



F. BOURSON

Caractérisation et étalonnage d'un pyromètre de référence pour la mesure des hautes températures

Characterisation and calibration of a standard pyrometer for high temperature measurements

Frédéric BOURSON, Marcel FANJEAUX, Bernard ROUGIÉ et Mohamed SADLI

LNE-INM, CNAM, 61 rue du Landy, 93210 La Plaine Saint-Denis, France, mohamed.sadli@cnam.fr.

Résumé

Au-dessus de 961,78 °C, l'Échelle internationale de température de 1990 (EIT-90) est réalisée par extrapolation à partir d'un point fixe de température connue (or, argent ou cuivre). Pour réaliser cette extrapolation, l'instrument de mesure (le pyromètre) doit être caractérisé en évaluant sa linéarité, sa sensibilité spectrale ainsi que son effet de taille de source. Ces trois caractéristiques sont essentielles pour déterminer, dans l'Échelle, les températures plus élevées à partir de l'étalonnage effectué au point de congélation du cuivre. Ces différentes opérations de caractérisation sont mises en œuvre au LNE-INM. Nous détaillons dans cet article les principes, les dispositifs expérimentaux ainsi que le bilan d'incertitude de réalisation de l'EIT-90 aux plus hautes températures.

MOTS CLÉS : PYROMÉTRIE OPTIQUE, EFFET DE TAILLE DE SOURCE (SSE), SENSIBILITÉ SPECTRALE.

Abstract

Temperature references above 961 °C are based on a fixed point (silver, gold or copper) and an extrapolation method based on Planck's law for radiation. The extrapolation is obtained through a pyrometer whose characteristics affect the final uncertainty. For this reason, it is necessary to characterise the base parameters involved in the temperature determination, especially the spectral responsivity, the linearity and the size-of-source effect. These are the minimum information to collect in order to be able to derive temperature with the pyrometer calibrated at a fixed point, namely the copper point as far as LNE-INM is concerned. This paper describes the steps of the

achievement of the characterisation of the reference pyrometer and the uncertainty budget for the realisation of the scale at the highest temperatures.

KEY WORDS: RADIATION THERMOMETRY, SIZE OF SOURCE EFFECT (SSE), SPECTRAL RESPONSIVITY

1. Introduction

Au-dessus du point de congélation de l'argent, la température T_{90} est définie dans l'EIT-90 (Échelle internationale de température de 1990) par le rapport des densités spectrales de luminance du corps noir à la température inconnue et d'un corps noir point fixe de l'Échelle (argent, or ou cuivre dont le choix est laissé à l'expérimentateur) [1].

$$\frac{L_{\lambda}(T_{90})}{L_{\lambda}[T_{90}(\text{Cu})]} = \frac{\exp[c_2/\lambda T_{90}(\text{Cu})]-1}{\exp[c_2/\lambda T_{90}]-1} \quad (1)$$

$L_{\lambda}[T_{90}(\text{Cu})]$ est la densité spectrale de luminance du corps noir porté à la température $T_{90}(\text{Cu})$ correspondant à la température de congélation du cuivre, point fixe le plus élevé de l'EIT-90. $L_{\lambda}(T_{90})$ est la densité spectrale de luminance du corps noir porté à la température T_{90} à déterminer. Les densités spectrales de luminance sont mesurées à l'aide d'un pyromètre travaillant à une

longueur d'onde donnée et dans une étendue géométrique bien déterminée. Dans la pratique, le rapport des densités spectrales de luminance de l'équation (1) est remplacé par le rapport des réponses du pyromètre ($s(T)$), soit :

$$\frac{L_{\lambda}(T_{90})}{L_{\lambda}[T_{90}(Cu)]} = \frac{s(T_{90})}{s[T_{90}(Cu)]} \quad (2)$$

Contrairement aux densités spectrales de luminance qui ne dépendent que des sources, le rapport des réponses fait intervenir l'instrument donc sa fonction d'appareil. Il est donc nécessaire de caractériser la sensibilité spectrale du pyromètre, afin de pouvoir appliquer la loi du rayonnement de Planck, ainsi que son effet de taille de source car les sources à comparer ne sont pas infinies et sont dans des environnements thermiques différents. Enfin, les écarts à la linéarité seront corrigés, l'expression (2) supposant a priori que l'instrument linéaire. La température inconnue T_{90} peut alors être déduite de l'équation (1) après avoir effectué un étalonnage du pyromètre au point de congélation du cuivre.

