



B. BLANQUART

Évolution de la référence nationale française en hygrométrie de 1998 à 2006

Evolution of French national standard in hygrometry from 1998 to 2006

Bertrand BLANQUART, Fabrice GONIN et Bernard CRÉTINON

LNE-CETIAT, Domaine Scientifique de la Doua, 25 Avenue des Arts, BP 2042, 69603 Villeurbanne Cedex, France, bertrand.blanquart@cetiat.fr.

Résumé

Le laboratoire d'hygrométrie du CETIAT développe des moyens d'étalonnage depuis 1973, initialement sous l'égide du BNM et maintenant en tant que laboratoire associé au LNE. Initiateur en Europe des travaux dans ce domaine, puis de la première comparaison internationale de générateurs d'air humide en 1995, le CETIAT a engagé le développement de nouveaux moyens de référence en 1998. Les deux bancs actuels, « RBT » pour les basses températures et « RHT » pour les hautes températures, couvrent la plage de température de rosée (gelée) de -80 °C à $+80\text{ °C}$.

La conception des deux bancs s'articule autour de la réduction des incertitudes de la mesure de la température de référence, par le choix d'un thermomètre à résistance de platine étalon (TRPE) et par la conception originale de la cellule, en s'appuyant sur le principe de générateur à recirculation totale développé par le CETIAT depuis 1988. Des sources d'erreur non identifiées ou non quantifiées jusque là, indépendantes de la mesure de la température, ont pu être mises en évidence. Elles concernent en particulier l'influence du givrage lors de la mise en régime et l'influence des fuites sur la plage de -80 °C à -60 °C .

Réalisés sur la base d'un bain thermostaté et d'un TRPE, les bancs d'étalonnage demandent une maîtrise de la métrologie des températures, mais également de la métrologie de l'air humide, avec des moyens de caractérisation importants et des comparaisons régulières.

Les incertitudes d'étalonnage avec ces nouveaux moyens de référence sont estimées à $\pm 0,03\text{ °C}$ sur la plage de température de rosée (gelée) de -60 °C à $+80\text{ °C}$ et à $\pm 0,06\text{ °C}$ sur la plage de température de gelée de -75 °C à -60 °C . Au-delà de -75 °C , les incertitudes augmentent rapidement. Ainsi, avec l'objectif d'obtenir des incertitudes faibles, la température de gelée de -75 °C semble constituer une limite à ce type de banc d'étalonnage.

MOTS CLÉS : HYGROMETRIE, TEMPERATURE DE ROSEE, TEMPERATUE DE GELEE, AIR HUMIDE.

Abstract

Hygrometry laboratory in CETIAT develops calibration facilities since 1973, at first in collaboration with the "BNM" and now as an associate of the "LNE". After having initiated works in hygrometry in Europe, and the first European comparison in 1995, CETIAT started the development of two calibration facilities in 1998, in the range from -80 °C to $+80\text{ °C}$.

The two calibration facilities are totally recirculation generators, designed to reduce the measurement uncertainties of the reference temperature. A Standard Platinum Resistance Thermometer is used, in a new shape of the saturation's cell. Unidentified or not quantified errors, independent from temperature measurement, were observed, especially the frost formation in tubes during transient phases and the influence of leaks in the range from -80 °C to -60 °C of frost-point temperature.

Based on a classical thermostatic bath and a SPRT, these facilities ask a specific knowledge in thermometry and in hygrometry, additional characterisation equipment and periodic comparisons.

Uncertainties are about $\pm 0,03\text{ °C}$ from -60 °C to $+80\text{ °C}$ and $\pm 0,06\text{ °C}$ from -75 °C to -60 °C . Uncertainties increase significantly for temperatures lower than -75 °C , leading to consider this temperature as a "physical limit" of this sort of calibration facilities, if very low uncertainties are required.

KEY WORDS: HYGROMETRY, DEW-POINT TEMPERATURE, FROST-POINT TEMPERATURE, HUMID AIR.

1. Contexte

1.1. Historique

A la demande du Bureau national de métrologie (BNM), les travaux du CETIAT en hygrométrie ont commencé en 1973, alors que seuls deux autres laboratoires dans le monde étaient identifiés sur ce sujet : le NBS aux États-Unis d'Amérique (*National Bureau of Standards*, aujourd'hui NIST (*National Institute of Standards and Technology*)), et le PKNIM en Pologne (aujourd'hui GUM). Le CETIAT développe alors un banc d'étalonnage, constitué d'un générateur d'air humide à recirculation (Le schéma de principe est en figure 3.) comprenant un saturateur placé dans un bain thermostaté et un circuit de distribution de l'air humide aux hygromètres à étalonner (fig. 1).

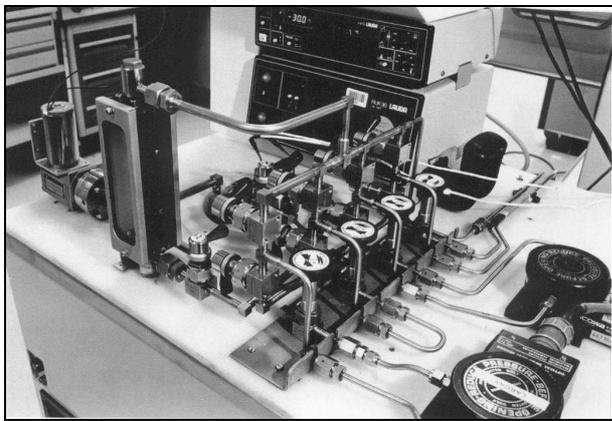


Fig. 1. – Banc d'étalonnage des hygromètres (BHT).

En 1980, le laboratoire devient référence nationale reconnue par le BNM, avec un raccordement métrologique au NIST. Ce raccordement est effectué par l'intermédiaire d'un hygromètre à condensation développé par le CETIAT (étalon de transfert) et du générateur à deux pressions « MARK2 » du NIST, dans la plage de -20 °C à $+25\text{ °C}$ de température de rosée [1].

