Classification
Physics Abstracts
0.620

RÉALISATION D'UN THERMOSTAT POUR CELLULE DE MESURE DESTINÉE A LA SPECTROMÉTRIE DE LUMIÈRE LASER DIFFUSÉE PAR DES PARTICULES EN SUSPENSION

A. BOUILLER et H. RIDELAIRE

Laboratoire de Physique Electronique, Université Libre de Bruxelles
50, avenue Franklin-Roosevelt, 1050 Bruxelles, Belgique

(Reçu le 4 avril 1975, révisé le 16 mai 1975, accepté le 29 mai 1975)

Résumé. — Les expériences de lumière laser diffusée sur des systèmes fluides nécessitent une bonne stabilité en température de l'échantillon, non seulement pour obtenir un contrôle précis de la température, mais aussi pour éviter les courants de convection dans le fluide pendant les mesures. Nous présentons une description du thermostat qui est réalisé pour effectuer des expériences au-dessus de la température ambiante. L'appareil présente les avantages suivants : la régulation de température est réalisée sans fluide de refroidissement et fournit une précision de $0,02\text{ }^{\circ}\text{C}$ entre $27\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $33\text{ }^{\circ}\text{C}$; l'absence de fenêtres optiques permet les mesures à tous les angles de diffusion sans correction de chemin optique due aux fenêtres. Ce type de thermostat apparaît comme particulièrement approprié pour les études de lumière diffusée sur les suspensions colloïdales et les micro-organismes vivants.

Abstract. — Laser light scattering experiments on fluid systems require a good temperature stability of the sample, not only to achieve an accurate control of temperature, but also to avoid convection currents in the fluid during measurements. We present a description of the thermostat which allows one to perform experiments above room temperature. The apparatus exhibits the following advantages : the temperature regulation is maintained without cooling the fluid system and provides an accuracy of $0.02\text{ }^{\circ}\text{C}$ between $27\text{ }^{\circ}\text{C}$ and $33\text{ }^{\circ}\text{C}$; the absence of optical windows allows measurements at all scattering angles without optical paths corrections due to such windows. This type of thermostat appears to be particularly appropriate for light scattering studies of colloidal suspensions and living microorganisms.

Le but poursuivi en construisant ce thermostat est la régulation à $\pm 0,05\text{ }^{\circ}\text{C}$ près de la température d'une enceinte dans la gamme de 27 à $35\text{ }^{\circ}\text{C}$. Nous désirions nous assurer de la constance au millième près de la viscosité du méthanol dans lequel sont mises en suspension des billes de polystyrène de $0,176\text{ }\mu\text{m}$ de diamètre. Cette suspension devait être utilisée pour une étude du mouvement brownien de particules dans un fluide par relevé de la fonction d'autocorrélation des photons diffusés.

1. Description du thermostat. — Le thermostat (Fig. 1) se compose d'un bloc en laiton cylindrique de 82 mm de diamètre et de 103 mm de hauteur, évidé en son centre par un trou de 27 mm de diamètre et de 56 mm de profondeur dans lequel doit être placée la cellule de mesure. Vingt quatre petites chambres sont réparties circulairement dans le bloc, chacune recevant un élément chauffant. Ces éléments sont vissés d'une part dans le bloc qui constitue un point d'alimentation

FIG. 1. — Vue en plan du bloc régulateur.

électrique, d'autre part soudés sur quatre couronnes en laiton isolées l'une de l'autre deux à deux, constituant le deuxième point d'alimentation. A mi-hauteur, une fente transversale de 4 mm de hauteur a été fraisée

sur un peu plus de la moitié du cylindre (Fig. 1 et 2). Elle laisse passer le faisceau laser suivant BA à travers la cellule de diffusion centrée dans le thermostat, et permet la détection de la lumière diffusée suivant un angle choisi entre 0° et 180° dans la direction de la face ADB (Fig. 2).

FIG. 2. — Vue de profil du bloc régulateur.