2. Mesure de la sensibilité spectrale

2.1. Principe de mesure

La sensibilité spectrale est mesurée de manière relative par une méthode de comparaison entre la réponse du pyromètre et celle d'un détecteur de référence placés en sortie d'un monochromateur. Chacun des deux instruments mesure le flux émis par la source à la longueur d'onde λ fixée par le monochromateur. Le rapport des réponses donne la sensibilité spectrale relative du pyromètre, à la longueur d'onde λ . L'étendue spectrale de mesure nécessaire est obtenue par un balayage en longueur d'onde du monochromateur. La sensibilité spectrale du pyromètre (LP3) est déterminée pour ses deux filtres, le premier à 650 nm sur une étendue de 300 nm, le second à 950 nm sur une étendue de 140 nm. Le pas d'échantillonnage est optimisé en fonction de la sensibilité de l'instrument.

2.2. Dispositif expérimental

La sélection spectrale est réalisée par un monochromateur double Sopra DMS-2 soustractif, à prisme et à réseau (fig. 1). Deux sources sont disponibles : une lampe quartz-halogène, choisie pour sa stabilité, et un arc xénon, plus puissant, utilisée lorsque la réponse du LP3 est trop faible.

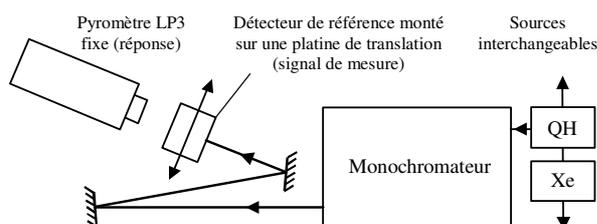


Fig. 1. – Mesure de la sensibilité spectrale du pyromètre.

Le signal de mesure est mis en forme par des miroirs assurant la compatibilité géométrique avec les deux détecteurs. Le détecteur de référence est monté sur une platine de translation, ce qui permet de le placer ou non dans l'axe optique. Ses deux positions permettent d'effectuer les mesures devant les sources et d'obtenir les signaux d'obscurité avec les deux instruments.

Les mesures sont effectuées dans les sens croissant puis décroissant des longueurs d'onde dans le but de s'affranchir de l'éventuelle dérive linéaire du monochromateur. La figure 2 montre les sensibilités spectrales relatives des deux filtres.

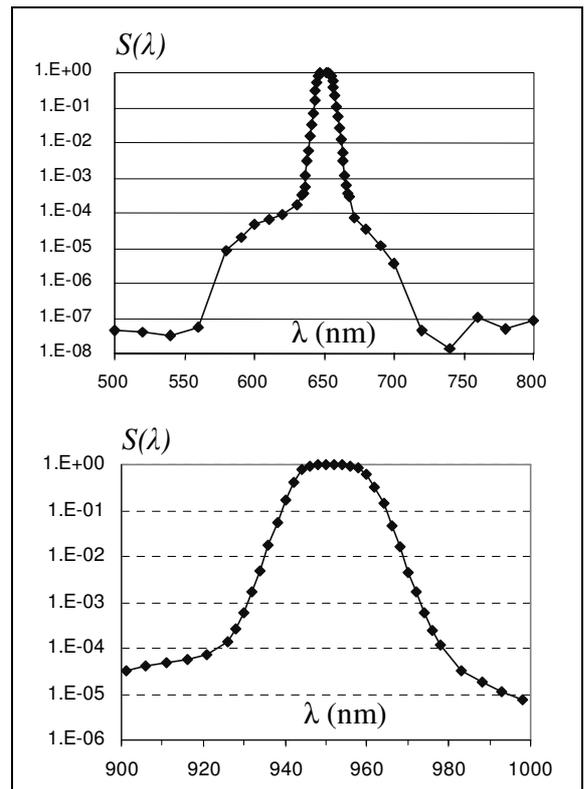


Fig. 2. – Sensibilités spectrales relatives normalisées du pyromètre LP3, à 650 nm et à 950 nm.