En 1994, la concordance des résultats expérimentaux entre le banc d'étalonnage et l'étalon de transfert conduit le CETIAT à utiliser directement la température du saturateur comme référence, et non plus les résultats de l'étalon de transfert, avec une extension de la plage d'étalonnage de -60 °C à $+80\text{ °C}$ [2]. Pour cela, deux générateurs (BHT et MHT, développés au CETIAT) sont mis en service. Le banc MHT couvre la plage de température de rosée de -40 °C à $+80\text{ °C}$, le banc BHT couvre la plage de -60 °C à $+80\text{ °C}$. Les incertitudes des deux bancs sont identiques : $\pm 0,06\text{ °C}$ pour les températures de rosée positives, $\pm 0,10\text{ °C}$ pour les températures négatives. La même année, lors d'une réunion des experts mondiaux à Turin, l'hygrométrie est rattachée à la grandeur température par l'intermédiaire de la température de rosée, caractéristique de la vapeur d'eau (quel que soit le gaz porteur). Jusqu'à cette date, la grandeur de référence était le rapport de mélange, qui est

une caractéristique de l'air humide, mélange d'air sec et de vapeur d'eau, et non de la vapeur d'eau uniquement.

De 1994 à 1997, la première comparaison européenne, pilotée par le CETIAT, confronte les bancs d'étalonnage et les méthodes d'utilisation des hygromètres à condensation de huit laboratoires européens : l'IMGC (devenu INRIM, Italie), le NPL (Royaume-Uni), la PTB (Allemagne), le MIKES (Finlande), l'OFMET (devenu METAS, Suisse), l'INTA (Espagne), le NMi (Pays-Bas) et le CETIAT (France). Cette comparaison montre la cohérence des laboratoires sur la plage des températures de rosée positives. Toutefois, elle met en évidence des écarts importants entre laboratoires, en particulier sur la plage de température de rosée de -60 °C à -20 °C , et montre que peu de laboratoires travaillent sur la plage de température de gelée de -80 °C à -60 °C [3].

1.2. Besoins des industriels

La plage de température de rosée correspondant à la majorité des besoins industriels s'étend de -80 °C à $+80\text{ °C}$ environ. Cette plage couvre plus de six décades en termes de concentration de vapeur d'eau dans l'air ; elle satisfait aux besoins de mesurage dans les domaines de la météorologie, l'environnement, le confort thermique, la santé, la chimie, l'agroalimentaire, l'automobile, le textile, le papier-carton, etc. Pour certaines de ces applications, en particulier pour les températures de rosée négatives, les incertitudes de mesure exigées et les incertitudes d'étalonnage (au meilleur niveau) sont dans un rapport critique, proche de 2. Il est donc indispensable de poursuivre les travaux d'amélioration des références.

Les applications exigeant des températures de gelée inférieures à -80 °C concernent la microélectronique et l'analyse des gaz, domaines nécessitant des gaz extrêmement secs. Pour ces applications, le niveau d'incertitudes visé est de moindre criticité. Le banc à dilution développé par Air Liquide, sur la plage de température de rosée de -100 °C à -20 °C , répond à ces exigences [4].

Pour les températures de rosée supérieures à $+80\text{ °C}$, il existe peu d'instruments et très peu d'applications industrielles. Une difficulté importante est la tenue des matériaux à la température, tant pour les instruments que pour les bancs d'étalonnage. En pratique, aucun banc d'étalonnage en Europe n'est opérationnel sur les températures de rosée supérieures à $+90\text{ °C}$.

1.3. Nécessaire évolution des références

A partir de 1998, l'hygrométrie connaît un développement important à tous les niveaux :

- dans de nombreux pays, cette évolution est marquée par l'arrivée de nouveaux laboratoires nationaux. Par ailleurs, le lancement de la comparaison Euromet n° 621, entre 24 laboratoires, des générateurs d'air humide pour les températures de rosée entre -50 °C et $+20\text{ °C}$, constitue une étape importante dans l'établissement de coopérations internationales ;

- auprès des utilisateurs, les besoins de raccordement métrologique en hygrométrie sont en constante évolution : en dix ans, le nombre d'étalonnages réalisés par le laboratoire a été multiplié par dix (de 40 à 400 environ) ;
- les constructeurs d'hygromètres développent également de nouveaux instruments plus performants, s'équipent de moyens d'étalonnage accrédités et commercialisent des générateurs d'humidité.

Le CETIAT, en collaboration avec le BNM, initie alors le développement d'un nouveau banc d'étalonnage de référence pour les basses températures « générateur RBT », dont l'un des enjeux est de répondre aux questions posées par les résultats de la comparaison européenne, en particulier sur la plage des températures de rosée de - 80 °C à 0 °C. Pour cela, il est nécessaire de distinguer l'influence de chacun des paramètres identifiés sur l'ensemble du domaine de fonctionnement. La conception du banc d'étalonnage est donc orientée vers une réduction des incertitudes de mesure de la température de référence, préalable indispensable à une meilleure mise en évidence des sources d'erreur et une meilleure maîtrise du comportement du générateur d'air humide.

2. Conception du banc d'étalonnage « RBT »

2.1. Approche historique

Bien que la température de rosée soit devenue la grandeur la plus pertinente pour établir une référence en humidité, l'approche consistant à décrire l'air humide comme un mélange d'air et de vapeur d'eau, caractérisé par son rapport de mélange, est encore très présente. Dans cette approche « historique », le banc d'étalonnage est avant tout un générateur d'air humide, raccordé métrologiquement à une référence gravimétrique, pour lequel il n'est pas nécessaire de rechercher la justesse de la température du saturateur mais uniquement sa reproductibilité.

Ainsi, quel que soit le type de générateur, le saturateur est décrit comme un échangeur de matière dans lequel l'air se charge en vapeur d'eau, plongé dans un bain thermostaté pour obtenir la température de rosée désirée. Selon que l'air introduit dans le saturateur est plus ou moins sec que l'humidité recherchée, la saturation est obtenue par évaporation ou par condensation. Dans les deux cas, le dispositif est conçu pour favoriser les échanges entre l'air et la phase condensée, qui peut être de l'eau liquide ou de la glace. L'échange est souvent décrit comme un léchage de la surface d'eau, favorisé par une grande vitesse d'air à proximité de la surface, sur un parcours le plus long possible. Pour ce faire, le saturateur, conçu comme un volume de faible hauteur devant les autres dimensions, est muni de chicanes pour forcer l'air à emprunter un trajet le plus long possible. L'une des contraintes de réalisation est d'introduire l'ensemble du dispositif dans le volume de travail du bain thermostaté, ce qui conduit à des saturateurs constitués de plusieurs étages successifs.

Dans ce dispositif, la température de rosée est estimée par la température mesurée dans l'air et/ou dans l'eau, en sortie de saturateur. Sur les générateurs d'air humide opérationnels dans les années 1995 en Europe et aux États-Unis d'Amérique, la composante d'incertitude prépondérante est souvent la mesure de la température. Cette dernière est mesurée par des sondes de température introduites dans le saturateur. Sur les bancs BHT et MHT du CETIAT, par exemple, les sondes utilisées sont des thermomètres à résistance de platine (Pt100) munies d'un dispositif spécifique pour rendre le montage étanche vis à vis de la vapeur d'eau. Ce montage particulier conduit à des incertitudes d'étalonnage relativement importantes. Par ailleurs, la dérive à long terme de ce type de sonde est également importante. Les incertitudes de mesure de la température sont alors prépondérantes devant les autres composantes d'incertitude (génération de l'air humide), comme représenté sur la figure 2 (extraite de [5]).

