



Mise au point d'un microcalorimètre différentiel simple à constante de temps faible

D. Blet-Talbot

► To cite this version:

D. Blet-Talbot. Mise au point d'un microcalorimètre différentiel simple à constante de temps faible. J. Phys. Phys. Appl., 1958, 19 (S7), pp.102-108. 10.1051/jphysap:01958001907010200 . jpa-00212708

HAL Id: jpa-00212708

<https://hal.science/jpa-00212708>

Submitted on 4 Feb 2008

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

MISE AU POINT D'UN MICROCALORIMÈTRE DIFFÉRENTIEL SIMPLE A CONSTANTE DE TEMPS FAIBLE

Par M^{me} D. BLET-TALBOT,

Laboratoire de Photométrie du C. R. S. I. M., Marseille.

Résumé. — En vue d'étudier le bilan énergétique d'une photopile au sélénium, nous avons réalisé un microcalorimètre simple, d'un type très particulier dont la constante de temps est faible (de l'ordre de 15 secondes). Étude de ses caractéristiques et description du montage optique utilisé.

Associant à ce calorimètre un amplificateur galvanométrique à contre-réaction, la théorie nous limite à l'emploi d'un seul thermo-couple. Examen des caractéristiques d'un tel amplificateur et étalonnage de l'ensemble calorimètre-amplificateur. La sensibilité obtenue est de 0,1 microwatt.

Abstract. — In order to study the thermodynamics of a selenium photocell, a simple micro-calorimeter with a short time constant (of about 15 s) has been designed. Its characteristics are discussed and the optical arrangement described.

With this calorimeter is associated a feedback galvanometer amplifier, since theory permits only one thermocouple to be used. Performance of such an amplifier is studied and calibration of both calorimeter and amplifier is given. A sensitivity of 0,1 microwatt is obtained.

1. Étude théorique du calorimètre. — Les phénomènes thermiques que nous avons à étudier au sein des photopiles étant brefs et faibles, il est nécessaire d'utiliser un appareil ayant une constante de temps courte et une grande sensibilité. A cet effet, nous avons réalisé un appareillage remplissant ces conditions, le calorimètre étant associé à un amplificateur.

Pour nous permettre d'entreprendre cette étude micro-calorimétrique, M. Calvet avait eu l'extrême complaisance de nous prêter l'un de ses premiers calorimètres, sensible et stable, et nous l'en remercions bien sincèrement.

Dans cet appareil, le tube au fond duquel est logé le semi-conducteur mesure 50 cm de haut et son diamètre intérieur est de 1,4 cm ; il plonge entièrement dans l'appareil pour s'introduire dans la cellule du calorimètre, tube de laiton de 1,6 à 1,7 cm de diamètre. Ce dispositif offrait, dans notre cas particulier, deux inconvénients : 1° difficulté de diriger, sans aucune visibilité, sur la surface sensible de la photopile, un étroit pinceau lumineux qui ne devait pas effleurer la monture de la photopile, et 2° impossibilité d'envoyer sur cette photopile une énergie lumineuse suffisante du fait de la distance imposée entre elle et l'optique. En effet, si $f = 50$ cm et $D = 1,4$ cm, l'ouverture utile est $D/f = 1/36$, le faisceau est donc ouvert à $f/36$. Dans notre cas, $f = 14,3$ cm et $D = 3,5$ cm, le faisceau est ouvert à $f/4$ et la quantité de lumière variant comme le carré du rapport des ouvertures, soit $(36/4)^2 = 81$, nous pouvons envoyer sur le semi-conducteur 81 fois plus de lumière. L'avantage est intéressant puisque les phénomènes thermiques que nous cherchons à étudier sont proportionnels à l'énergie que reçoit la photopile.

Notre cas très particulier nous a donc amenés à abandonner le microcalorimètre Calvet pour étudier une conception totalement différente de l'appareil qui doit répondre à des besoins bien précis.

La mise au point de ce calorimètre a fait appel à la théorie pour le choix des divers facteurs tels que nombre et nature des couples, longueur et section des fils qui les constituent, masse en eau, etc...

Considérons les équations simplifiées d'un calorimètre : $\tau = \gamma/P$ et $\sigma = 1/P$ dans lesquelles τ est la constante de temps, γ la capacité calorifique du corps calorimétrique, P la somme des pertes de chaleur, σ la sensibilité.

Il est évident que τ est d'autant plus petit que P est plus grand et γ plus petit. Par contre, σ est d'autant plus grand que P est faible. Il convient donc d'adopter pour chacun d'eux une valeur satisfaisante qui, au point de vue expérimental, soit aisément réalisable.

