

a) La première, grossière, utilise un téléthermomètre à mercure Vertex, nous ne la décrirons pas, elle permet de stabiliser le bain à ± 20 mK.

b) La seconde, plus fine, dont l'élément sensible est une sonde à platine (Figure 7) de résistance $S_1 = 100 \Omega$, immergée dans la première cuve, elle constitue l'un des bras d'un pont de Wheatstone.

Un enregistreur à suiveur de spot est associé au galvanomètre de ce pont. Le suiveur de spot possède un potentiomètre linéaire dont le curseur est fixé sur le chariot porte cellule. Ce potentiomètre est alimenté par une tension stabilisée. Seule nous intéresse la différence entre la tension fournie par ce potentiomètre et celle qu'il fournit lorsque le pont est équilibré. Dans ce dernier cas le curseur se trouve approximativement au milieu du potentiomètre linéaire.

Le montage en pont représenté à la figure 8 fournit cette grandeur qui permet un repérage de la température de consigne indépendant de la tension d'alimentation.

Nous réglons le zéro du galvanomètre ou les résistances R_F pour obtenir simultanément l'équilibre des deux ponts.

La tension de sortie du second pont est amplifiée ; la tension de sortie de l'amplificateur charge un condensateur (voir figure 9). Pour une tension $E_0 = 2,0V$, dite tension de pic (voir figure 10) un transistor unijonction conduit et transmet un signal (V_G) à la gachette d'un thyristor. Celui-ci conduit et referme le circuit dans lequel se trouve la résistance de chauffage.

B) Mesure

La mesure de l'évolution de la température dans les tubes de quartz s'effectue à l'aide d'un pont de Wheatstone et d'un suiveur de spot de mêmes caractéristiques que pour la régulation.

La sonde S_2 en platine est l'élément sensible (voir figure 1). Le thermomètre de référence à résistance de platine T_{Pt} nous permet par mesure de la valeur de sa résistance au moyen d'un pont de Smith étalonné de connaître la température du bain à 0,1 mK près.

III DESCRIPTION ET SENSIBILITE DU SYSTEME DE CONTRE REACTION

1. Caractéristiques du pont de mesure

Ce pont de Wheatstone (Figure 7) est formé :

a) des résistances Tinsley $R_1 = R_2 = 110 \Omega$, $R_3 = 100 \Omega$ en manganine,

b) nous nous sommes réservé la possibilité d'introduire une résistance de 10Ω supplémentaire en série avec R_3 , nécessaire pour des mesures de température supérieures à 50°C ,

c) de même, toujours en série avec R_3 , nous disposons d'une boîte de résistances à décades Tinsley en manganine. Elle permet d'encadrer la température d'équilibre des ludions avec une grande finesse.

- Les résistances fixes de ce pont sont immergées dans la première cuve, leur stabilité est donc bonne.

- La boîte de résistances à décades est montée dans un bâti, facilement accessible, elle est aussi protégée thermiquement.

- Nous utilisons un galvanomètre SEFRAM, non immergé de grande sensibilité : $2 \times 10^{-9} \text{ Amm}^{-1}$, résistance intérieure : 8Ω , résistance extérieure ajustée à 110Ω . Un système de commutation de résistances nous permet de réduire sa sensibilité par les facteurs 3, 12, 100, 1000, 10000, tout en conservant l'amortissement sur la même résistance extérieure. Le passage d'une sensibilité sur l'autre s'effectue sans rupture du circuit.

- Sensibilité.

Nous avons, par l'expérience, déterminé l'intensité de courant qui doit passer dans la sonde, de manière à ne pas perturber la régulation.

Soit $i = 3 \text{ mA}$; on en déduit la tension d'alimentation $E_1 = 0,6 \text{ V}$.

La variation relative de la résistance de la sonde S_1 étant $4 \times 10^{-3} \text{ K}^{-1}$ pour $S_1 = 100 \Omega$ et $\Delta T = 0,1 \text{ mK}$, on a $\Delta R = 4 \times 10^{-5} \Omega$ ce qui entraîne un courant dans le galvanomètre

$$i_g = E_1 \frac{\Delta R}{4R(R+R_g)} = 0,55 \times 10^{-9} \text{ A} \quad \text{soit une déviation de } 0,27 \text{ mm.}$$

La sensibilité est donc

$$\frac{0,1 \text{ mK}}{0,27 \text{ mm}} = 0,37 \text{ mK.mm}^{-1}.$$

2. Amplification du signal d'erreur (figure 8)

- Le suiveur de spot étant très proche du galvanomètre, nous considérons qu'il n'y a pas d'amplification optique.

- Le potentiomètre linéaire R_L a une résistance de 6,5 K Ω et une longueur de 210 mm, sa résolution est de 0,1 mm.

- Le potentiomètre de référence est composé de deux boîtes de résistances à décades Tinsley, en manganine (10 x 1000 Ω à 10 x 1 Ω).

- Nous utilisons un amplificateur SN 72 709 N, Texas Instruments, stabilisé et contre réactionné (figure 8).

Dans ces conditions, nous pouvons écrire la relation entre E_3 et E_0

$$E_0 = E_3 \frac{N}{2} \frac{\alpha}{1+\alpha} \frac{1}{1+\frac{1}{2N}} \approx E_3 \frac{N}{2} \alpha \quad \begin{array}{l} N \gg 1 \\ \alpha \ll 1 \end{array}$$

N étant le rapport de $\frac{1 \text{ M}\Omega}{R_L=R_F} \approx 300$

α la variation relative de la position du curseur du potentiomètre linéaire.

Comme nous l'avons vu précédemment, le déclenchement a lieu pour $E_0 \approx 2,0 \text{ V}$, nous avons choisi expérimentalement $E_3 = 20 \text{ V}$ de manière à obtenir pour $E_0 \approx 2,0 \text{ V}$ une tension qui soit significative et qui corresponde à un déplacement un peu supérieur à la limite de résolution du potentiomètre linéaire.

$$\text{Ainsi } \alpha = 2 \frac{E_0}{E_3 \cdot N} = \frac{2 \times 2}{20 \times 300} \approx 7 \times 10^{-4}$$

soit un déplacement du spot de 210 mm x $7 \times 10^{-4} \approx 0,15 \text{ mm}$.