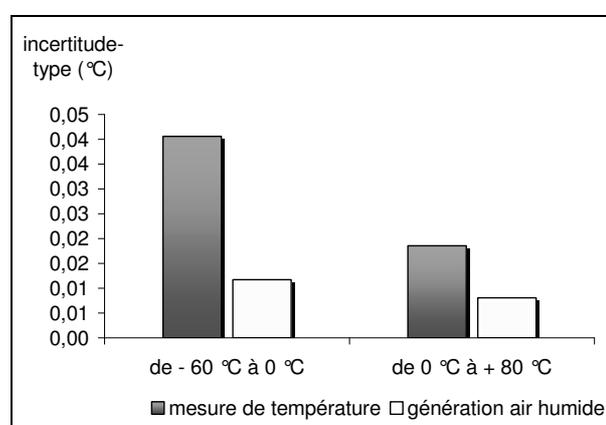


Fig. 2. – Composantes d'incertitude du banc BHT.

2.2. Approche thermodynamique

Dans cette approche, inspirée des réflexions du Dr Hasegawa (NBS) dès 1978, le paramètre primaire définissant l'humidité d'un gaz est la température de rosée, considérée indépendamment du gaz porteur (ce dernier sert uniquement à alimenter l'hygromètre). Le banc d'étalonnage est alors constitué du générateur seul, avec un raccordement métrologique uniquement en température. Le « saturateur » est alors une cellule étanche, lieu unique où l'eau coexiste sous forme condensée (eau liquide ou glace) et sous forme gazeuse, dont la température détermine la pression partielle de vapeur d'eau dans le volume. Par définition, cette température est la température de rosée. Comme sur les autres bancs, des mesures de pression sont nécessaires pour appliquer des corrections de pertes de charge et, le cas échéant, des corrections liées au facteur de compressibilité du mélange formé par le gaz porteur et la vapeur d'eau.

La quantité d'air minimale pour alimenter l'hygromètre à condensation est prélevée dans la cellule, et réinjectée après passage dans l'hygromètre, en circuit fermé. Les règles de dimensionnement du saturateur sont alors bien différentes de l'approche historique : ici, ce sont

les conditions d'équilibre thermodynamique qui sont recherchées, sur toute la plage des températures de rosée. Hormis cette condition d'équilibre et la planéité de l'interface, condition nécessaire pour correspondre au plus près à la définition théorique de la température de rosée, aucune contrainte particulière n'est requise vis à vis des échanges entre l'air et l'eau.

Le circuit d'alimentation de l'hygromètre et l'hygromètre lui-même sont maintenus à une température supérieure à la température de rosée pour éviter toute condensation parasite. La température de rosée produite par le générateur peut alors être définie comme étant la température du point le plus froid où l'eau coexiste sous forme condensée (liquide ou solide) et sous forme gazeuse. L'enjeu est alors de déterminer cette température avec les incertitudes les plus faibles possibles.

Le schéma de principe du générateur est présenté en figure 3. Il comprend le saturateur, le thermomètre de référence, et le circuit d'alimentation de l'hygromètre à étalonner.

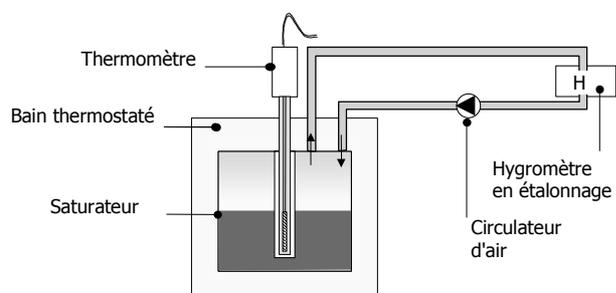


Fig. 3. – Schéma de principe du générateur.

2.3. Mesure de la température

La contrainte principale est de réduire l'incertitude de mesure de la température de référence. Pour cela, l'instrument choisi est le thermomètre à résistance de platine étalon (TRPE, 25 Ω), qui présente par nature les performances permettant d'atteindre les incertitudes de mesure les plus faibles sur la plage de température considérée.

Un thermomètre dédié à cette application a été étalonné directement aux points fixes de l'EIT-90, du point d'argon (83,805 8 K) au point d'indium (429,748 5 K). Les points d'argon et d'indium sont éloignés des limites d'utilisation du banc d'étalonnage des hygromètres ($- 80$ °C et $+ 80$ °C) et leur mise en œuvre est relativement longue. Pour éviter un étalonnage périodique du thermomètre de référence aux deux points fixes extrêmes (argon et indium), la dérive à long terme de celui-ci est estimée à partir d'un suivi au point fixe du gallium (depuis 1999). Ce suivi permet de détecter une dérive de la résistance R_{Ga} , qui peut être corrélée à une dérive de R_{H_2O} . Ainsi, en cas de dérive importante détectée au point fixe du gallium, un nouvel étalonnage sur toute la plage sera réalisé.

En cas de dérive forte ou de détérioration du thermomètre, la pérennité de la référence est cependant

assurée : la conception du générateur permet d'utiliser tout TRPE de caractéristiques semblables (Pt25, tige longue, en quartz), sans montage ou démontage particulier, et sans autre modification des composantes d'incertitude que celles propres au thermomètre.

2.4. Conception de la cellule et du pré-échangeur

La cellule est conçue pour que le thermomètre soit dans un environnement thermique semblable à celui des cellules des points fixes, de manière à effectuer des mesurages dans des conditions les plus proches possibles des conditions d'étalonnage. La cellule (fig. 4) ressemble à un bloc égalisateur, semblable aux blocs utilisés pour l'étalonnage par comparaison dans les laboratoires de thermométrie.

