

# Température et grandeurs thermiques

## *Temperature and thermal quantities*

### 1. Introduction

Dans ce domaine de métrologie, les missions sont réparties entre deux laboratoires nationaux de métrologie : le LNE-INM au CNAM (température) et le LNE (température, propriétés thermophysiques et propriétés thermoradiatives des matériaux), et un laboratoire associé au LNE : Cetiati (humidité).

### 2. LNE-INM : température

#### 2.1. Comparaisons et collaborations internationales

L'INM est fortement engagé dans l'activité internationale et en 2004, le laboratoire a participé à une comparaison du CCT, 13 projets Euromet dont 9 en tant que coordinateur, 2 projets européens, 3 groupes de travail du CCT et plusieurs collaborations bilatérales avec des laboratoires nationaux étrangers.

A travers les résultats de ces travaux, l'INM participe activement aux discussions menées au CCT notamment sur l'évolution des définitions des points fixes. Par exemple, en basse température, la comparaison du point triple de l'hydrogène et l'étude, menée en parallèle, sur de l'influence sur la température de la composition isotopique en deutérium ont conduit à proposer au CCT de 2005, une composition isotopique de référence et les corrections à apporter sur la valeur de la température du point fixe ainsi que les incertitudes associées.

Le projet Euromet 732 « *Toward more accurate temperature fixed points.* » a été officiellement lancé en 2004 à l'occasion du Congrès Tempmeko 2004. Ce projet, coordonné par le LNE-INM, a pour but de développer en Europe une nouvelle génération de références thermométriques en s'appuyant sur toutes les avancées technologiques réalisées dans différents domaines (purification des métaux, analyse chimique, régulation thermique, traitement des données, ...) afin de justifier et d'améliorer significativement les incertitudes de matérialisation. Le projet est organisé en 11 lots de tâches réparties entre 18 participants, pour couvrir les points fixes allant de l'argon à l'argent.

#### 2.2. Température thermodynamique et thermomètre acoustique

Ces deux dernières années l'INM et le NIST ont collaboré dans le but de mesurer la température thermodynamique ( $T$ ) à l'aide d'un thermomètre

acoustique et de la comparer à la température de l'EIT-90 ( $T_{90}$ ) pour les températures inférieures au point triple de l'eau. Le principe est de calculer la température à partir du rapport de la vitesse de propagation du son et de la vitesse de la lumière dans une cavité sphérique remplie d'un gaz. Les vitesses sont respectivement déduites des fréquences de résonances acoustiques et micro-ondes de la cavité mesurées pour différentes pressions dans la cavité.

Les mesures ont été effectuées dans l'hélium, qui permet d'atteindre quelques kelvins, mais aussi dans l'argon pour valider le modèle. En 2004, treize points de mesure (écarts entre  $T$  et  $T_{90}$ ) ont été obtenus entre 7 K et 300 K et les incertitudes ont été calculées (fig. 1). Les résultats sont cohérents avec les résultats obtenus dans le passé avec d'autres thermomètres acoustiques et entre 4 K et 23 K, les incertitudes de mesure sont plus faibles que celles obtenues avec le thermomètre à gaz, instrument d'interpolation de l'EIT-90 dans cette gamme de températures.

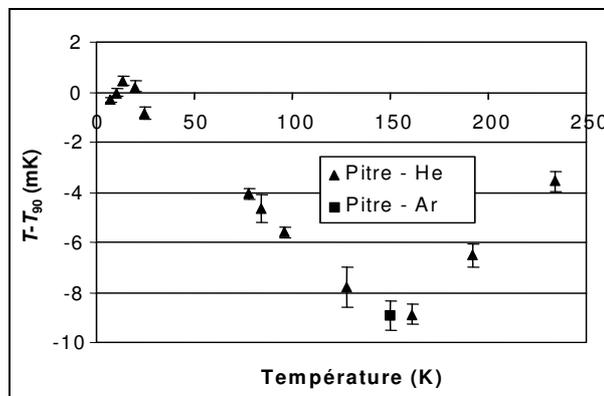


Fig. 1. - Ecarts  $T-T_{90}$  obtenus pour deux gaz différents, l'hélium et l'argon.

Les résultats obtenus, encore perfectibles, indiquent que ce type d'instrument est susceptible de faire évoluer l'EIT-90, voire même de bouleverser la notion d'échelle comme référence de température.