3. Mesure de l'effet de taille de source

Tout rayon incident ne provenant pas du champ de visée, délimité par le pyromètre, est théoriquement stoppé avant d'atteindre le détecteur du pyromètre. Dans la pratique, les aberrations des lentilles, la diffraction sur les diaphragmes ou encore des réflexions parasites empêchent de réaliser cette condition idéale. Le pyromètre mesure donc un flux dont une partie provient de l'extérieur du champ de visée. Caractériser l'effet de taille de source consiste à estimer cette part de flux supplémentaire, et à l'exprimer en fonction du diamètre de la source.

3.1. Principe de mesure

L'effet de taille de source est déterminé par la méthode indirecte qui consiste à mesurer le flux provenant de

l'entourage seul de la surface visée, celle-ci étant occultée. Les dimensions variables de la source sont réalisées par des diaphragmes interchangeables placés dans le plan de visée du pyromètre. Le flux résiduel est alors exprimé en fonction des différents diamètres des sources. L'effet de taille de source est donné par le rapport du flux résiduel au flux total.

3.2. Dispositif expérimental

La source est constituée d'une lampe émettant dans une sphère intégratrice (Labsphère réf. URS 600) sur laquelle sont montés les diaphragmes interchangeables de diamètres compris entre 5,7 mm et 35,8 mm.

L'occultation de la visée est réalisée en accolant à la source un disque de quartz sur lequel a été déposé une pastille métallique opaque (fig. 3). Cette pastille doit idéalement avoir des dimensions très légèrement supérieures au champ de visée du pyromètre (diamètre ~ 1 mm) de sorte que seul le flux résiduel entre dans le pyromètre. En pratique, la diffraction sur les bords de la pastille lui impose un diamètre minimal de l'ordre de 6 mm. La pastille de diamètre 6 mm, associé au diaphragme de diamètre 5,7 mm, forme une source d'intensité théoriquement nulle.

Une mesure dans cette configuration permet de déterminer l'offset du pyromètre incluant le flux parasite extérieur, la transmission du dépôt métallique (qui n'est pas exactement nulle) ainsi que l'électronique.

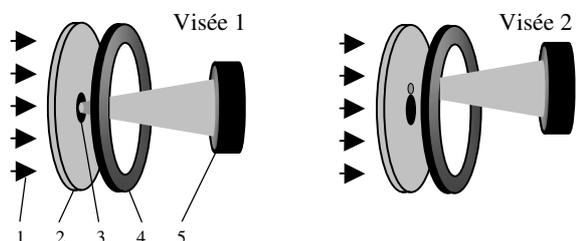


Fig. 3. – Mesure de l'effet de taille de source par la méthode indirecte ; 1 : source, 2 : disque de quartz, 3 : dépôt métallique, 4 : diaphragmes interchangeables, 5 : pyromètre, Visée 1 : première mesure sur la pastille centrale, Visée 2 : seconde mesure dans l'anneau ; L'effet de taille de source est exprimé par le rapport de la première mesure sur la seconde.

3.3. Résultats

Les deux objectifs (standard et apochromatique) du pyromètre LP3 ont été caractérisés pour huit diamètres de sources (fig. 4). Chaque mesure a été corrigée de l'offset afin que l'occultation totale (diamètre du diaphragme : 5,7 mm) corresponde à un effet de taille de source nul.