Pour que γ soit faible, nous choisissons un corps calorimétrique de dimensions aussi réduites que possible. Pour satisfaire à cette condition, le semi-conducteur constitue lui-même le corps calorimétrique équipé d'un seul couple.

Calcul du maximum de sensibilité. — Reprenons les calculs classiques [1], [2], [3] en utilisant les symboles normalisés en thermodynamique. La force électro-motrice totale libérée par les thermocouples est : $E = nE_0 \Delta\theta$ où n , nombre de couples ;

E_0 , pouvoir thermoélectrique d'un couple à la température ambiante ;

$\Delta\theta$, différence de température entre les soudures chaudes et les soudures froides.

Si l'on produit une puissance électrique W , l'intensité I qui traverse le circuit est donnée par l'expression :

$$I = \frac{nE_0 \Delta\theta}{\rho + n l R} \quad (1)$$

dans laquelle ρ est la résistance de l'appareil de mesure, l la longueur commune des fils des deux métaux constituant les couples, R la résistance électrique totale des fils d'un couple par unité de longueur.

Notre cas correspondant à une basse impédance, soit $\rho \simeq 0$, l'expression (1) devient :

$$I = \frac{E_0 \Delta\theta}{l R} \quad (2)$$

relation indépendante du nombre de couples.

D'autre part, la puissance électrique W s'écrit :

$$W = (P_0 + n \frac{K}{l}) \Delta\theta \quad (3)$$

dans laquelle P_0 est la perte de chaleur par seconde due à tout phénomène autre que la conduction dans les fils des couples et K la conductivité thermique totale des fils des couples.

N. B. — Nous avons négligé le terme relatif à la compensation d'une faible partie de la puissance par l'effet Peltier puisque $n = 1$ et que les courants de thermocouple utilisés correspondent à des dégagements ou absorptions de chaleur de quelques micro-micro-calories/seconde.

Nous en exprimons la sensibilité σ , sachant que $\sigma = I/W$. Le quotient de (2) et (3) donne :

$$\sigma = \frac{E_0}{R(lP_0 + nK)} \quad (4)$$

Pour avoir σ maximum, il faut que E_0 soit grand et que les termes du dénominateur soient petits. Nous choisisons donc pour n la valeur 1 et nous avons pris $l = 5$ cm (longueur qui sera ultérieurement réduite).

Détermination de la section des fils du couple. — Soient ρ_1 , S_1 , k_1 et ρ_2 , S_2 , k_2 successivement la résistivité électrique, la section et la conductivité thermique respectivement pour le cuivre et le constantan. R et K s'expriment par les relations :

$$R = \frac{\rho_1}{S_1} + \frac{\rho_2}{S_2} \quad (5)$$

$$K = k_1 S_1 + k_2 S_2 \quad (6)$$

En dérivant les relations (4), (5) et (6), on obtient l'expression connue $S_1/S_2 = \sqrt{\rho_1 k_2 / \rho_2 k_1}$, donnant le rapport des sections, d'où le rapport des diamètres $d_2/d_1 = 4,5$. Le fil de constantan devrait être 4,5 fois plus gros que le fil de cuivre.

D'autre part, les calculs montrent qu'en valeur

absolue les sections doivent être, dans notre cas, les plus grosses possible.

Malheureusement, l'utilisation de fils assez gros soulève une difficulté de réalisation. En effet, comme nous le verrons plus loin, les photopiles étudiées sont extrêmement minces et fragiles ; elles exigent d'être manipulées avec le plus grand soin, aussi avons-nous adopté pour constituer le couple, un diamètre de fil unique égal à 0,1 mm. Au delà de cette valeur, le constantan offre une trop grande rigidité.

L'élaboration d'un autre montage permettra d'utiliser ultérieurement des fils plus gros, donc d'accroître la sensibilité de notre appareil.

2. Choix de l'amplificateur. — La théorie que nous avons établie reposant sur l'emploi d'un appareil de mesure d'impédance négligeable, nous avons utilisé un amplificateur possédant cette caractéristique.

Nous avons adopté un amplificateur galvanométrique à coefficient d'amplification négatif élevé et à contre-réaction. La théorie d'un tel amplificateur dont le circuit d'entrée est, dans notre cas particulier, un galvanomètre, a été développée par G. Blet [4].

Le schéma de notre montage est représenté sur la figure 1 ci-après.