#### 2.3. Références de température entre 14 K et 273 K

En 2004, une cellule pour matérialiser le point fixe du mercure a été réalisée spécifiquement pour être associée à l'ensemble multicompartiment déjà existant pour les points fixes de l'hydrogène, du néon, de l'oxygène et de l'argon. Le comportement thermique de cette cellule de mercure a été caractérisé. Les résultats sont cohérents entre eux mais le rapport entre les résistances thermiques

externes et internes à la cellule est petit, ce qui limite l'incertitude de matérialisation du point fixe. Il semble difficile d'améliorer la conception des cellules sur le plan thermique et les améliorations futures passeront donc plutôt par une meilleure maîtrise de la température externe de l'ensemble cellule-thermomètre.

## 2.4. Amplificateur de température

L'incertitude d'étalonnage par comparaison des thermomètres à résistance de platine est limitée à haute température (au-dessus de 600 °C) par l'instabilité des thermomètres étalons et le manque d'uniformité en température du volume de comparaison. C'est pourquoi, l'INM mène une étude sur une méthode originale d'étalonnage où le thermomètre étalon se trouve à une température basse (zone de stabilité) tandis que le thermomètre à étalonner se trouve à une température plus élevée : il s'agit de la mise en œuvre d'un amplificateur de température afin d'atteindre une incertitude d'étalonnage de 50 mK vers 961 °C, ce qui nécessite une incertitude de mesure de la température à basse température (vers 100 °C) de 5 mK.

Différents caloducs sont couplés au même dispositif de régulation en pression. Différents caloducs ont déjà été étudiés séparément (sodium, potassium et Dodécane) puis ont été couplés. La faisabilité du couplage a été démontrée. Les caloducs au sodium et au potassium fonctionnent à haute température (au-dessus de 600 °C) et le Dodécane avait été choisi pour fonctionner à basse température (au-dessous de 200 °C) mais une grave instabilité du matériau s'est produite durant les cycles de fonctionnement et le laboratoire a recherché une autre possibilité : l'eau.

En 2004, les travaux ont donc été concentrés sur la réalisation et la caractérisation d'un caloduc à eau. De très nombreuses mesures ont été effectuées dans un caloduc en inconel pour commencer. Les résultats sur le court terme sont très encourageants : entre 80 °C et 120 °C, la stabilité et la reproductibilité en température sont de 0,5 mK et les différences de température le long des puits de mesure et entre les puits sont inférieures à 0,1 mK. Pour améliorer les stabilités à long terme, un caloduc au cuivre est en cours de réalisation.

## 2.5. Points fixes à base d'eutectiques métal-carbone

Cette étude a été réalisée principalement dans le cadre du projet européen Himert (2001-2005) rassemblant sept partenaires coordonnés par le NPL.

Après avoir conçu et rempli les cellules corps noirs avec les différents mélanges, l'INM a caractérisé, en 2004, 6 points fixes de mélanges eutectiques métal-carbone. Les paliers de changement de phase ont été obtenus dans un four horizontal et les valeurs de température de ces paliers ont été affectées à l'aide d'un pyromètre (LP3) préalablement étalonné (fig. 2).

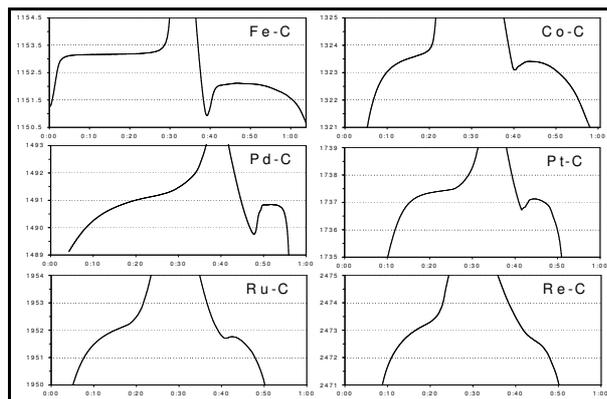


Fig. 2. - Paliers typiques d'eutectiques métal-carbone (sans optimisation thermique particulière).

Les cellules ont été comparées à d'autres cellules (NPL, NMJ et LNE). Actuellement des progrès restent à faire en matière de contrôle de la pureté finale du mélange et des conditions thermiques de mise en œuvre. Toutefois, les points eutectiques ont franchi une étape importante puisqu'ils quatre d'entre eux sont proposés au CCT de 2005 comme points fixes supplémentaires à ceux de l'EIT-90, en prenant en compte les résultats obtenus par les différents partenaires de Himert, Co-C (1 324,0 °C), Pd-C (1 491,7 °C), Pt-C (1 737,9 °C) et Re-C (2 474,2 °C).