La simulation d'une source étendue par la sphère intégratrice est très éloignée des conditions expérimentales (cellule dans un four) car les répartitions spectrales et spatiales de la luminance sont très différentes. Pour une détermination plus juste de l'effet de taille de source et de son incertitude associée, il faudrait idéalement connaître le

profil de température ainsi que la répartition spectrale et directionnelle le long du corps chauffant. Cette difficulté due à la méconnaissance des paramètres affecte cependant peu l'incertitude sur l'effet de taille de source [2], car les sources comparées lors de l'extrapolation sont très similaires (dimensions, matériaux ...). À titre d'exemple, l'incertitude sur l'effet de taille de source est estimée à environ 10^{-5} (en absolu) lors de la mise en œuvre de la cellule Pt-C (1 738 °C) dans le four haute température HTBB. Pour ces raisons, la correction de taille de source ne sera pas appliquée, dans un premier temps, mais sera incluse dans le bilan d'incertitudes.

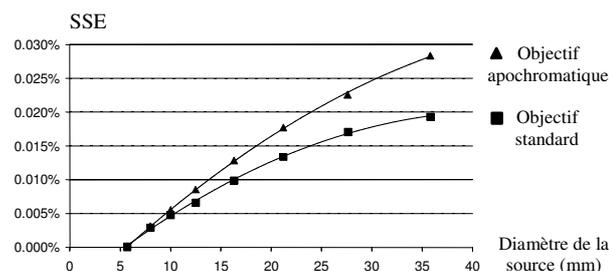


Fig. 4. – Effet de taille de source (SSE) du pyromètre LP3. Pour un diamètre de source donné, la réponse de l'instrument est biaisée de la proportion indiquée en ordonnée.

4. Mesure de la linéarité du pyromètre

4.1. Principe

La méthode d'addition de flux est employée pour déterminer l'écart à la linéarité du pyromètre LP3 [3]. Elle se décompose en trois étapes :

Le pyromètre reçoit, dans un premier temps, un flux Φ_1 et fournit une réponse R_1 . Dans un second temps, il reçoit un flux Φ_2 , choisi proche de Φ_1 , et donne une réponse R_2 . Finalement, l'instrument est éclairé par la somme des flux Φ_1 et Φ_2 et fournit une réponse R_{1+2} . L'écart à la linéarité Δl_1 sur le domaine de mesures [Φ_1 , $\Phi_1 + \Phi_2$], proche de $2 \Phi_1$, est donné par l'expression :

$$\Delta l_1 = 1 - \frac{R_1 + R_2}{R_{1+2}} \quad (3)$$

Cet écart caractérise la non-linéarité sur une dynamique de flux d'un rapport 2. Pour étendre cette dynamique à la totalité du domaine de mesure couvert par le pyromètre, il suffit de répéter le processus en doublant les flux Φ_1 et Φ_2 , de manière à caractériser un nouvel écart Δl_2 sur une étendue contiguë à la première. En répétant n fois ce processus, il est possible de caractériser une étendue de mesure d'une dynamique de 2^n , donc sur toute la dynamique de mesure du pyromètre (fig. 5).

La non-linéarité sur l'ensemble du domaine est calculée en multipliant les écarts Δl_n successifs à partir d'un point de référence arbitrairement choisi, les mesures étant relatives. Dans notre cas, l'extrapolation pour déduire la température étant effectuée à partir du point de

congélation du cuivre, le niveau de flux obtenu à cette température servira de référence pour déduire les écarts à la linéarité.

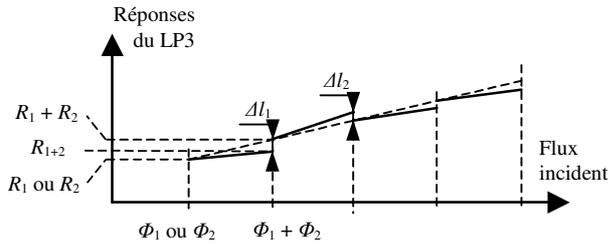


Fig. 5. – Mesure de l'écart à la linéarité du pyromètre LP3.