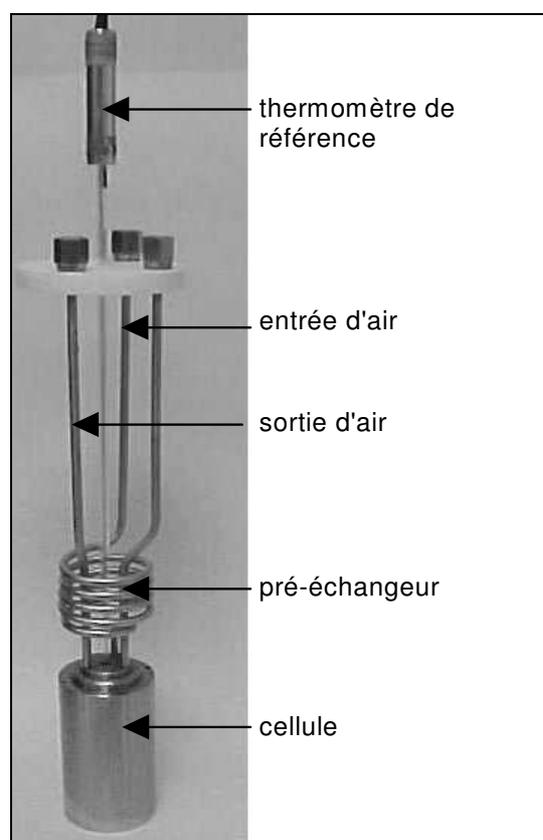


Fig. 4. – Cellule et thermomètre de référence.

Les différences notables entre la cellule et les blocs d'égalisation classiques sont :

- Une cavité intérieure contenant une quantité suffisante d'eau et offrant un volume minimal pour l'air, autour du doigt de gant dans lequel le thermomètre est inséré. Le doigt de gant est lui-même dimensionné pour que l'élément sensible du thermomètre se positionne naturellement dans les conditions optimales pour mesurer la température de l'interface entre l'air et l'eau ;
- Des tubes de raccordement pour l'entrée d'air, la sortie d'air et une mesure de pression ;

- Le matériau doit être compatible avec la présence d'eau et de vapeur d'eau. Pour limiter la désorption, l'ensemble du circuit (tubes et cellule) est donc en acier inoxydable électropli intérieurement.

Le choix de ce type de géométrie conduit à utiliser un bain thermostaté à débordement (fig. 5), système susceptible d'offrir un volume de travail suffisamment profond pour accueillir la cellule et le thermomètre, et permettant d'accéder à des performances compatibles avec les besoins en termes de stabilité et d'homogénéité de la température.

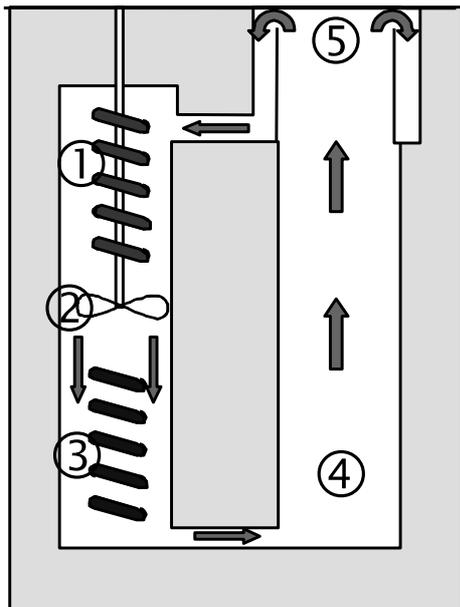


Fig. 5. – Schéma de principe du bain thermostaté à débordement ;
 ① résistance chauffante, ② agitateur, ③ échangeur du groupe froid, ④ volume de travail, ⑤ débordement.

Une contrainte importante de réalisation est alors le diamètre du volume de travail, relativement petit (classiquement 100 mm) devant les autres dimensions. S'il n'existe aucune contrainte particulière pour le tube de sortie d'air et la mesure de pression (ces deux tubes peuvent être dessinés au plus droit, verticalement, pour sortir directement du volume de travail), le tube d'entrée d'air doit être le plus long possible.

En effet, pour respecter la condition d'équilibre thermodynamique, il est nécessaire que l'air en provenance de l'hygromètre (qui est donc à température ambiante ou supérieure à l'ambiante) soit refroidi à une température proche de la température de référence. Pour réduire le nombre de composants du générateur, un seul bain thermostaté est utilisé ce qui impose que le tube d'entrée d'air, ou « pré-échangeur », soit logé intégralement dans le volume de travail du bain thermostaté. Le respect de cette contrainte a conduit à choisir un tube de diamètre 6,35 mm, suffisamment petit pour que le rayon de courbure permette de réaliser un serpentin placé au-dessus de la cellule elle-même (fig. 6).

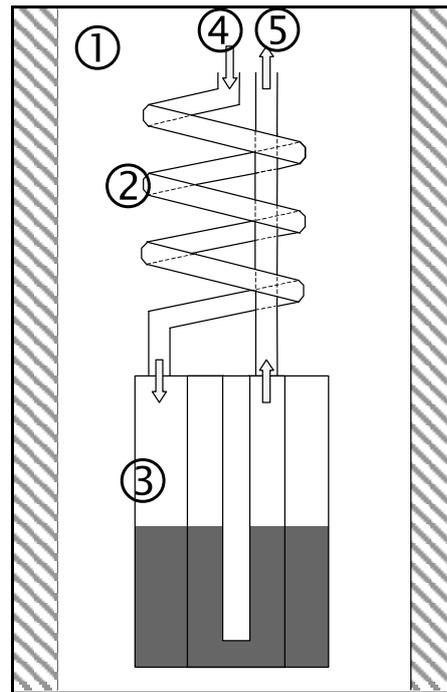


Fig. 6. – Pré-échangeur et cellule dans le volume de travail ;
 ① volume de travail du bain thermostaté, ② pré-échangeur, ③ cellule, ④ arrivée d'air, ⑤ sortie d'air.

2.5. Étalonnage d'un hygromètre à condensation

Le miroir de l'hygromètre est une surface relativement petite, placée dans des conditions particulièrement stables, sur laquelle il n'est pas rare de voir apparaître du condensat liquide jusqu'à des températures de l'ordre de $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$. Or, pour une même température, la pression de vapeur saturante est différente selon que le condensat est liquide ou solide. Il est donc impératif de bien déterminer l'état du condensat. La confusion entre les deux états conduirait à une erreur de température de rosée d'environ $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ et environ $3\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Ce phénomène de surfusion sur le miroir est bien connu, il est à l'origine de la présence d'une lunette de visualisation sur la tête de mesure des hygromètres à condensation, pour que l'opérateur détermine visuellement l'état du condensat (liquide ou solide). Cependant, l'état du condensat n'est pas complètement binaire « eau liquide » ou « glace ». Un mélange « liquide-glace », difficile à distinguer, peut se former et évoluer au cours du temps. Pour réduire le risque d'erreur, l'étalonnage commence systématiquement par les températures les plus basses, inférieures à $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$, pour lesquelles il n'y a pas d'ambiguïté sur la nature du condensat.