3. Circuit de contre réaction (Figure 9)

La liaison entre les circuits doit être telle que lorsque la température de l'eau diminue une tension positive E_0 apparaisse aux bornes du condensateur. Lorsque cette tension est suffisante, le transistor unijonction 2N1671 conduit et une série d'impulsions est appliquée à la gachette du thyristor BTY87 qui conduit. Le début de la charge du condensateur est synchronisé par la tension du secteur, deux fois par période (fig.10). Le thyristor est amorcé par la première décharge qui suit la synchronisation. Les décharges suivantes comprises dans la même alternance du secteur n'ont aucun rôle.

Nous avons la possibilité de régler la puissance de chauffage, en introduisant des résistances en série avec R (résistance de chauffage). La puissance du chauffage utilisée dans les conditions normales de régulation est d'environ 1 W.

IV RESULTATS OBTENUS

Comme on peut le voir sur l'enregistrement (fig. 11), la température dans les tubes de quartz ne présente pas de variations à court terme supérieures à 0,3 mK. De plus, sur une période de quarante heures, compte tenu de l'évolution du zéro du galvanomètre la dérive ne dépasse pas 2 mK.

D'autre part, l'uniformité de la température dans les trois tubes a été vérifiée à l'aide d'un thermocouple différentiel. Dans un même plan horizontal on n'a constaté aucune différence (à 0,2 mK près) entre les tubes. Verticalement le gradient est de l'ordre de 5 mK.m⁻¹.

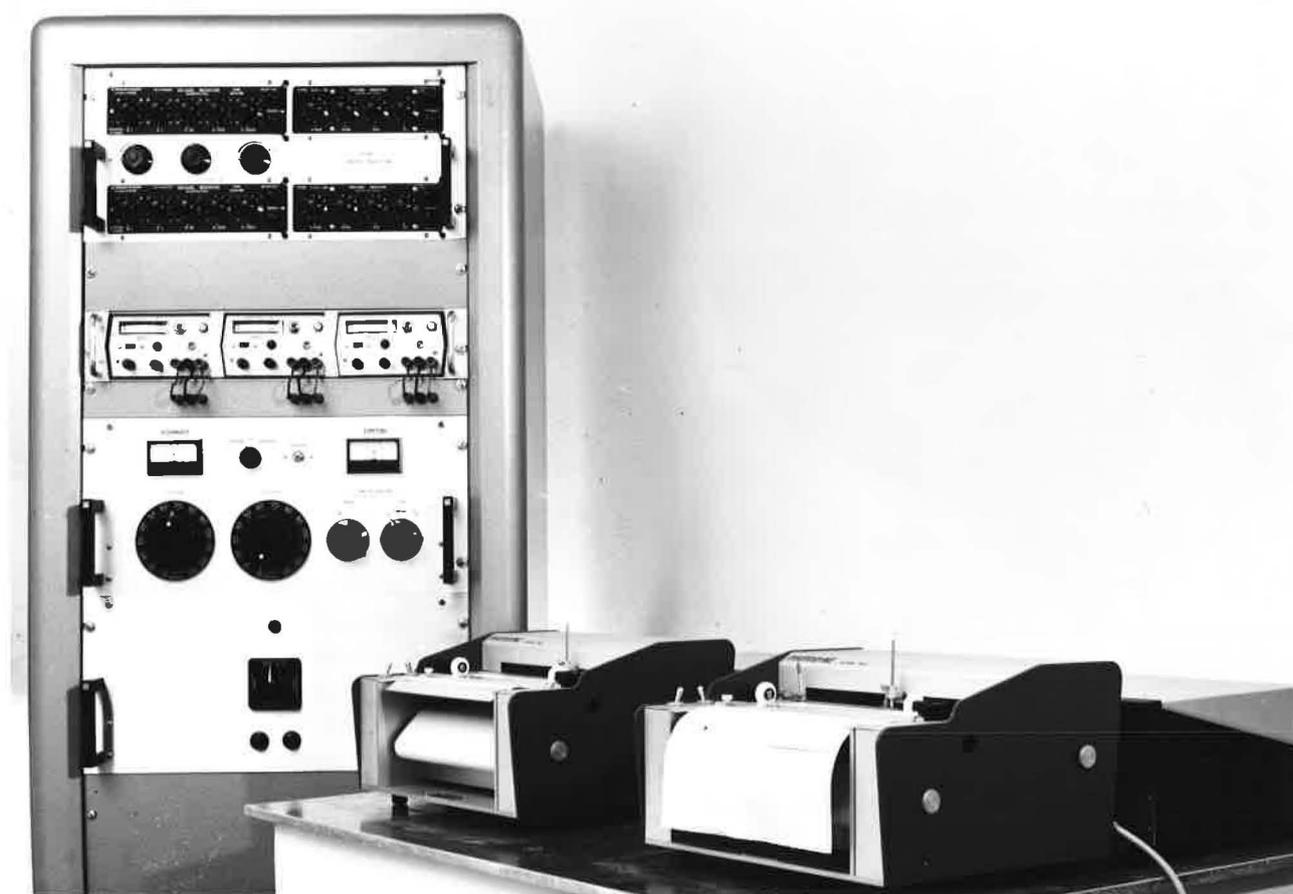
Lorsque l'on désire changer la température du bain, un temps de 10 minutes est nécessaire pour une variation de 1 mK pour retrouver les conditions normales de stabilité.

Ces résultats ne sont pas définitifs, nous pensons/améliorer notamment en modifiant la structure de la résistance de chauffage. ^{les}

Cette étude m'a été demandée par G. Girard. Je l'ai effectuée au cours du deuxième semestre 1968. Les mesures de contrôle ont été effectuées par G. Girard.

La réalisation de l'ensemble sous sa forme définitive, tant mécanique qu'électrique est due à D. Bournaud (voir photo).