4.2. Dispositif expérimental

Le four corps noir haute température « HTBB 3200 pg » est utilisé comme source de rayonnement. L'addition de flux est réalisée par occultation de l'objectif du pyromètre. Huit diaphragmes montés sur une roue motorisée, couvrent partiellement, à tour de rôle, l'objectif du pyromètre en l'occultant totalement (pour une mesure de l'offset) ou en laissant passer le rayonnement sur un quart de disque, sur un demi-disque ou encore sur la totalité de la surface de l'objectif (fig. 6). La somme des flux traversant deux quarts de disque est comparée au flux traversant un demi-disque, la somme des flux traversant deux demi-disques est comparée au flux traversant l'ouverture entière. Pour un niveau de température du four, il est possible, à l'aide de ces occultations, de réduire le flux d'un rapport 2 ou 4. Ce dispositif permet d'élargir la dynamique de mesure pour une puissance de four donnée et de limiter ainsi le nombre de niveaux de températures du four.

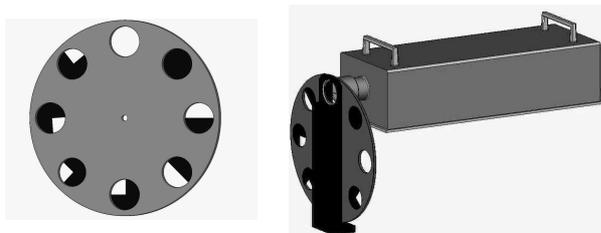


Fig. 6. – Roue à diaphragmes : associée au four HTBB, elle permet de générer des flux de puissances multiples dans un rapport 2 ou 4.

4.3. Procédure de mesure

La linéarité du pyromètre LP3 doit être caractérisée pour des intensités de photocourant comprises entre 0,1 nA et 200 nA. Cette étendue est couverte par six niveaux de flux donc par six consignes différentes appliquées au four HTBB. La première, correspondant au plus faible niveau de flux, est appliquée de sorte que le pyromètre délivre un photocourant de 0,1 nA avec le plus petit diaphragme de roue (1/4). Lorsque le four est à température souhaitée (contrôlée par les faibles variations de la réponse du pyromètre), la roue est alors actionnée de

manière continue sur un tour avec un arrêt de 10 s (nécessaire au temps d'acquisition du pyromètre) sur chaque diaphragme.

Cette première acquisition a permis de caractériser un domaine de photocourants compris entre 0,1 nA et 0,4 nA. La consigne suivante est alors fournie au four de sorte que le pyromètre délivre un photocourant de 0,4 nA lorsque son objectif se trouve face au plus petit diaphragme (1/4). Un nouveau domaine, entre 0,4 nA et 1,6 nA, est alors caractérisé. Le processus est répété jusqu'à ce que la réponse maximale de 200 nA soit atteinte.

4.4. Résultats

Les écarts à la linéarité sont calculés pour chacun des six domaines de photocourants séparés d'un rapport 4. Ils sont ensuite cumulés pour être exprimés par rapport au photocourant mesuré au point de congélation du cuivre, base de l'extrapolation.

La correction n'est pas appliquée car, comme le montre la figure 7, elle est très inférieure à l'incertitude de détermination de l'écart à la linéarité. Cependant elle est prise en compte dans le bilan d'incertitude de mesure de la température.

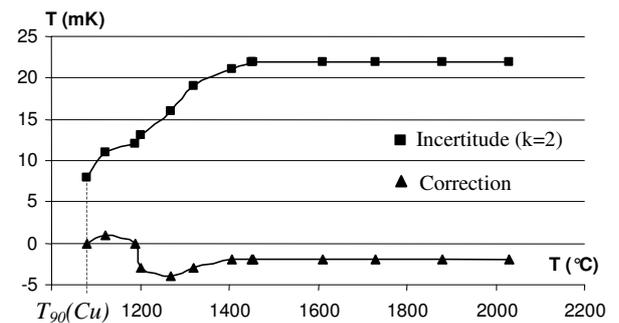


Fig. 7. – Ecarts à la linéarité du pyromètre LP3 et incertitudes associées ; exemple : à 1 600 °C, la température T_{90} déduite de l'équation (1) devra être corrigée de -2 mK et l'incertitude associée à cette correction vaut 22 mK ($k = 2$).