## 3. LNE

### 3.1. Température

Aux très hautes températures, le LNE a exploité les cellules points fixes développées en 2003 à base d'eutectiques métal-carbone, pour l'étalonnage de couples thermoélectriques.



Fig. 3. - Couples thermoélectriques mis en œuvre avec les cellules eutectiques développées ; de gauche à droite : couples Pt-Pd, W-Re gaine Ta, type B, W-Re gaine Mo muni de son fourreau en  $ZrO_2-8\%Y_2O_3$ .

La caractérisation des cellules a montré une répétabilité des paliers de fusion/congélation inférieure à 0,03 °C pour le Co-C et à 0,14 °C pour le Pd-C. Les températures de fusion observées avec des couples thermoélectriques de types S et B sont, pour le Co-C : 1 324,5 °C, pour le Ni-C : 1 328,4 °C, et pour le Pd-C : 1 491,5 °C, avec, dans tous les cas étudiés, une incertitude à deux écarts types de 1,4 °C.

Par ailleurs, dans le cadre du projet européen Himert, les cellules eutectiques métal-carbone réalisées par le LNE ont été utilisées pour la comparaison, avec le NMIJ (Japon) et la PTB (Allemagne), de jeux de thermocouples Pt/Pd développés à la PTB et au NMIJ.

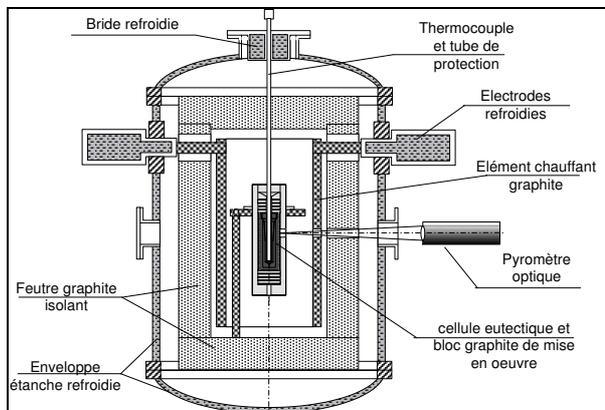


Fig. 4. - Montage des cellules eutectiques métal-carbone dans le four haute température du LNE.

La cellule Co-C a également été mise en œuvre dans le four du LNE-INM pour effectuer des mesures à l'aide d'un pyromètre et d'un thermocouple. Cette dernière comparaison de résultats permet d'évaluer l'effet de la méthode et des moyens de mesure sur la valeur mesurée de la température de changement de phase.

Dans le domaine 1 064 °C – 1 554 °C, l'intégration de ces nouveaux points fixes de température aux méthodes d'étalonnage actuelles apporteront un gain d'incertitude d'étalonnage d'un facteur 2 environ. Au-dessus de 1 550 °C, les premières mises en œuvre de couples W-Re pour l'observation des paliers de changement de phase ont montré une répétabilité inférieure à 0,1 °C.

## 3.2. Propriétés thermophysiques des matériaux

### 3.2.1. Diffusivité thermique

L'étude en cours a pour objet l'extension du champ d'application de l'installation de mesure actuelle aux températures comprises entre 800 °C et 1 500 °C et à l'étude de la diffusivité thermique des matériaux bicouches. En 2004, le système optique (miroirs, lentilles, supports, ...) utilisé pour les mesures de la diffusivité thermique de matériaux bicouches par méthode flash en face avant a été défini et dimensionné. D'autre part, l'adaptation à l'installation du LNE de la version définitive du logiciel d'exploitation des mesures fournies par l'Onera, dans le cadre d'une action d'incitation, a été réalisée.

### 3.2.2. Conductivité thermique

Le fonctionnement du prototype de plaque chaude gardée, réalisé pour l'étude des matériaux moyennement conducteurs, a été testé par le biais de mesures de la conductivité thermique réalisées sur deux matériaux de référence certifiés.

A l'issue de ces mesures, il a été décidé de concevoir en 2005 un nouvel équipement en modifiant les caractéristiques mécaniques et thermiques et le principe de fonctionnement du prototype.