2.6. Mise en régime et influence du givrage

La mise en régime du banc d'étalonnage consiste donc à descendre en température depuis la température ambiante jusqu'à la température de consigne la plus basse.

Lors de cette descente en température, le pré-échangeur refroidit à la même vitesse que le bain

thermostaté, tandis que l'abaissement de la température de la cellule est retardé par la solidification de l'eau qu'elle contient. Par conséquent, le pré-échangeur est plus froid que la cellule tout au long de la mise en régime. Une couche de givre apparaît alors le long du pré-échangeur, qui peut conduire à l'obstruction complète du circuit, donc à un dysfonctionnement avéré du générateur d'air humide. Elle peut également se former sans être détectée et créer ainsi un deuxième point froid où l'eau coexiste sous les deux phases (condensée et gazeuse). Ce 2^e point froid, bien que situé avant la cellule, introduit une erreur sur la détermination de la température de rosée (gelée).

En régime établi, la différence de température est mal connue (elle dépend de la stabilité du bain à court et à moyen terme) et la couche de givre formée lors de la mise en régime peut évoluer sans symptôme visible. L'erreur engendrée ne peut pas être quantifiée correctement et corrigée *a posteriori*. Il est donc indispensable de la réduire à la source en supprimant le risque de givrage.

A titre d'illustration, les évolutions respectives de la température dans la cellule (en cinq endroits différents), de la température de rosée (gelée) et de la température du bain sont représentées sur la figure 7. En raison du plateau de congélation, la température de rosée (gelée) est bien corrélée à la température du bain et non aux températures dans la cellule.

Pour éviter ce problème de givrage dans le pré-échangeur, des modifications du circuit initial ont été apportées de manière à effectuer la mise en régime sous gaz sec et pouvoir isoler la cellule du reste du circuit. Ces modifications amènent des zones mortes complémentaires, donc augmentent encore la durée de mise en régime aux faibles valeurs d'humidité. Toutefois, elles permettent de déterminer l'efficacité de la cellule (voir parag. 2.8.).

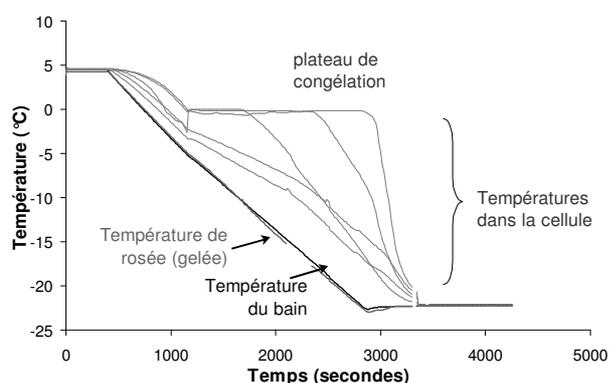


Fig. 7. –Évolution de la température dans la cellule lors de la mise en régime.

Enfin, un protocole particulier de mise en régime et de contrôle a été mis en place, au cours duquel la température de consigne est diminuée par paliers, avec une surveillance à l'aide d'un hygromètre à condensation.

Les modifications apportées et le strict respect du protocole de mise en régime permettent d'éviter tout risque de givrage parasite dans le pré-échangeur [6].

2.7. Les fuites

2.7.1. Influence des fuites

Le circuit d'air du générateur peut présenter des fuites au niveau des raccords, du circulateur d'air ou encore de l'hygromètre à étalonner. En effet, ce dernier est un hygromètre à condensation dont le circuit interne peut présenter des fuites. En particulier, la tête de mesure doit être démontable pour pouvoir effectuer le nettoyage du miroir. L'étanchéité du montage est assurée par des joints, elle doit être vérifiée à chaque montage de l'hygromètre sur le banc d'étalonnage et à chaque démontage de la tête de mesure.

Le générateur d'air humide fonctionne à une pression proche de la pression atmosphérique et dans les conditions ambiantes normales du laboratoire (température de 23 °C ± 3 °C, humidité entre 30 % HR et 70 % HR). Ainsi, la pression partielle de vapeur d'eau moyenne dans l'air, à l'extérieur du circuit, est comprise entre 700 Pa et 2 400 Pa. Pour les étalonnages à une température de rosée inférieure à la température de rosée ambiante, la pression partielle de vapeur est donc plus faible à l'intérieur du circuit qu'à l'extérieur. En l'occurrence, pour les températures de gelée comprises entre - 60 °C et - 80 °C, la pression partielle de vapeur d'eau ambiante est 1 000 à 30 000 fois supérieure à la pression de vapeur d'eau dans le circuit (tableau 1).

Tableau 1

Pression de vapeur saturante de la glace en fonction de la température.

Température (°C)	Pression de vapeur saturante (Pa)
- 80	0,055
- 75	0,122
- 70	0,262
- 65	0,541
- 60	1,081

En présence d'une fuite aux températures de gelée très basses, la vapeur d'eau migre donc de l'extérieur vers l'intérieur du générateur, même si celui-ci est en légère surpression par rapport à la pression atmosphérique. Cet apport de vapeur d'eau, si celle-ci n'est pas condensée dans la cellule du saturateur, conduit à une erreur systématique non négligeable. En effet, le générateur fonctionne alors comme un générateur à dilution « non contrôlée », mélangeant l'air du circuit avec de la vapeur d'eau venant de l'air ambiant ; il est donc indispensable de s'assurer de l'étanchéité du générateur.

A titre d'exemple, une fuite provoquée volontairement par un serrage « mal effectué » sur un raccord placé entre le saturateur et l'hygromètre a conduit à un écart de près de 60 °C par rapport à la température de consigne (- 75 °C).

2.7.2. Détection des fuites sur les générateurs BHT et MHT du CETIAT

Les fuites constituent un problème crucial pour tous les générateurs à recirculation totale, dont les générateurs BHT et MHT conçus au laboratoire pour l'étalonnage des hygromètres industriels. Pour détecter rapidement les fuites sur ces deux bancs d'étalonnage, le laboratoire s'est équipé d'un système de détection de fuites basé sur la quantification du temps nécessaire pour évacuer un volume d'air donné, après mise en légère surpression.