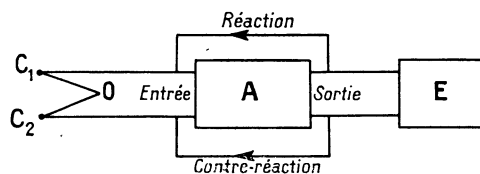


FIG. 1. — Schéma général. — C_1 et C_2 , deux thermocouples reliés en opposition (fils de constantan réunis en O) ; A, amplificateur galvanométrique ; E, enregistreur.

Une boucle de réaction et de contre-réaction relie la sortie à l'entrée. Le miroir d'un galvanomètre robuste (type cubique AOIP) de sensibilité $1,75 \cdot 10^{-9}$ A/mm à 1 mètre ; résistance interne 116 Ω ; résistance critique 1 900 Ω ; période 3 s, reçoit l'image du filament d'une lampe 6 V-5 A alimentée avec une tension alternative stabilisée. Le faisceau lumineux, qu'un diaphragme limite à une tache rectangulaire, tombe sur une cellule photoélectrique double à gaz au césium. L'amplificateur électronique à courant continu est du type classique. Les alimentations B. T. et H. T. sont fournies chacune par un redresseur à alimentation stabilisée chargeant deux batteries d'accumulateurs auxquelles ces tensions sont respectivement opposées. Ce montage en tampon assure une parfaite stabilité.

Les calculs montrent [4] que dans un tel circuit la tension de sortie V de l'amplificateur est indé-

pendante du coefficient d'amplification K et proportionnelle à la résistance de contre-réaction $\bar{R}$.

Si on appelle K' le taux de contre-réaction, le gain de l'amplificateur G s'écrit :

$$G = \frac{K}{1 + KK'} \simeq \frac{1}{K'} \quad (\text{car } KK' \gg 1).$$

Autrement dit, en agissant convenablement sur K' — et le taux de réaction —, on peut à volonté régler le gain et l'impédance d'entrée Z . La théorie donne pour valeur de cette dernière : $Z = R.r.10^{-10}$, en appelant r la résistance du galvanomètre. Or R peut varier de 3 300 à 1 M Ω .

Sachant que la résistance de notre galvanomètre est $r = 116 \Omega$, nous avons approximativement dans un cas $Z = 4.10^{-5}$ et dans l'autre $Z = 10^{-2} \Omega$. Même pour cette valeur extrême de R , la résistance apparente n'est que le dix millièmes de la résistance vraie.

La tension recueillie V est disponible aux bornes d'une résistance de notre choix (variable de 100 à 1 000 Ω) et injectée à l'enregistreur E .

3. Description du calorimètre. — Nous avons vu que pour réduire la constante de temps τ , il fallait diminuer la capacité calorifique du corps calorimétrique. Il était donc logique que celui-ci soit constitué uniquement par les deux semi-conducteurs équipés chacun de leur thermocouple.

3.1. PHOTOPILES. — Les premiers essais ont été effectués avec des cellules au sélénium circulaires, de 0,5 mm d'épaisseur, de 10 mm de diamètre, fabriquées sur support métallique léger spécialement pour nos besoins par la Société allemande Falkenthal et Presser. La capacité calorifique (ou masse en eau) d'une telle cellule était de 30 mg, et la constante de temps du calorimètre de 1 mn environ. Nous voulions obtenir mieux encore. Sur notre demande, la même Société Falkenthal a réussi à nous fabriquer des cellules particulières sur support eutectique Bi — Sn — Cd, de 0,2 mm d'épaisseur (dont 0,1 mm pour le support), de 7 mm de large et 10 mm de long. La cathode est réalisée au moyen d'une bande de contact également en eutectique.

3.2. THERMO-COUPLES. — Les deux thermocouples sont montés avec du fil de cuivre de 0,1 mm de diamètre et du fil de constantan de même diamètre. Leur longueur commune est de 50 mm. A une extrémité, ils sont finement soudés ensemble et aplatis, puis soudés à une lame de clinquant de cuivre de moins de 0,1 mm d'épaisseur et quelques dixièmes de mm de diamètre.

3.3. SUPPORT. — La photographie de la figure 2 représente le premier support en plexiglas réalisé pour les premières cellules circulaires.