Sèvres le 7 janvier 1970



Bibliographie

- [1] Procès-Verbaux C.I.P.M. 1969, p... (Rapport directeur, Masses), à paraître.
- [2] Compte rendu des travaux Laboratoire Carlsberg, Vol. 32, N° 24.
A thermostatic bath showing temperature fluctuations about $2.3 \cdot 10^{-4}$ K by Arne Lovlie Erik Zeuthen.
- [3] The review of scientific instruments, Vol. 39, N° 1, janvier 68.
50 Microdegree temperature controller par NT. Larsen.

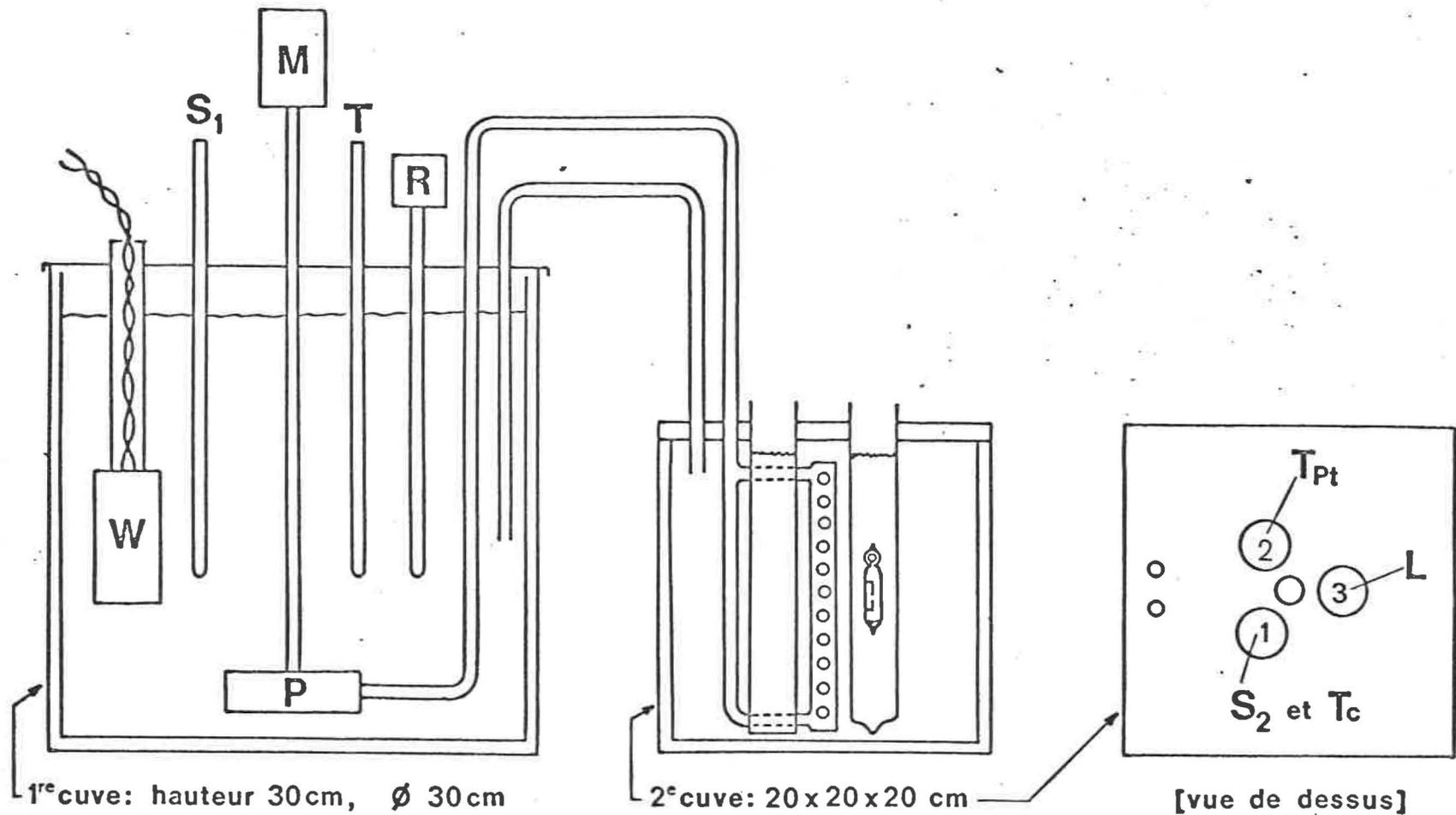


Fig. 1 - Schéma de l'installation.

M : moteur ; P : pompe de circulation ; T : thermomètre à contact ; R : résistance de chauffage ; W : boîte étanche contenant les résistances fixes des deux ponts de Wheatstone ; S_1 , S_2 : sondes à résistance de platine ; T_c : thermocouple différentiel ; T_{Pt} : thermomètre de précision à résistance de platine ; L : plongeur.

↑
60°42 —

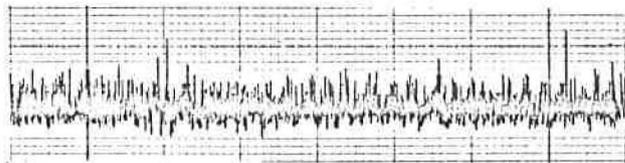
vitesse : 1 mm/mn
sensibilité : 0,5 mK/mm

→ Mise en place de la
protection thermique
de la deuxième cuve.