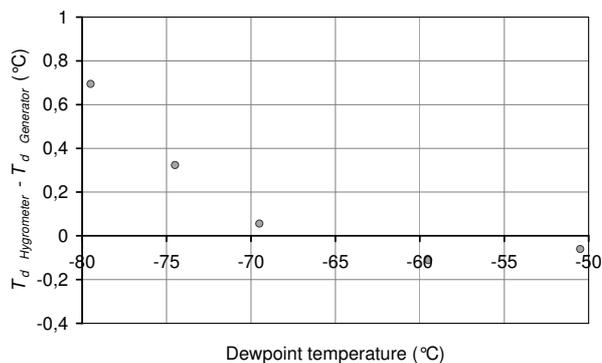


Fig. 8. – Influence de fuites non détectées.

Le seuil de détection de ce système correspond à des fuites qui ont une influence faible sur les incertitudes du générateur BHT à la température de gelée de $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$. Par contre, la plage de températures de gelée du générateur RBT s'étendant jusqu'à $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$, avec un objectif d'incertitudes faibles, ce système n'est pas adapté pour la détection des fuites sur ce générateur. Dans ce contexte, des fuites négligeables à $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ ne le sont pas à $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$, les pressions de vapeur saturantes respectives à ces deux températures étant dans un rapport 20 (tableau 1). Ainsi, une fuite indétectable avec le système classique conduit à une erreur sur la température de rosée qui peut atteindre plusieurs dixièmes de degré à la température de consigne de $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ (fig. 8, tirée de [7]).

2.7.3. Niveau de fuite recherché

Généralement, l'air humide est considéré comme le mélange de deux gaz, air sec et vapeur d'eau, dont l'écoulement dans le générateur est semblable à l'écoulement d'un gaz unique. Avec un générateur sans recirculation, où l'air ne passe qu'une fois dans le saturateur, et dans le cadre de « grosses fuites » (fuites pour lesquelles l'air sec et la vapeur d'eau peuvent être traités comme un seul gaz), il est possible de faire des calculs pour prédire le niveau de fuite admissible. Ce calcul prend en compte l'efficacité des échanges dans le saturateur, le débit nominal du générateur et l'erreur admissible.

Par contre, pour des fuites plus faibles, les comportements de la vapeur d'eau et de l'air sec peuvent être différents, en fonction des pressions partielles de chacun des deux gaz et de la taille des molécules. Ces « petites fuites » sont sans influence pour les températures de rosée élevées mais deviennent critiques quand la

température de rosée diminue, en particulier en dessous de $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$. En dessous de cette valeur de température, il faut considérer que les écoulements d'air sec, d'une part, et de vapeur d'eau, d'autre part, sont indépendants, avec un phénomène de rétro diffusion, par exemple. Le calcul du débit de fuite admissible, avec prise en compte de ce phénomène, est délicat et devient impossible dans le cas d'un générateur à recirculation totale.

Dans l'impossibilité d'estimer le débit de fuite admissible par le calcul, des essais ont été réalisés avec un détecteur d'hélium. Aux niveaux de fuite recherchés, l'hélium et la vapeur d'eau ont un comportement différent. Des essais ont donc été réalisés pour établir une relation entre le niveau de fuite mesuré (exprimé en $\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$) et l'erreur sur la température de rosée. Pour le générateur considéré, et pour la plage de températures de rosée jusqu'à $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$, le niveau de fuite admissible est de l'ordre de $10^{-9}\text{ Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ [6].

2.7.4. Détection et quantification des fuites

Pour le niveau de fuite considéré, le système de détection classique, par mise en surpression et quantification de la perte de pression ou de volume pendant une durée déterminée, n'est pas adapté puisqu'il conduit à des durées de test beaucoup trop longues. De plus, ce système ne permet pas de localiser l'origine de la fuite.

Pour le niveau de fuite à rechercher, le système préconisé est donc le détecteur à hélium, avec un test en mode vide. Cependant, pour être tout à fait pertinent, le système de détection de fuite doit permettre de tester le générateur et les hygromètres en étalonnage, sans modifier leurs caractéristiques, avant la mise en régime du banc. La détection hélium en mode vide ne répond pas complètement à ces attentes, puisqu'elle nécessite le tirage au vide du circuit (comprenant le générateur et l'hygromètre de transfert). Or, les hygromètres de référence sont des hygromètres à condensation, pour lesquels il est déconseillé d'introduire de l'hélium (risques de pollution) et de tirer au vide (décollement de certains composants).

Une détection de fuite avec un détecteur hélium est donc effectuée avant toute mise en service du générateur, pour s'assurer de l'étanchéité du générateur, mais sans inclure l'hygromètre.

2.8. Efficacité du générateur

Pour un générateur à recirculation partielle, l'efficacité est primordiale et doit être maximale pour que la température mesurée soit représentative de la température de rosée. Pour un générateur à recirculation totale, par contre, l'efficacité n'est pas un paramètre clef. Le banc RBT est en fait un générateur à recirculation totale, qui doit être considéré comme un générateur à recirculation partielle sur la plage des températures de gelée inférieures à $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$, en raison de l'existence des fuites. Pour réduire l'influence des fuites résiduelles, il est donc pertinent de chercher à augmenter l'efficacité du générateur à la valeur

la plus élevée compatible avec le respect des conditions d'équilibre et des conditions de mesure de la température de référence.

L'efficacité du générateur est déterminée expérimentalement en alimentant le générateur, en circuit ouvert, avec de l'azote sec dont la température de rosée est connue [5]. L'efficacité, η , est alors définie par :

$$\eta = \frac{e'(\theta_{d \text{ hygromètre}}) - e'(\theta_{d \text{ azote}})}{e'(\theta_{d \text{ générateur}}) - e'(\theta_{d \text{ azote}})}, \text{ où :}$$

- $e'(\theta_{d \text{ hygromètre}})$ est la pression de vapeur d'eau au niveau de l'hygromètre ;
- $e'(\theta_{d \text{ azote}})$ est la pression de vapeur d'eau dans l'azote (gaz d'alimentation) ;
- $e'(\theta_{d \text{ générateur}})$ est la pression de vapeur d'eau dans le saturateur.

Le premier modèle de générateur RBT, conçu en 2001, a une efficacité de 0,4 environ. Afin de déterminer les modifications à apporter pour augmenter l'efficacité, des essais et des simulations numériques ont été réalisés. Ces dernières permettent de visualiser l'écoulement d'air à l'intérieur de la cellule (fig. 9).