Il comporte trois pieds reposant chacun en un point sur le sol. Deux barrettes parallèles, également en plexiglas, sont collées sur l'anneau du support et maintiennent les deux cellules de façon que les centres soient distants de 20 mm. Le

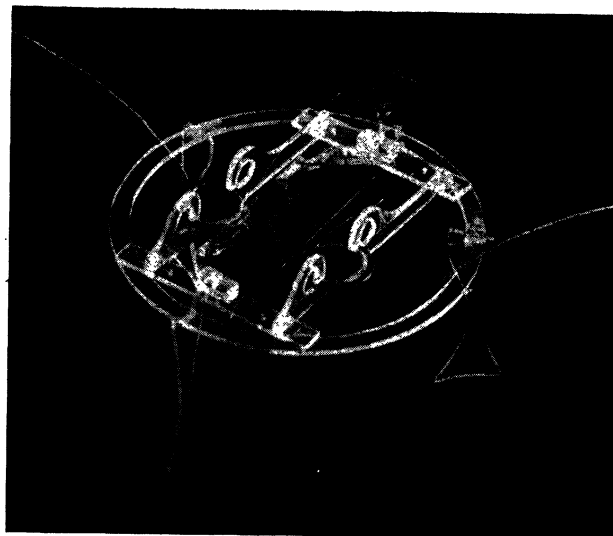


FIG. 2. — Support des deux photopiles au sélénium.

nouveau support est conçu selon le même principe et ne diffère du précédent que par la forme de la barrette. Au lieu d'être maintenues par la pression de l'extrémité de deux arceaux, les cellules sont simplement glissées dans une fente fine comme le montre la figure 3 très agrandie.

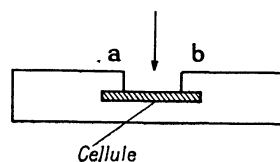


FIG. 3. — Schéma d'une partie du nouveau support simplifié.

C'est la bande de contact qui se trouve coincée sous les parties a et b , la surface sensible de la cellule étant par côté de manière à recevoir librement un rayonnement donné. Les électrodes sont faites avec du fil de cuivre de 0,1 mm de diamètre. Le fil de cathode vient se glisser sous a (ou b) au contact de la bande d'eutectique, et le fil d'anode est glissé sous la cellule, entre celle-ci et le plexiglas. Chaque cellule est évidemment dépourvue de monture. La soudure du thermocouple vient à son tour se glisser sous la face postérieure de la cellule, tout comme le fil d'anode dont elle est éloignée d'environ 2 à 3 mm. Une cloison en papier noir sépare les deux cellules pour éviter toute réflexion lumineuse parasite.

3.4. RÉCIPIENT CALORIMÉTRIQUE. — Le semi-conducteur repose, par l'intermédiaire de son support en plexiglas, au fond d'un récipient cylindrique en cuivre rouge d'environ 50 mm de diamètre et 100 mm de haut, muni d'un seul tube latéral permettant la sortie de la totalité des fils. Une cosse soudée intérieurement à la paroi reçoit les deux fils de constantan reliés ensemble puisque les deux couples sont branchés en opposition. Un mince couvercle en plexiglas protège ce récipient des courants d'air extérieurs et de la poussière, et permet le passage de la lumière. Ce récipient est introduit dans un grand vase Dewar garni de coton hydrophile que ferme un épais couvercle d'isover échancré pour le passage de la lumière. L'ensemble est entouré d'un volumineux matelas d'isover maintenu par une ceinture en carton.

4. Montage optique. — Il est représenté par le schéma de la figure 4.

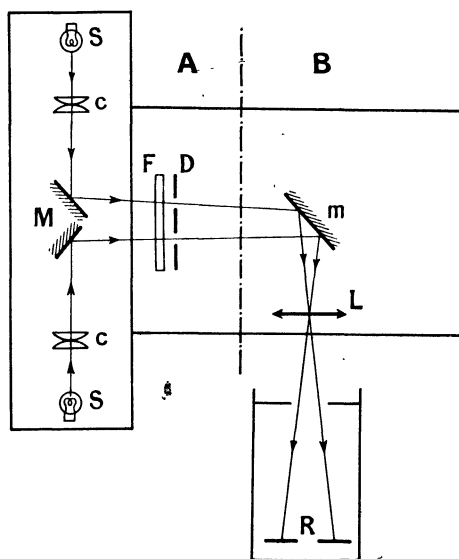


FIG. 4. — Montage optique. — Pour la commodité d'exécution du schéma, l'ensemble du montage a été représenté en plan, alors que la partie A est horizontale et la partie B verticale.

Le montage, parfaitement symétrique, comprend deux faisceaux lumineux identiques.

- S, lampes à incandescence 6 V — 5 A.
- C, condensateur.
- M, miroirs plans aluminisés.
- F, filtres.
- D, diaphragmes circulaires de 5 mm de diamètre.
- m, miroir plan incliné à 45°.
- L, lentille.
- R, semi-conducteurs.