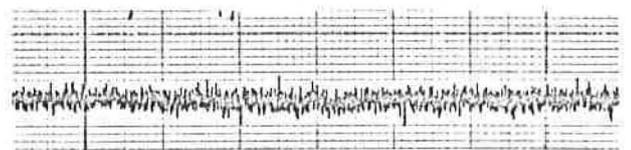
8^h 28 —
25 juillet 1968

FIG. 2





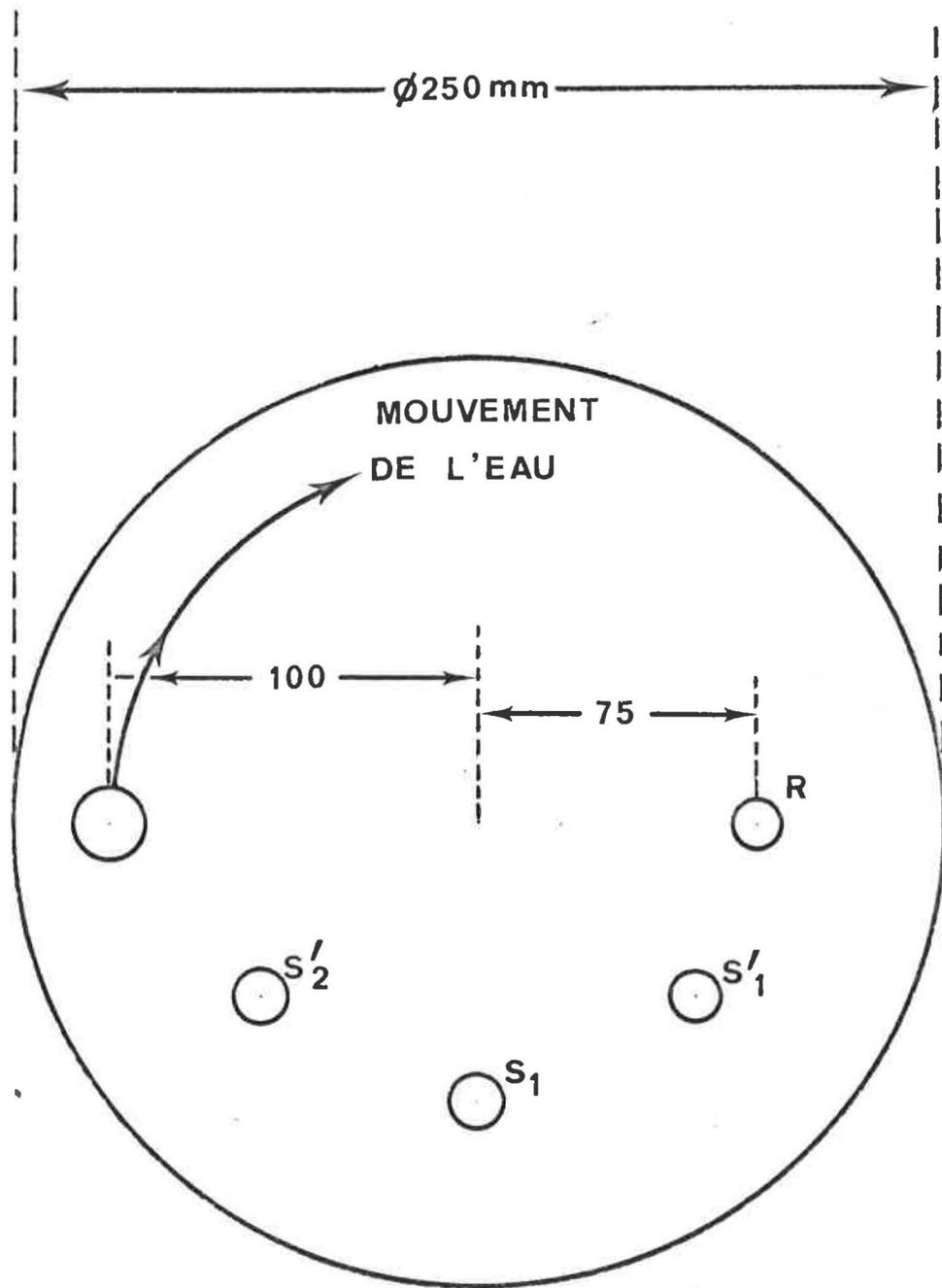
Sans protection, ni contact
thermique entre les tuyaux.



Bon contact thermique entre
les tuyaux et isolement
thermique par rapport à
l'ambiante.