### 3.2.3. Pouvoir calorifique supérieur des gaz

Le développement du calorimètre de référence destiné à la mesure du pouvoir calorifique supérieur des composants du gaz naturel s'est poursuivi. La réalisation, l'approvisionnement et la qualification métrologique des matériels constitutifs du calorimètre se sont achevés. Un local a été aménagé spécifiquement pour accueillir l'ensemble de l'installation de mesure. Différents modèles de détermination de l'élévation de la température du calorimètre induite par la combustion ont été comparés.

## 3.3. Propriétés thermoradiatives des matériaux

### 3.3.1. Emissivité spectrale à basse température

Dans le but de diminuer l'incertitude de mesure du facteur de réflexion directionnel hémisphérique spectral d'un matériau, duquel est déduite l'émissivité spectrale, il était nécessaire de mesurer directement le facteur de réflexion spéculaire spectral des quatre miroirs utilisés pour collecter le rayonnement réfléchi. Une méthode de mesure a donc été mise au point pour cela.

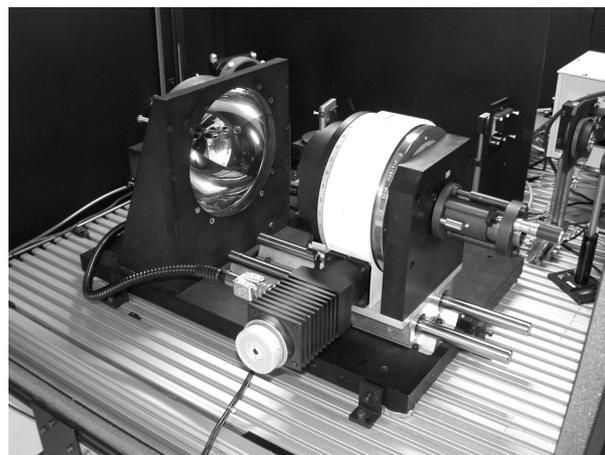


Fig. 5. - Banc de mesure d'émissivité à basse température.

Afin de valider la justesse des mesures du facteur de réflexion directionnel hémisphérique spectral réalisées avec le détecteur pyroélectrique, des mesures comparatives ont été réalisées sur deux éprouvettes (céramique blanche étalonnée en réflexion spectrale au NIST et inconel sablée et légèrement oxydée). Les mesures ont été effectuées en utilisant soit le détecteur pyroélectrique soit un système de détection constitué d'une sphère en Spectralon et d'un détecteur Si ou InGaAs (système de détection ayant une sensibilité spatiale et angulaire constante). Les résultats obtenus, entre 0,7 μm et 2,2 μm, sont très proches car les écarts relatifs sont inférieurs à 1,4 %. Cela confirme que les défauts d'uniformité spatiale de la réponse du détecteur pyroélectrique n'entraînent pas d'erreur significative sur les facteurs de réflexion mesurés.

### 3.3.2. *Emissivité normale spectrale à haute température*

La mesure de la température de surface de l'éprouvette est faite actuellement par extrapolation, à partir de deux températures mesurées avec des thermocouples insérés dans l'éprouvette et positionnés à des distances connues de la surface. Cela impose des contraintes importantes sur la géométrie et les dimensions des éprouvettes et limite les mesures à des matériaux épais et bons conducteurs thermiques. L'utilisation des techniques de mesures de température de surface par pyrométrie monochromatique, bi-chromatique ou multi-chromatique a donc été envisagée. L'idée a été d'utiliser le spectroluminancemètre, qui mesure déjà la luminance de l'éprouvette, comme pyromètre. Cette technique de mesure de la température de surface a donc été évaluée par modélisation. Les premiers résultats montrent que le paramètre critique est l'émissivité spectrale utilisée pour calculer la température et que la pyrométrie monochromatique est plus « performante » que la pyrométrie bichromatique.

## 4. LNE-CETIAT : Humidité

Le laboratoire d'hygrométrie a développé un générateur d'air humide présentant des incertitudes très faibles en température, dans le domaine de températures de  $-80\text{ °C}$  à  $+80\text{ °C}$  environ. Le bilan d'incertitudes du générateur « haute température » a été établi sur la base du

bilan réalisé sur le générateur « basse température ». Afin de valider le bilan d'incertitude, le banc a été comparé avec les bancs d'étalonnage accrédités par le Cofrac entre  $-60\text{ °C}$  et  $+10\text{ °C}$  à l'aide d'un hygromètre de transfert. Les résultats montrent un bon accord entre les deux bancs, ce qui permet de conforter le bilan d'incertitudes du banc « basse température ».



Fig. 6. - Vue du générateur « basse température » ; au premier plan, circuit de distribution.