Les condensateurs forment sur les diaphragmes D l'image des filaments des sources après réflexion

sur les miroirs M ; la lentille L forme sur les cellules dont elle est distante de 143 mm l'image des trous D.

Ce dispositif optique est fixé sur une planche de duralumin épais, maintenue rigidement au-dessus du plan de travail par trois cornières, ce qui permet de suspendre le récipient calorimétrique à cette plaque métallique et de l'y fixer solidement avant son introduction dans le vase Dewar. Avant cette opération il est en effet indispensable d'effectuer la mise au point optique sur les semi-conducteurs pendant qu'ils sont visibles. Chaque image lumineuse a 5 mm de diamètre. Un carter en bois, muni de deux volets pour le passage des faisceaux lumineux incidents, élimine la lumière parasite.

4.1. CHOIX DES FILTRES. — Il importait à la fois de disposer d'un rayonnement aussi monochromatique que possible et d'éliminer rigoureusement tous les rayons du proche infra-rouge qui produisent sur les cellules au sélénium des phénomènes de fatigue. Cette seconde condition est remplie à l'aide d'une cuve contenant simplement une solution saturée de SO_4Cu , sous 1 cm d'épaisseur. D'autres filtres anti I. R. (6) ont été étudiés, mais aucun n'a donné pleinement satisfaction.

Si la bande spectrale isolée est étroite, elle n'est pas monochromatique. Nous avons adopté le filtre Wratten n° 40, vert, qui a son maximum de transmission pour la longueur d'onde $\lambda = 0,51 \mu$, longueur d'onde pour laquelle les cellules au sélénium présentent leur sensibilité maxima. Au-dessous de $0,46 \mu$ et au-dessus de $0,63 \mu$, la transmission du filtre est négligeable.

4.2. ALIMENTATION DES SOURCES LUMINEUSES. — La stabilité rigoureuse de la tension appliquée aux bornes des deux lampes est obtenue en opposant à une batterie d'accumulateurs une tension alternative régulée, redressée et filtrée. En outre, pour que les deux sources fonctionnent dans les mêmes conditions, elles sont branchées en série. Elles sont également légèrement sous-voltées, pour éviter un vieillissement trop rapide.

5. Calcul des caractéristiques du calorimètre. —

5.1. DÉTERMINATION DE LA CAPACITÉ CALORIFIQUE γ_1 D'UNE CELLULE AU SÉLÉNIUM. — Connaissant le poids total de la photopile, l'épaisseur et la composition du support eutectique, l'épaisseur du dépôt de sélénium et les chaleurs spécifiques de tous les constituants, nous en déduisons : $\gamma_1 = 3,39 \text{ mg}$.

5.2. CAPACITÉ CALORIFIQUE γ_2 D'UN COUPLE. — Connaissant le poids du couple et la longueur des fils de cuivre et de constantan, on en déduit le poids de chaque élément (y compris la pastille de clinquant), d'où $\gamma_2 = 0,83 \text{ mg}$.

La capacité calorifique totale de la cellule associée à son couple atteint donc : $\gamma = 4,2$ mg.

5.3. CALCUL DES PERTES. — Les échanges de chaleur s'effectuent au sein de notre calorimètre des trois manières connues suivantes : par rayonnement, par conduction, ainsi que par convection puisque nous opérons dans l'air (notre installation comporte le moyen de faire le vide, mais les essais réalisés dans l'air et dans le vide ont donné des résultats comparables quant à la sensibilité et à la stabilité). Nous avons adopté les coefficients relevés soit dans le recueil de Fabry [5], soit dans le manuel de Hütte [6].

Les résultats sont les suivants :

a) pertes par rayonnement par la surface totale de la cellule :

$$8,18 \cdot 10^{-4} \text{ dθ watts}$$

b) pertes par les faces de la cellule dans l'air (par convection et conduction) :

$$2,62 \cdot 10^{-4} \text{ dθ watts}$$

c) pertes par conduction par les fils :

$$3,18 \cdot 10^{-4} \text{ dθ watts.}$$

La quantité de chaleur totale perdue par la cellule est donc :

$$P = 14,0 \cdot 10^{-4} \text{ dθ watts.}$$

Nous avons négligé les pertes par le support en plexiglas.

Calcul de τ et σ . — Les résultats trouvés précédemment permettent d'évaluer la constante de temps τ et la sensibilité σ .