vitesse : 1 mm/mn
sensibilité : 0,5 mK/mm

FIG. 3



R = RESISTANCE DE CHAUFFAGE

S_1 = THERMOMETRE A RESISTANCE DE PLATINE (DETECTEUR

$S_1' - S_2'$ = AUTRES EMPLACEMENTS DU DETECTEUR

FIG. 4

vitesse : 1 mm/mn
sensibilité : 0,5 mK/mm

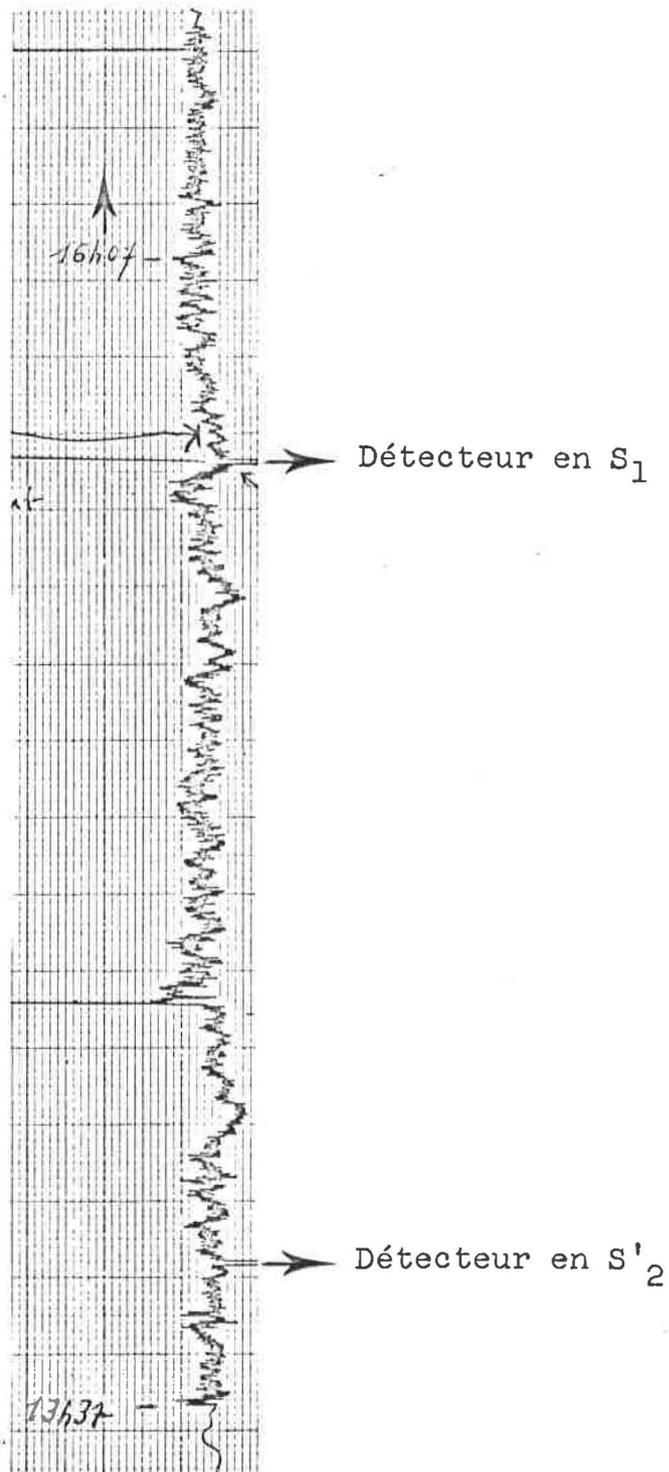


FIG. 5

vitesse : 1 mm/mn
sensibilité : 0,5 mK/mm

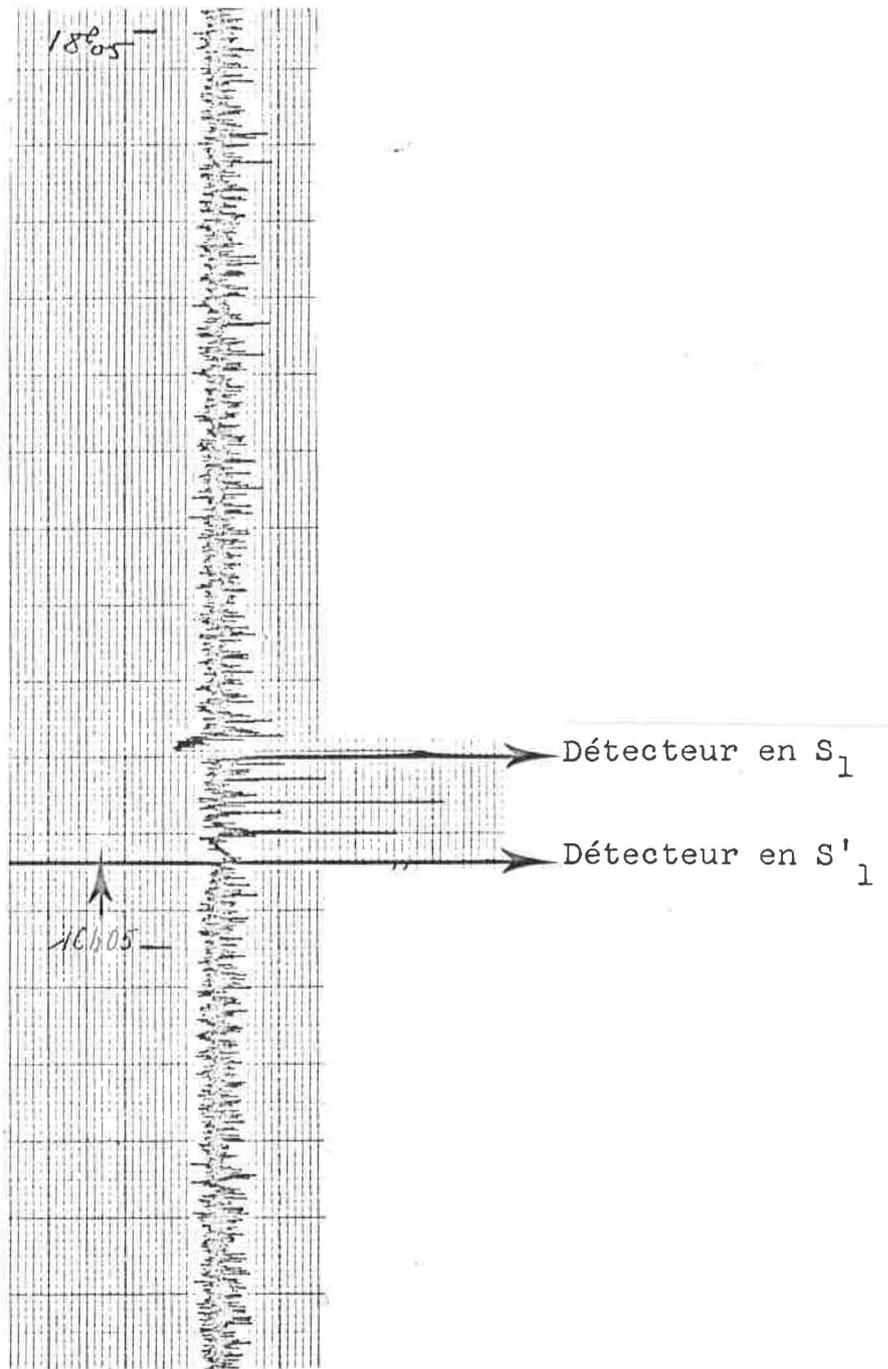


FIG. 5 (BIS)