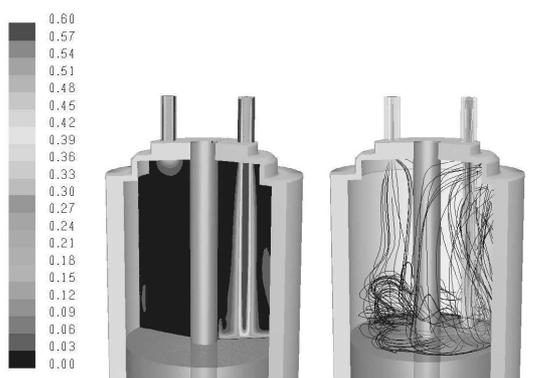


Fig. 9. – Illustration des contours de vitesse (gauche) et des trajectoires (droite) dans la cellule du saturateur.

Ces simulations numériques montrent en particulier que, même pour la plus faible vitesse d'air en entrée dans la cellule (correspondant au débit minimal d'alimentation d'un hygromètre, environ 40 l/h), un jet se forme dans la cellule, conduisant l'air à proximité de la surface d'eau ou de glace, tandis que le reste de la cellule connaît des vitesses extrêmement réduites (air « au repos »).

En raison des contraintes géométriques imposées par le bain thermostaté et par la mesure de la température de référence, les possibilités de modifications susceptibles d'être apportées à la cellule du saturateur sont en nombre réduit et portent essentiellement sur la répartition des volumes d'air et d'eau dans la cellule. Le calcul montre que la quantité de glace nécessaire pour obtenir la saturation sur la plage de -80 °C à -60 °C est très faible, ce qui permet d'augmenter le volume d'air dans la cellule d'un facteur 2 [8].

Par ailleurs, l'échange est amélioré si l'air parvient dans la cellule à une température proche de celle de la

cellule. Ce conditionnement en température est assuré par le pré-échangeur qui doit couvrir toute la plage de fonctionnement du banc d'étalonnage avec une longueur unique. Selon la température de rosée de consigne, l'écart de température que rencontre le pré-échangeur est compris entre 20 °C et 100 °C . Trop court, le pré-échangeur conduit à une faible efficacité du générateur ; trop long, il augmente les risques de givrage. Ces risques étant maintenant maîtrisés (paragr. 2.6), la longueur du pré-échangeur a été triplée.

En association avec les modifications apportées à la cellule (répartition des volumes d'air et d'eau), l'allongement du pré-échangeur a permis de doubler l'efficacité du générateur, réduisant l'influence de la majorité des fuites de manière significative [8]. Par contre, les fuites situées à proximité de la tête de mesure de l'hygromètre ne sont pas réduites, quel que soit le type de générateur utilisé.

3. Bilan des incertitudes

Dans le fonctionnement du banc d'étalonnage, deux grandes sources d'erreur peuvent être distinguées : la génération de l'air humide d'une part et la mesure de la température de référence d'autre part. Les corrections et les incertitudes associées sont estimées pour chacune des sources d'erreur. Sur le générateur RBT, toutes les corrections sont nulles en moyenne, à l'exception de la correction de perte de charge. Celle-ci est calculée en fonction de la perte de charge mesurée entre la cellule du saturateur et la tête de mesure de l'hygromètre.

Les incertitudes liées à la génération de l'air humide, ou « représentativité » de la température mesurée par rapport à la température de rosée réelle envoyée à l'hygromètre, comprennent l'homogénéité de la température dans la cellule, l'influence des pertes thermiques, la perte de charge, l'étanchéité du circuit, etc.

Les incertitudes liées à la mesure de la température de référence sont liées aux sondes de température utilisées et à leur raccordement métrologique, comprenant les composantes d'étalonnage, de modélisation d'étalonnage, de répétabilité, de résolution, de dérive des sondes, d'auto-échauffement, etc.

Le bilan des incertitudes des bancs est élaboré en distinguant ces deux sources d'incertitudes (tableau 2).

Les incertitudes associées à la mesure de la température sont liées aux meilleures incertitudes d'étalonnage aux points fixes et aux caractéristiques du thermomètre de référence. Ces valeurs sont très proches des « meilleures valeurs admissibles » que l'on peut établir à partir des points fixes et des TRPE. De même, hormis la composante liée aux fuites, les autres composantes de génération de l'air humide sont voisines des meilleures performances théoriques calculées à partir du modèle de propagation. Entre -60 °C et $+80\text{ °C}$, la valeur d'incertitude de $\pm 0,03\text{ °C}$ constitue ainsi une limite basse qu'il sera difficile de réduire. Sur la plage de -75 °C à -60 °C , l'incertitude est fortement pénalisée par la

maîtrise de l'étanchéité du circuit et la valeur obtenue semble également constituer une limite. Pour les températures inférieures à -75 °C , le principe même du générateur atteint ses limites et il convient de passer à un autre type de générateur, par exemple à dilution.

Tableau 2
Bilan des incertitudes d'étalonnage sur le banc RBT.

Composante d'incertitude	Plage de températures de rosée	
	-75 °C à -60 °C	-60 °C à $+15\text{ °C}$
	<i>u</i> ou <i>s</i> (mK)	<i>u</i> ou <i>s</i> (mK)
Température de référence :		
Étalonnage	2,5	2,5
Résolution	0,3	0,3
Répétabilité à court terme	0,1	0,1
Répétabilité à long terme	1,5	1,5
Auto-échauffement	1,7	1,7
Pertes thermiques	0,9	0,9
Incertitude-type composée	3,5 mK	3,5 mK
Génération de l'air humide :		
Homogénéité	6	6
Température d'interface	6	6
Fuites	25	0
Pertes de charge	10	10
Stabilité (type A)	2,5	2,5
Incertitude-type composée	30 mK	12 mK
Incertitude élargie ($k = 2$)	$\pm 0,06\text{ °C}$	$\pm 0,03\text{ °C}$

4. Comparaison des bancs RBT et BHT

Le banc d'étalonnage BHT couvre la plage de température de rosée de -60 °C à $+80\text{ °C}$, avec une incertitude d'étalonnage de $\pm 0,10\text{ °C}$ pour les températures de rosée négatives et de $\pm 0,06\text{ °C}$ pour les températures de rosée positives (incertitudes élargies avec $k = 2$). Ce banc constitue la référence nationale pour la plage de température de rosée de -60 °C à $+80\text{ °C}$ depuis 1994.

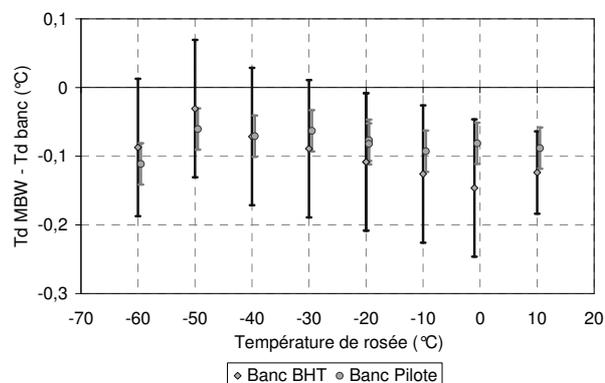


Fig. 10. – Comparaison des bancs BHT et RBT (banc pilote).