Reprenons les équations simplifiées (chap. 1) du calorimètre :

$$\tau = \gamma/P \text{ et } \sigma = 1/P.$$

Sachant que le pouvoir thermoélectrique d'un couple cuivre-constantan est $40 \cdot 10^{-6}$ v/°C, nous avons pour σ :

$$\sigma = \frac{40 \cdot 10^{-6}}{14 \cdot 10^{-4}} = 0,0286 \mu\text{V}/\mu\text{W.}$$

Exprimons la valeur de P en calories/s pour calculer τ en secondes.

$$P = 14 \cdot 10^{-4} / 4,18 = 3,35 \cdot 10^{-4} \text{ calories/s/°C,}$$

ce qui donne :

$$\tau = \frac{4,2 \cdot 10^{-3}}{3,35 \cdot 10^{-4}} = 12,5 \text{ s.}$$

6. Étude de l'amplificateur. — Avant d'utiliser cet amplificateur en liaison avec le calorimètre, nous allons en étudier successivement les diverses caractéristiques telles que : linéarité, stabilité, sensibilité. L'appareil de mesure, branché à la

sortie de l'amplificateur, est un enregistreur potentiométrique à courant continu, à plume, dont la vitesse de réponse est de 2 secondes pour la traversée complète de l'échelle (qui mesure 25 cm) et dont l'amortissement est réglable. La résistance de charge R de l'amplificateur est un potentiomètre à plots de 1 100 ohms, dont on prélève une fraction convenable pour l'appliquer aux bornes d'entrée de l'enregistreur.

6.1. LINÉARITÉ. — Nous envoyons à l'entrée de l'amplificateur un signal variable, de grandeur connue, en utilisant le montage suivant (fig. 5).

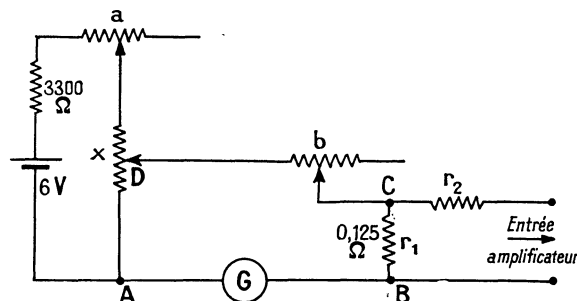


FIG. 5. — Schéma électrique pour l'étude de la linéarité de l'amplificateur.

La source de tension est un accumulateur de 6 volts.

a et b sont des boîtes de résistances X 1 000 Ω.

x est une boîte de résistances X 1 Ω.

La somme des résistances fixes r_1 et r_2 est égale à la résistance des deux thermocouples majorée de celle des fils de connexion du galvanomètre.

G, micro-ampèremètre qui mesure le courant débité dans le circuit ABCD.

Pour une même valeur du gain de l'amplificateur (29 100) et une résistance R de 800 Ω aux bornes de l'enregistreur E, on fait varier x de 1 à 11 Ω, toutes les autres résistances du circuit restant naturellement fixes, et on relève pour chacune des valeurs de x la déviation correspondante obtenue sur l'enregistreur. Les tensions ainsi appliquées à l'amplificateur s'échelonnent de $22,5 \cdot 10^{-9}$ V à $239 \cdot 10^{-9}$ V. Les résultats de ces mesures ont montré que l'écart quadratique moyen à la linéarité est de l'ordre de 0,25 %. Cette valeur représentant précisément la tolérance de linéarité de l'enregistreur, nous pouvons conclure que l'amplificateur n'apporte pas d'erreur systématique, par rapport à la linéarité, supérieure à la précision de l'enregistreur. Il semble donc que l'ensemble galvanomètre-amplificateur et enregistreur puisse être considéré comme linéaire à mieux que 0,5 % près.

6.2. STABILITÉ. — Notre installation n'est à l'abri ni de la dérive, ni des fluctuations. Mais la

dérive nous gêne très peu : étant données la constante de temps très faible de l'ensemble et la quasi-spontanéité des phénomènes thermiques étudiés, nous effectuons toujours une série de dix enregistrements d'une même mesure.

La figure 6 est la reproduction photographique

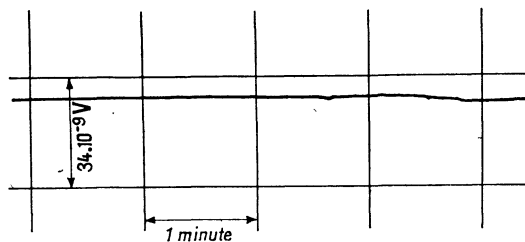


FIG. 6. — Stabilité obtenue avec un gain de 29 100 — durée : 5 mn.

d'un enregistrement montrant la stabilité obtenue qui est satisfaisante.