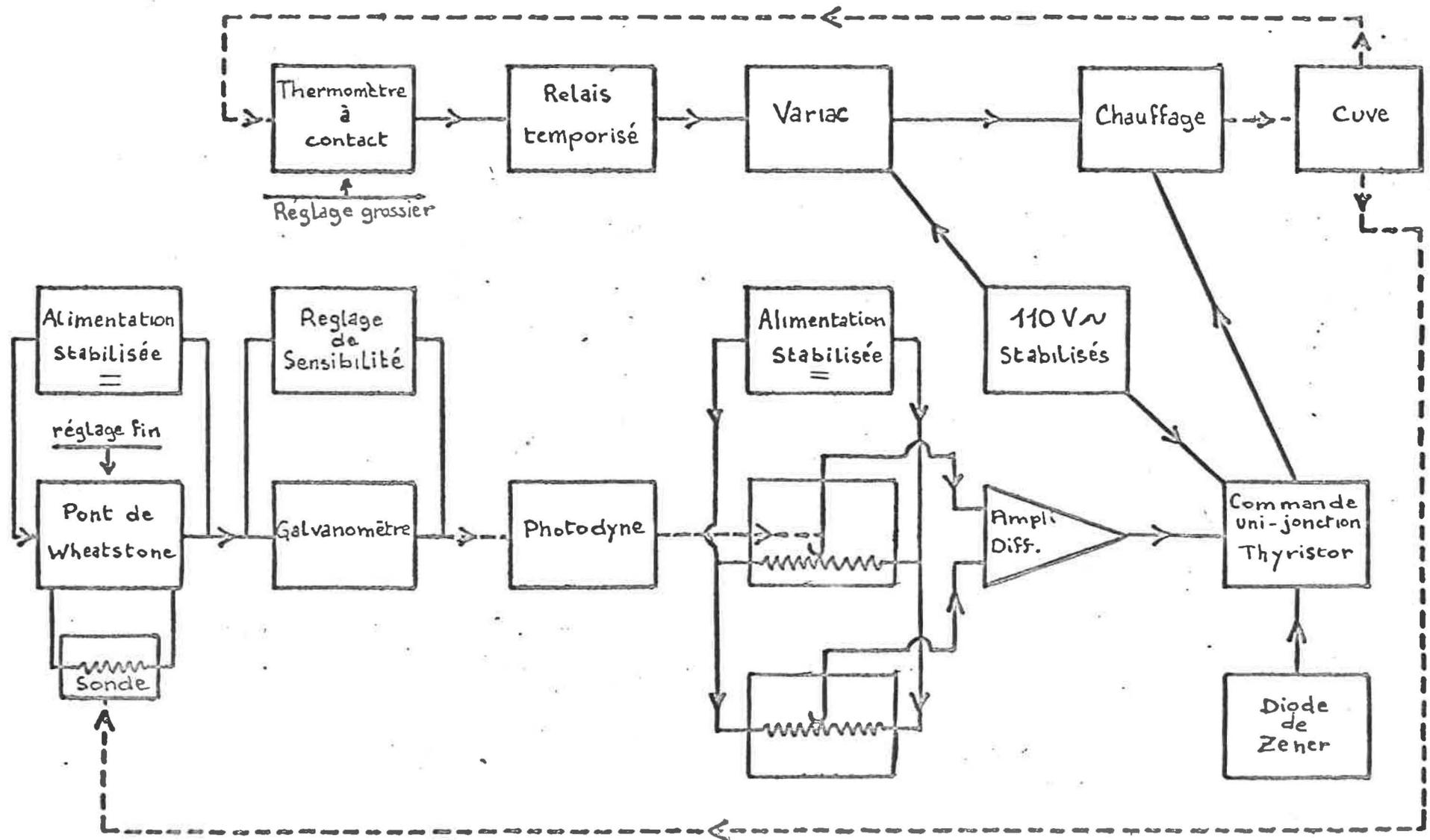


Fig. 6 Principe de la régulation thermique.

JANV. 69
CH - 80

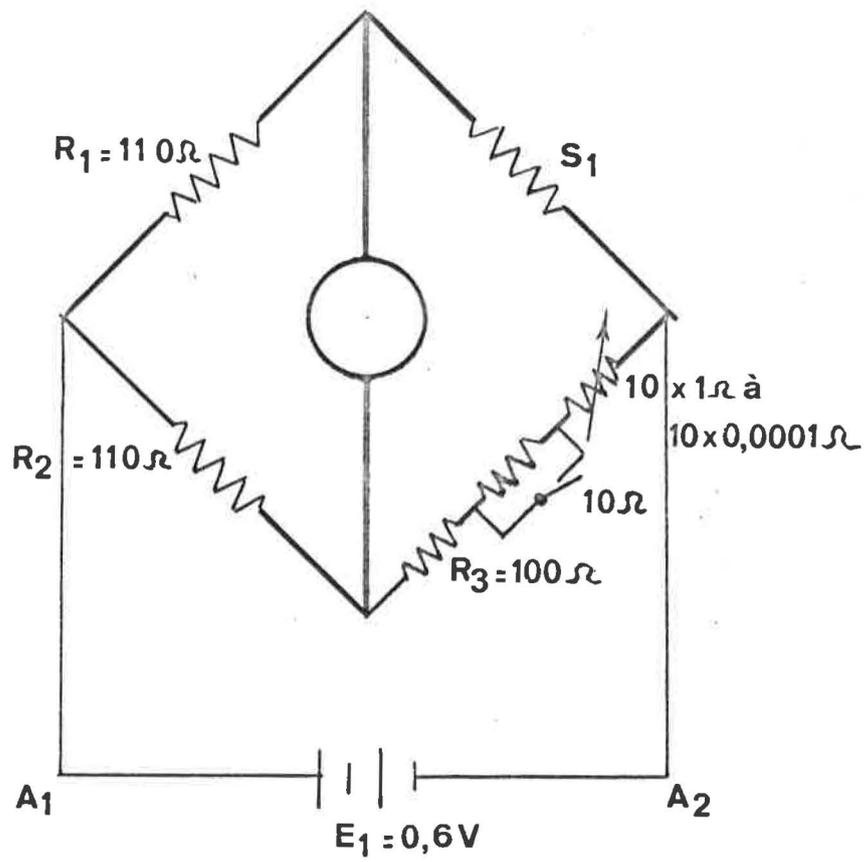
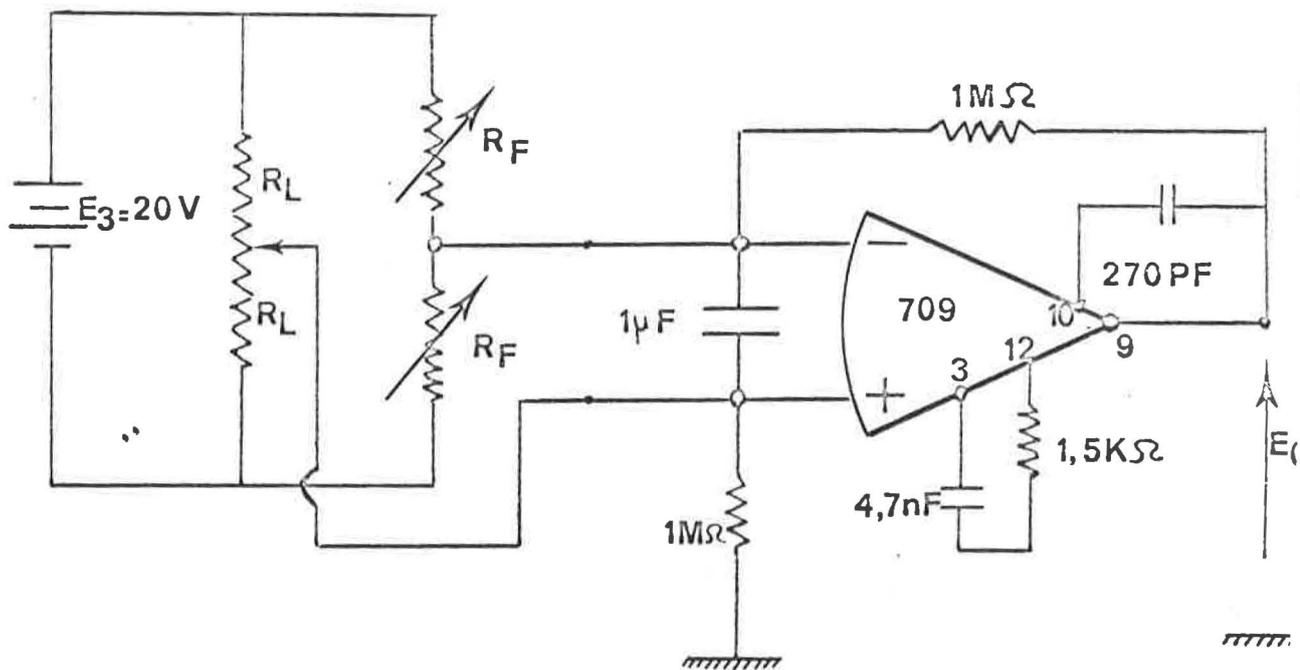