L'élément détecteur destiné à la régulation de température a été placé dans une cavité percée orthogonalement à l'axe du cylindre, près du diamètre CD (Fig. 2). Le thermomètre de platine pour la mesure de la température, est fixé verticalement le long de la paroi interne du cylindre (Fig. 1). L'enceinte est centrée dans un support isolant en résine époxy, type araldite, et isolée thermiquement de l'extérieur par des parois en polystyrène; l'ensemble est encastré dans un boîtier d'aluminium (1 cm d'épaisseur), lui-même centré sur une table tournante permettant les changements d'angle de détection (Fig. 3). Un miroir orientable coulisse le long d'un bras solide de la table tournante; il est réglé pour réfléchir le faisceau laser

FIG. 3. — Schéma des trajets optiques.

suivant l'axe diamétral AB. Un alignement optique préalable est nécessaire avant la mise en place du thermostat contenant la cellule de mesure. La détection de la lumière diffusée se fait suivant un axe diamétral de la table, à travers une direction d'alignement fixe, délimitée par des trous d'épingle. Celle-ci forme avec l'axe du faisceau incident (BA) un angle θ variant de 0° à 180° . Une tige en plexiglass supporte le bouchon de l'enceinte en laiton et traverse le couvercle du boîtier d'aluminium permettant d'orienter, si nécessaire, la cellule dans le thermostat (Fig. 4). Nous avons utilisé

FIG. 4. — Vue en plan du thermostat.

deux types de cellules optiques à axe vertical : l'une cylindrique (de 23 mm de diamètre), l'autre rectangulaire (Helma 101). Les seules corrections de trajet optique effectuées sont relatives au passage à travers les parois de la cellule de diffusion.

2. Régulation. — La détection de la variation de température se fait à partir de la variation de résistivité d'un élément résistif « C. T. N. miniature » de 100 k Ω à 20°C , dont le coefficient de température entre 25°C et 30°C est de l'ordre de 200 Ω par $0,1^\circ\text{C}$.

La « C. T. N. » et un potentiomètre multi-tours constituent une branche d'un pont de Wheatstone dont l'autre est composée de résistances fixes, bobinées, ayant un faible coefficient de température de $3 \times 10^{-6} \Omega$ pour $0,1^\circ\text{C}$. Nous choisissons quatre résistances de valeurs à peu près égales, alimentées par une source à

basse impédance de façon à obtenir la plus grande sensibilité du pont (P. Baudoux [1]). La constante de dissipation de la « C. T. N. » étant de 0,4 mW/°C à l'air libre, il convenait d'alimenter le pont sous faible différence de potentiel pour ne pas provoquer d'échauffement de la « C. T. N. » par le courant qui la traverse. Nous avons choisi 5 piles en série de 1,5 V (Fig. 5).

FIG. 5. — Schéma des circuits électroniques de régulation.

La tension de déséquilibre du pont δv_0 pour une variation δR de la thermistance C. T. N. R_{th} autour de la valeur correspondant à une température désirée, s'exprime par la relation (P. Baudoux [1])

$$\delta v_0 = \frac{\delta R}{R^2} \cdot \frac{R_A V}{\left(\sqrt{\frac{R_A}{R}} + \sqrt{\frac{R_A}{R} + 1} \right)^2}$$

où R_A est la résistance interne du détecteur (haute impédance d'entrée d'un amplificateur opérationnel); R est la valeur des résistances du pont à l'équilibre (100 kΩ).

Dans notre cas $R_A \gg R$.

$$\delta v_0 \simeq \frac{\delta R}{4 R} V$$

soit $\delta v_0 = 3,75$ mV pour 0,1 °C.

Cette valeur de la tension de déséquilibre sert de base pour la commande de la régulation en température du thermostat. Le choix du détecteur s'est porté sur l'amplificateur opérationnel de référence L 141 C, qui se caractérise par un gain élevé en boucle ouverte, une grande impédance à l'entrée et la symétrie de celle-ci. Le signal à la sortie du détecteur doit être suffisamment élevé (~ 1 V) pour rendre conducteur le transistor T_1 normalement bloqué (Fig. 5). Le gain G de l'amplificateur opérationnel qui détermine la résistance de contre-réaction R_{CR} à utiliser pour obtenir 1 V à sa sortie (V_s), est donné par l'expression :

$$G = \frac{V_s}{V_e} = 275$$

soit :

$$G = \frac{-R_{CR}}{R_E} \quad (\text{R. Damaye} - [2])$$

où R_E est la résistance équivalente :

$$R_E = \frac{R_1 \cdot R_{th}}{R_1 + R_{th}}$$

$R_E = 50$ kΩ donc $R_{CR} = 1,375 \times 10^7$ Ω.