Les traits verticaux, distants de 25 mm, correspondent à un intervalle de temps de une minute. Le gain de l'amplificateur est de 29 100 (soit assez proche du gain maximum) et la résistance R aux bornes de l'enregistreur est de 800 ohms. La dérive est ici de l'ordre de 0,5 division (en 5 minutes), amplitude qui correspond à $1,7 \cdot 10^{-9}$ volt.

La figure 7 montre un enregistrement que nous

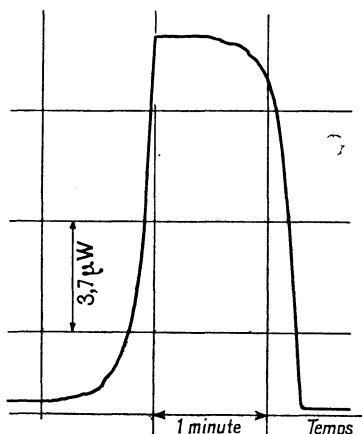


FIG. 7. — Signal envoyé à l'entrée de l'amplificateur : $12 \mu\text{W}$ — Gain : 29 100.

avons choisi moyennement bon : certains sont meilleurs, d'autres présentent plus de fluctuations ou de dérive.

Le signal envoyé à l'entrée de l'amplificateur est de $12 \mu\text{W}$ et, comme dans le cas précédent, le gain est de 29 100 et la résistance aux bornes de l'enregistreur de 800 ohms.

Des fluctuations rapides apparaissent parfois soudainement et disparaissent de la même façon. Nous les attribuons aux vibrations qui se mani-

festent au laboratoire et qui affectent le galvanomètre ; elles peuvent atteindre une amplitude d'au moins une petite division dans le cas du gain maximum.

6.3. SENSIBILITÉ. — Pour une valeur donnée de la tension appliquée à l'entrée de l'amplificateur, nous faisons varier le gain au moyen d'un commutateur à quatre positions et pour chacune de ces quatre valeurs du gain choisies, nous donnons à la résistance d'entrée R de l'enregistreur, les valeurs comprises entre 100 et 1 100 ohms. Nous utilisons à cet effet le montage de la figure 5 dans lequel on agit simultanément sur x , a et b , pour recueillir aux bornes de r_1 une tension convenable. Les résultats montrent que le gain varie de 224 à 39 100. Les courbes de la figure 8 représentent pour chacune des

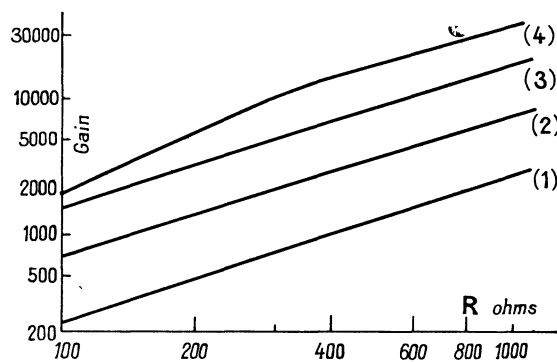


FIG. 8. — Variation du gain en fonction de la résistance d'entrée de l'enregistreur, pour les quatre positions du commutateur.

quatre positions du commutateur (indiquées sur les courbes) la variation du gain portée en ordonnées, en fonction de la résistance d'entrée de l'enregistreur portée en abscisses.

Sur les positions 1, 2 et 3, la variation est parfaitement linéaire et les droites sont parallèles.

Sur la position 4, on constate que pour $R \geq 400$ ohms, linéarité et parallélisme sont respectés, mais que pour $R < 400$ ohms, la loi n'est plus linéaire. Nous excluons donc ce domaine d'utilisation de nos mesures, ce qui n'offre aucun inconvénient puisque les valeurs du gain se recouvrent très largement en passant d'une position à la suivante.

7. Étalonnage de l'ensemble calorimètre-amplificateur. — Nous avons procédé de deux manières différentes en utilisant successivement une puissance électrique et une puissance lumineuse. Les deux couples sont branchés chaque fois en opposition.

7.1. ÉNERGIE ÉLECTRIQUE. — Au moyen d'une source de tension continue on envoie dans l'une des

deux photopiles un courant connu. La puissance que dissipe la cellule produit un certain dégagement de chaleur ; nous relevons la déviation correspondante sur l'enregistreur, et nous recommençons la même mesure pour quelques valeurs du gain (ce qui est une autre manière d'en vérifier les rapports déjà trouvés dans le paragraphe 6) et de la résistance R .