5. Etalonnage du pyromètre au point de congélation du cuivre

La cellule de cuivre est mise en oeuvre dans un four dont la température est stabilisée à $T_{\text{cong}} - \sim 2$ °C où T_{cong} est la température de congélation du cuivre. Un échelon de consigne de + ~ 4 °C est alors appliqué. Cet apport de chaleur permet de porter l'environnement du métal à une température égale à $T_{\text{cong}} + \sim 2$ °C.

Le palier de congélation peut alors être observé (fig. 8).

La répétabilité des paliers est déduite de plusieurs cycles fusion-congélation, elle est inférieure à 20 mK.

Durant le palier de congélation, un signal proportionnel à la densité spectrale de luminance $L_{\lambda}[T_{90}(\text{Cu})]$ est obtenu.

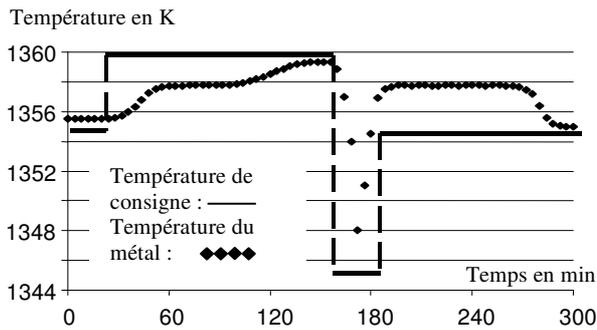


Fig. 8. – Cycle de fusion-congélation du cuivre.

6. Incertitudes et corrections

Le bilan des incertitudes est détaillé pour chacune des trois caractéristiques (sensibilité spectrale, SSE et linéarité) ainsi que pour l'étalonnage à la température du point de congélation du cuivre [4]. Les composantes sont regroupées dans le tableau 1, reprenant les éléments essentiels de l'étalonnage dans une nomenclature proche des règles internationales [5], avec leurs coefficients de sensibilité respectifs ainsi que les répercussions à 2 500 °C données à titre d'illustration.

6.1. Incertitudes liées à la sensibilité spectrale

Elles proviennent principalement de trois composantes : l'étalonnage du monochromateur, la connaissance de la longueur d'onde et la répétabilité des mesures.

L'incertitude portant sur l'étalonnage du monochromateur est due à une discontinuité présente au changement d'ordre du réseau à 643 nm. Cette discontinuité engendre une incertitude de 653 mK à 2 500 °C. Un nouveau dispositif expérimental sera prochainement mis en œuvre, il devrait permettre de réduire considérablement cette composante.

L'incertitude sur la longueur d'onde est estimée à partir de la dispersion des longueurs d'ondes effectives issues de huit mesures de sensibilité.

La répétabilité inclut les autres sources d'incertitude, à savoir : le détecteur de référence (repositionnement et longueur d'onde), la lumière parasite, l'électronique, les variations de température, les dérives du filtre interférentiel, la transmission hors bande et l'interpolation des points de mesure.

6.2. Incertitudes liées à la réponse du pyromètre

Elles regroupent l'effet de taille de source et la linéarité mais aussi l'incertitude de répétabilité, comprenant le rapport signal sur bruit du pyromètre, la stabilité à court terme du détecteur du pyromètre et sa résolution.

6.3. Incertitudes liées à la réalisation du point fixe du cuivre

Elles regroupent les cinq composantes suivantes : les incertitudes liées à la présence d'impuretés dans le métal, l'émissivité de la cavité de la cellule, les fuites thermiques, l'identification du palier de congélation et sa répétabilité, comprenant le bruit engendré par le pyromètre, sa stabilité à court terme et sa résolution.