Le fait d'insérer une résistance aussi élevée diminue le rapport signal/bruit en augmentant la sensibilité du montage aux inductions parasites ; aussi, nous avons préféré diviser par 10 la valeur de R_{CR} et intercaler en série avec la sortie de l'amplificateur une pile de 1,5 V, ce qui a pour effet de déplacer le seuil. Dans ces conditions, à l'équilibre du pont, le transistor T_1 (Fig. 5) est bloqué tandis que, pour un ΔV_0 correspondant à 0,05 °C, il conduit. La diode Zener Z6 dans la base de T_1 limite le potentiel de celle-ci à 6 V lors d'un important déséquilibre du pont. Par l'émetteur de T_1 , le signal est appliqué à la base de T_2 , à travers une résistance de 2,5 kΩ ; trois diodes BAY 71 fixent la tension base de T_2 approximativement à 2,5 V. La résistance d'émetteur de T_2 est choisie en fonction de la valeur du courant de maintien du relais inverseur R_1 , qui commande le premier circuit de préchauffage dissipant une puissance de 10 W. Au fur et à mesure que l'on se rapproche de l'équilibre du pont, la tension base diminue, et en dessous de 2,5 V le courant dans le transistor devient insuffisant. Le relais R_1 bascule et met alors en circuit le transistor T_3 . Celui-ci était bloqué, sa base étant à la masse par les contacts de R_1 . T_3 reçoit le signal de l'émetteur de T_1 . Un second relais R_2 dans le circuit collecteur de T_3 commande le deuxième circuit de chauffage (d'entretien) dissipant 2,5 W. Lorsque le pont atteint l'équilibre, le courant émetteur de T_3 ne peut plus maintenir l'enclenchement du relais et le deuxième circuit de chauffage est coupé. A cause des pertes de chaleur, dues principalement à l'existence de la fente d'observation, la masse de laiton se refroidit, provoquant un déséquilibre du pont ; un signal réapparaît à la base de T_3 qui enclenche le relais R_2 et ferme le circuit de chauffage d'entretien, puis le cycle recommence.

Avec ce type de régulation, la température dans le thermostat varie de $\pm 0,02$ °C. Pour disposer d'un affichage direct de la température du thermostat, nous avons procédé à un étalonnage du potentiomètre en fonction des valeurs de la résistance C. T. N.

3. Mesure de la température. — La mesure de la température dans l'enceinte est faite par un thermomètre constitué d'une résistance de platine de 50 Ω à 0 °C (construite suivant les normes DIN 43760). Nous avons choisi ce type de thermomètre à cause de sa bonne stabilité au cours du temps, ainsi que de sa linéarité de réponse dans la gamme limitée des températures envisagées (McCullough [3]). Nous avons procédé à l'étalonnage simultané de cette résistance et

TABLEAU I

Valeur affichée au potentiomètre	Thermomètre I			Thermomètre II		Différence de température °C
	30.7.74	10.9.74	°C	20.9.74	°C	
—	—	—	—	—	—	—
0	55,33 Ω	55,33 Ω	26,90	55,15 Ω	26,95	0,05
100	55,43	55,44	27,55	55,26	27,55	0
200	55,55	55,55	28,10	55,37	28,15	0,05
300	55,65	55,66	28,70	55,49	28,75	0,05
400	55,78	55,78	29,25	55,60	29,30	0,05
500	55,90	55,90	29,90	55,72	29,95	0,05
600	56,01	56,02	30,50	55,85	30,55	0,05
700	56,15	56,15	31,20	55,97	31,25	0,05
800	56,28	56,28	31,80	56,10	31,80	0
900	56,41	56,41	32,50	56,24	32,55	0,05
1 000	56,56	56,55	33,20	56,37	33,25	0,05

de la thermistance (C. T. N.) dans un calorimètre approprié.