FIG.7

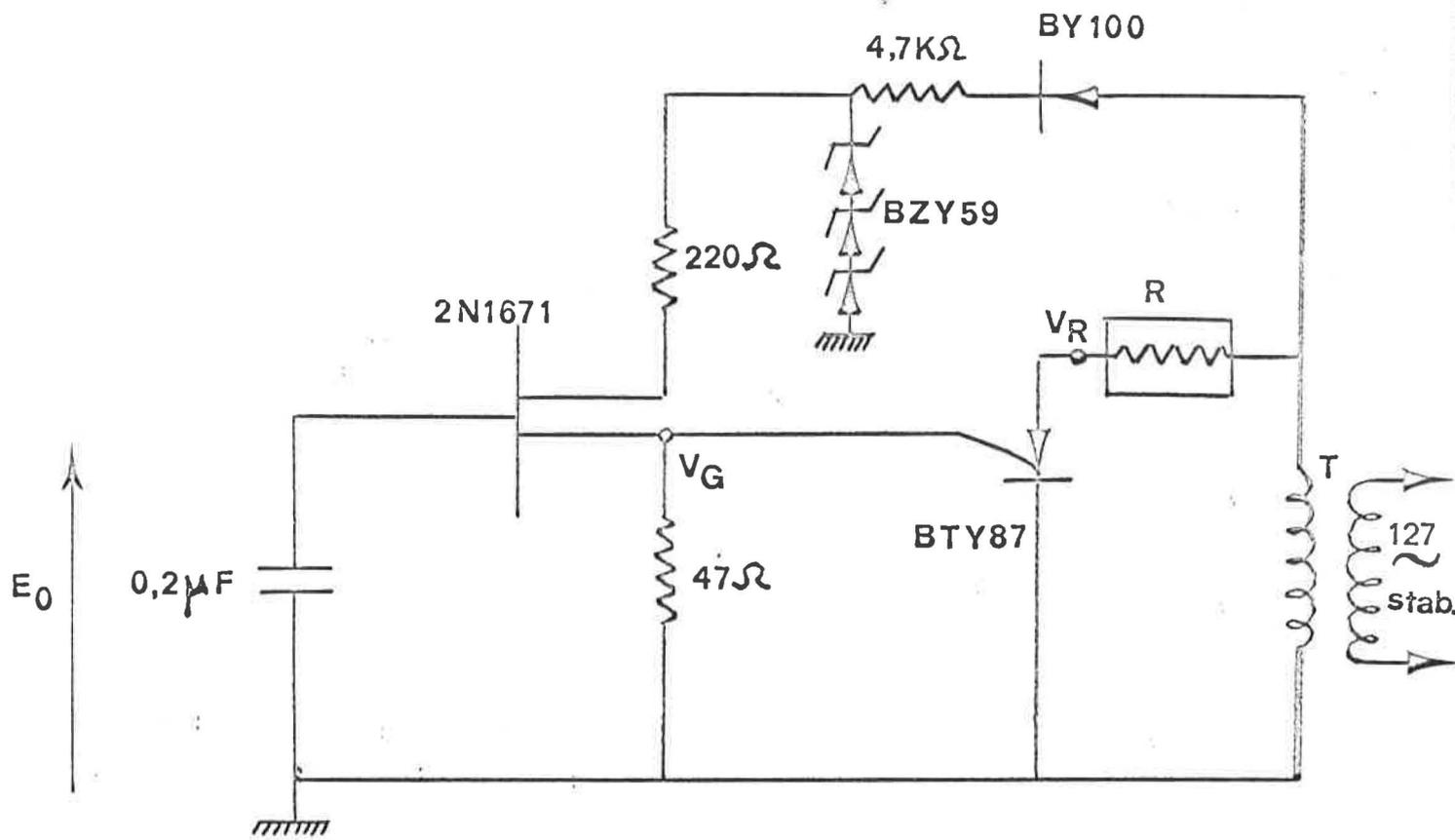


$$R_L = R_F \approx 3.3K\Omega$$

$2R_L$ = RESISTANCE DU POTENTIOMETRE LINEAIRE

$2R_F$ = RESISTANCE DU POTENTIOMETRE DE REFERENCE

FIG.8



R = RESISTANCE DE CHAUFFAGE