Si nous ramenons les résultats dans le cas d'un gain de 21 800 par exemple, celui qui nous sert le plus couramment, nous obtenons une puissance de 0,496 microwatt par division, c'est-à-dire par 2,5 mm.

7.2. ÉNERGIE LUMINEUSE. — Nous éclairons maintenant les deux cellules et nous faisons débiter la même que précédemment dans une résistance de 5 000 Ω , le gain étant toujours de 21 800 ; la puissance qu'elle fournit est 8,15 μW , et la déviation obtenue atteint 16,5 divisions, soit 0,494 μW par division. La concordance entre les deux résultats est satisfaisante. Les mesures sont faites à 0,1 μW près soit, dans ce cas, avec une erreur de 1,2 %.

8. Détermination expérimentale de τ et σ .

8.1. CONSTANTE DE TEMPS τ . — Sur les courbes d'échauffement d'une cellule (échauffement produit soit en l'éclairant, soit lorsqu'elle reçoit un courant) aussi bien que sur les courbes de refroidissement (lorsque cesse l'une ou l'autre des causes précédentes) on mesure la constante de temps, et l'on constate qu'elle est variable : elle croît au fur et à mesure que l'on s'éloigne de l'origine. Si on la calcule au moyen des expressions caractérisant une exponentielle, ce résultat se trouve confirmé. Nous sommes donc en présence de pseudo-exponentielles dont la forme a déjà été précisée [7] et que nous reprendrons dans un travail ultérieur. Au voisinage de l'origine, τ oscille autour de 15 secondes, l'équilibre étant atteint au bout d'une minute. Cette valeur de 15 secondes est assez voisine de celle

trouvée par la théorie (chap. 5.3) qui était de 12,5 secondes.

8.2. SENSIBILITÉ σ . — Que la cellule dissipe une énergie quand elle reçoit du courant d'un circuit extérieur, ou qu'elle produise une énergie en débittant sur une résistance quelconque lorsqu'elle est éclairée, nous retrouvons dans les deux cas la même valeur :

$$\sigma = 0,01 \mu\text{V}/\mu\text{W}.$$

Or, l'expression théorique déduite du calcul des pertes du calorimètre, nous donnait 0,0286 $\mu\text{V}/\mu\text{W}$, valeur supérieure à la précédente.

Nous en déduisons que les pertes ont été sous-estimées dans nos calculs et que la quantité de chaleur perdue par le support en plexiglas, au voisinage de la cellule et du thermocouple, ne doit pas être négligée. D'autre part, les deux valeurs de τ , théorique et expérimentale, étant concordantes, peuvent être considérées comme exactes : il convient donc de majorer la capacité calorifique d'un même coefficient que celui qui doit affecter la somme des pertes pour que τ reste inchangé. Nous verrons ultérieurement qu'il est en effet logique de faire intervenir la capacité calorifique d'un certain volume du plexiglas.

9. Conclusions. — Le microcalorimètre différentiel que nous avons réalisé va nous permettre d'entreprendre l'étude thermodynamique des semiconducteurs et, pour commencer, des photopiles au sélénium. L'appareil décrit nous donne satisfaction quant à la sensibilité, la stabilité et la constante de temps, mais sous sa forme définitive il sera encore amélioré par une modification convenable de chacun des deux thermocouples dont nous allons, en particulier, réduire la résistance.

Dans un travail ultérieur, nous donnerons les premiers résultats acquis et nous préciserons, aidés de la théorie mathématique, la forme des courbes obtenues.

Manuscrit reçu le 24 mars 1958.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] WHIPP (Brian), Considerations on micro-calorimetry. *Phil. Mag.*, 1934, **18**, 745-759.
- [2] TONNELAT (Jacques), *Thèse*, Paris, 1945.
- [3] CALVET (Ed.) et PRAT (H.), Microcalorimétrie. — Applications physico-chimiques et biologiques, Paris, Masson, 1956.
- [4] BLET (G.), Quelques considérations sur les amplificateurs électroniques à coefficient d'amplification négatif élevé. — Applications aux appareils de mesure. *J. Physique Rad.* (Phys. Appliquée), avril 1958, **19**, 20 A à 26 A.
- [5] FABRY (Ch.), Propagation de la chaleur, Paris, Librairie A. Colin, 1942.
- [6] HÜTTE, Manuel de l'Ingénieur, Paris, Librairie Polytechnique. Ch. Béranger, 1926, p. 473.
- [7] BLET-TALBOT (Dhetty) et BLET (G.), Précisions sur la courbe transitoire obtenue avec un microcalorimètre. *C. R. Acad. Sc.*, 1958, **246**, 567-570.