Les deux résistances, ainsi qu'un thermomètre à mercure de référence gradué à 1/10 °C pour 1 mm, sont introduits simultanément dans un bloc de laiton placé dans un thermostat à circulation d'eau. Pour augmenter la conductibilité thermique entre les trois éléments placés dans ce bloc de laiton, nous les avons enrobés de graisse silicone. Au moyen d'une loupe, la lecture des graduations du thermomètre est faite à mieux que 0,25 mm, ce qui correspond à une précision absolue sur la lecture de la température inférieure à 0,03 °C. Nous nous sommes fixés six points de régulation du calorimètre entre 24° et 35 °C, et nous avons effectué à chacun d'eux la mesure de la résistance de platine et celle de l'élément C. T. N. Cette mesure est faite au pont Mueller (Leeds et Northrup) dont la sensibilité est de $10^{-4} \Omega$. Nous avons exploité la linéarité de réponse de la résistance de platine R_{Pt} , en traçant la droite $R_{Pt} = At$, passant au mieux par les 6 valeurs de résistance obtenues pour les 6 lectures correspondantes au thermomètre à mercure. Ceci nous a permis de tracer la courbe de réponse de la thermistance à partir des 6 valeurs de résistance effectuées. On peut éviter ces longues mesures d'étalonnage de la résistance de platine, si l'on dispose d'une résistance de platine sélectionnée pour répondre à l'exigence de précision désirée. Il est possible, en effet, de se procurer un élément étalonné au $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{3}$ ou $\frac{1}{4}$ de la norme DIN 73760 autour d'une température choisie.

4. Mesures de régulation. — Nous avons procédé à des essais de stabilité et de reproductibilité de la température affichée. Nous avons effectué les mesures de résistance au pont de Kelvin commercial (ESI 300 PVB)

à $\pm 0,01 \Omega$. A cette précision pour des affichages identiques au potentiomètre et le même thermomètre de platine, à un mois d'intervalle, on n'observe pas de variation de température dépassant la précision de l'étalonnage.

Avec un autre thermomètre de platine (étalonné), l'écart le plus grand que nous ayons observé entre les deux mesures est de 0,05 °C.

Chacune de ces mesures a été effectuée après un temps suffisant pour s'assurer de l'équilibre thermique.

Le tableau I résume les résultats obtenus.

Pour connaître la stabilité de la régulation en fonction du temps, nous avons affiché une température pendant plusieurs heures ; nous avons constaté une variation autour du point choisi de $\pm 0,02$ °C.

5. Conclusion. — La reproductibilité des températures affichées, et la stabilité des conditions de diffusion dans la cellule de mesure placée dans un tel thermostat, nous ont permis d'entreprendre et de mener à bien une étude expérimentale approfondie sur le mouvement Brownien d'une sphère dans un fluide avec mise en évidence d'un comportement non-markovien de celui-ci (J. P. Boon [5]).

Remerciements. — Nous tenons à remercier M. le Professeur G. Sylin pour les conseils éclairés qu'il nous a donnés pour cette réalisation ainsi que MM. Legros et Poty du Service de M. le Professeur Thomaes qui ont mis à notre disposition l'appareillage nécessaire à l'étalonnage des thermomètres. Nos remerciements s'adressent aussi à M. A. Noblet pour ce qui concerne les discussions sur les circuits électroniques et à MM. J. De Saeger et L. Tisseghem pour l'exécution mécanique du thermostat.

Bibliographie

- [1] BAUDOUX, P., *Mesures électriques* éd. P. U. B., 1964.
- [2] DAMAYE, R., *Amplificateurs opérationnels* éd. Radio, 1972.
- [3] SCOTT, D. W., *Experimental thermodynamics*, Vol. I : Calorimetry of non reacting systems, éd. J. P. McCullough (1968).
- [4] Pièces détachées professionnelles, EP 1501 (2), M. B. L. E.
- [5] BOON, J. P., BOUILLER, A., soumis à *Phys. Rev. Lett.* (mars 1975).