T = TRANSFORMATEUR D'ISOLEMENT

FIG.9

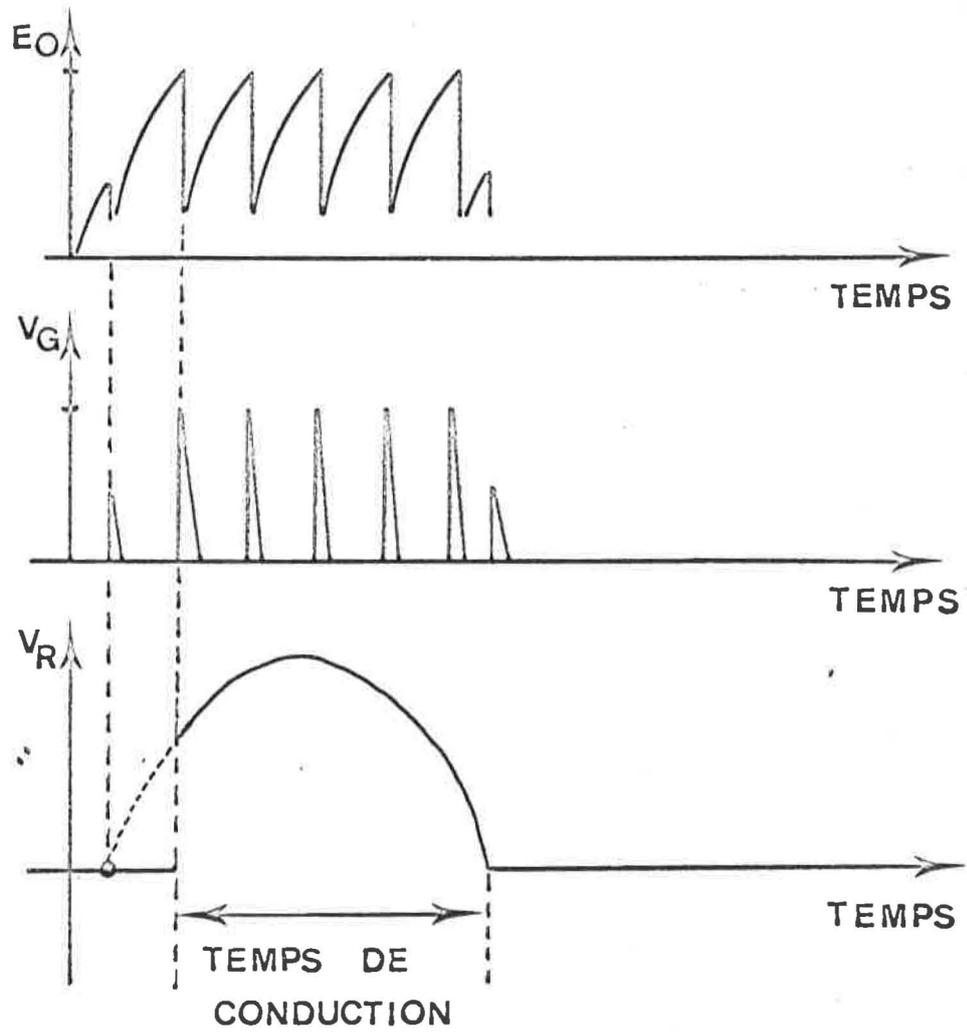
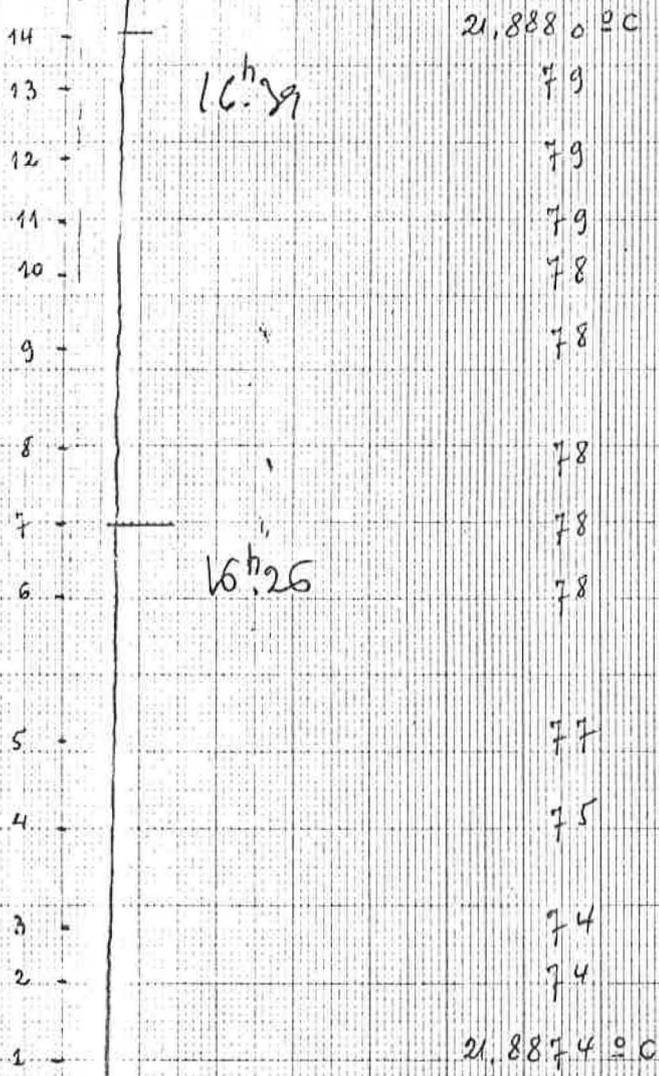


FIG. 10



sensibilité : 0,5 mK/mm

15^h 49.30

FIG. 11

23 septembre 1969