La comparaison des deux bancs a été réalisée en février et mars 2005, avec un hygromètre de transfert. Cet

instrument est un hygromètre à condensation MBW type K-1806, dont les performances métrologiques sont suivies depuis 1998. La comparaison a été effectuée sur une période de quatre semaines, réduisant ainsi le risque de dérive de l'instrument.

La campagne de comparaison a été conduite sur la plage de -60 °C à $+10\text{ °C}$. La figure 10 (tirée de [7]) montre les écarts entre la température de rosée lue par l'instrument de transfert et la température de rosée générée par les deux bancs. Sur la plage de -60 °C à $+10\text{ °C}$, les deux bancs sont tout à fait comparables, avec des écarts normalisés toujours nettement inférieurs à 1 [7].

5. Conclusion et perspectives

Le laboratoire d'hygrométrie du LNE-CETIAT, laboratoire associé au Laboratoire national de métrologie et d'essais, développe des moyens d'étalonnage des hygromètres depuis 1973 et, en tant que laboratoire pilote de la chaîne d'étalonnage en France (depuis 1980), a initié le développement de nouveaux bancs d'étalonnage en 1998. Ces travaux font suite aux résultats de la première comparaison européenne en hygrométrie et visent à améliorer la maîtrise des moyens d'étalonnage donc à réduire les incertitudes.

Deux bancs d'étalonnage de référence ont été réalisés pour couvrir l'ensemble de la plage de températures de rosée visée en réponse aux besoins des industriels : le banc RBT de -80 °C à $+20\text{ °C}$ et le banc RHT de $+5\text{ °C}$ à $+80\text{ °C}$. Ces deux bancs s'appuient sur le principe de génération à recirculation totale, mis au point au CETIAT entre 1988 et 1994 et présentent une amélioration importante de la mesure de la température de référence. Le banc RHT est identique au banc RBT décrit ici et présente les mêmes composantes d'incertitude que ce dernier.

La meilleure maîtrise de la mesure de la température de référence et les modifications apportées à la géométrie du générateur ont permis de mettre en évidence de nouvelles sources d'erreur et d'estimer les incertitudes associées. Ainsi, en plus des composantes classiques associées au générateur d'air humide à recirculation (homogénéité, corrections de pertes de charges, etc.), la caractérisation des bancs a permis de distinguer les erreurs liées à la mise en régime, à la détection des fuites ou encore à la connaissance de l'efficacité du générateur.

Pour les températures de rosée supérieures à -60 °C , les incertitudes estimées sont de $\pm 0,03\text{ °C}$. Cette valeur est très proche de la limite théorique, calculée à partir des valeurs d'incertitudes les plus faibles qu'il est possible d'obtenir sur chacune des composantes. Entre -75 °C et -60 °C , les incertitudes sont plus importantes ($\pm 0,06\text{ °C}$). Elles demandent une maîtrise du dispositif de plus en plus contraignante à mesure que l'on se rapproche de la température de -75 °C , limite raisonnable au-delà de laquelle le principe même du générateur à recirculation doit être révisé.

Basé sur l'utilisation d'un bain thermostaté « standard » et d'un TRPE, le banc RBT est accessible à tout

laboratoire de métrologie des températures (un exemplaire de ce banc a été acquis par le laboratoire national d'hygrométrie du METAS (Suisse)). Par contre, la connaissance de la métrologie des températures n'est pas suffisante pour maîtriser parfaitement ce banc d'étalonnage. En effet, les sources d'erreur liées aux pertes de charges, à l'influence du givre et à l'influence des fuites sont indépendantes de la mesure de température et sont difficiles à mettre en évidence. Son utilisation nécessite d'importants moyens de caractérisation, une analyse fine des phénomènes et des comparaisons inter laboratoires régulières pour obtenir des incertitudes faibles, en particulier pour les basses températures de gelée.

Ainsi, les bancs RBT et RHT font tous deux l'objet de comparaisons européennes – en cours ou à venir – dans le cadre de projets Euromet :

- n° 621, de - 50 °C à + 20 °C (CCT K6) ;
- n° 715, de - 80 °C à + 10 °C ;
- n° 717, pour les hautes températures.

Ces comparaisons permettront de compléter les résultats obtenus sur les bancs RBT et RHT et de conforter la maîtrise de ces bancs.

Références

- [1] MÉRIGOUX J. et CRÉTINON B. « Les étalons de transfert d'hygrométrie du CETIAT », *Bulletin d'information du BNM*, **58**, Vol. 2, octobre 1984, 37-50.
- [2] CRÉTINON B., « Banc d'étalonnage des hygromètres du CETIAT fonctionnant entre - 60 °C et + 80 °C de température de rosée. », *Bulletin du BNM*, **98**, Vol 25, octobre 1994, 11-16.
- [3] ACTIS A., BELL S., BENYON R., CRÉTINON B., DE GROOT M., HEINONEN M., SCHOLZ G. et STEINER A., "The use of a humid air generator as a reference method for measuring humidity", *3rd international symposium on humidity & moisture*, NPL, Londres, Royaume-Uni, 1998, 10-19.
- [4] SCOTTO D'APOLLONIA S., « Générateur de gaz humide pour l'étalonnage des hygromètres utilisés dans la mesure des températures de points de givre comprises entre - 20 °C et - 100 °C », *Bulletin du BNM*, **98**, octobre 1994, 17-24.
- [5] BLANQUART B., « Étude et réalisation d'un nouveau générateur d'air humide ; vers la définition d'une référence en température de rosée », *Thèse de Doctorat du Conservatoire National des Arts et Métiers*, spécialité « Systèmes physiques et métrologie », 16 mars 2001, 170 pages.
- [6] JOUVE C. et BLANQUART B., « Générateur d'air humide BT - Prévention du givre », *Note technique interne CETIAT*, 2002/032, 32 pages.
- [7] BLANQUART B., GONIN F. et CRÉTINON B., « Hygrométrie : comparaison des générateurs d'air humide du CETIAT sur la plage de température de rosée de - 60 °C à + 10 °C », *Congrès International de Métrologie*, Lyon, France, juin 2005.
- [8] GONIN F. et BLANQUART B., "Improvement of CETIAT humid air generator in low-range", *5th International Symposium on Humidity and Moisture*, Rio de Janeiro, Brésil, mai 2006.