6.4. Corrections

Les corrections dues à l'effet de taille de source et à la linéarité ne sont pas appliquées car elles sont d'un ordre de grandeur inférieures à leurs incertitudes associées. L'unique correction à appliquer provient des fuites thermiques dues à l'ouverture du four [6]. Elles engendrent un gradient radial de températures dans la cavité à travers la paroi. Cette correction est nécessaire pour déduire la température de l'interface liquide-solide pendant le changement de phase.

Tableau 1

Corrections et incertitudes liées à la caractérisation du pyromètre et à la réalisation du point fixe du cuivre.

Grandeurs	Incertitude type	Coefficient de sensibilité	Répercussion à 2 500 °C (mK)
Sensibilité spectrale			
Etalonnage monochromateur	0,151 nm	$\frac{T}{\lambda} \left(\frac{T}{T_{Cu}} - 1 \right)$	653
Longueur d'onde	0,081 nm	$\frac{T}{\lambda} \left(\frac{T}{T_{Cu}} - 1 \right)$	350
Répétabilité	0,02 nm	$\frac{T}{\lambda} \left(\frac{T}{T_{Cu}} - 1 \right)$	87
Réponse du pyromètre			
SSE	8 mK	$(T/T_{Cu})^2$	33
Linéarité	7 mK	-	12
Répétabilité	3 mK	$\lambda T^2/c_2$	12
Point du cuivre			
Impuretés	5 mK	$(T/T_{Cu})^2$	20
Emissivité de la cavité	10 mK	$\lambda T^2/c_2$	41
Fuites thermiques	5 mK	$(T/T_{Cu})^2$	20
Identification du palier	25 mK	$(T/T_{Cu})^2$	100
Répétabilité	20 mK	$(T/T_{Cu})^2$	82
Correction			
Fuites thermiques	+8 mK	-	+190

7. Mesure des températures de fusion d'eutectiques métal-carbone

Ainsi étalonné, le pyromètre LP3 a servi à déterminer les températures de fusion des points eutectiques métal-carbone. Les cellules eutectiques ont été mises en œuvre dans le four HTBB et des paliers de fusion ont été obtenus dans différentes conditions thermiques ; ce qui a permis d'estimer la reproductibilité à court terme de ces cellules.

Six cellules eutectiques métal-carbone ont été réalisées dans le cadre du projet européen Himert [4,7,8].

Les métaux utilisés, provenant tous de *Alfa Aesar*, ont les puretés nominales suivantes :

Fe : 99,998 % ;
Co : 99,998 % ;
Pd : 99,998 % ;
Pt : 99,999 % ;
Ru : 99,95 % ;
Re : 99,999 % ;
et 99,999 9 % pour le graphite.

La mesure des températures a été effectuée à l'aide du pyromètre LP3 étalonné à la température du point de congélation du cuivre du LNE-INM.

Les températures de fusion des six cellules de points eutectiques sont données dans le tableau 2. Leurs incertitudes associées tiennent compte de la reproductibilité des paliers (de 15 mK et 50 mK selon les points), des conditions thermiques du four ainsi que de l'incertitude d'étalonnage du pyromètre LP3 donnée dans le tableau 1.

Tableau 2
Températures de fusion et incertitudes de six cellules eutectiques.

Matériau eutectique	Fe-C	Co-C	Pd-C	Pt-C	Ru-C	Re-C
Température (toutes corr. faites) en °C	1153,2	1323,6	1491,2	1737,5	1952,6	2473,3
Incertitude combinée ($k = 2$) en K	0,28	0,35	0,45	0,62	0,79	1,6

8. Conclusion

L'incertitude type de mesure de température à l'aide du pyromètre LP3 atteint environ 0,8 °C à 2 500 °C. Elle provient principalement de l'étalonnage du monochromateur et de la détermination de la longueur d'onde lors de la mesure de la sensibilité spectrale du pyromètre. Cette dernière va être revue avec l'objectif de réduire d'un ordre de grandeur la composante liée à l'étalonnage du monochromateur.

D'autre part, la détermination de la sensibilité spectrale par une méthode basée sur un laser accordable et une sphère intégratrice est envisagée pour les prochaines années et devrait nous permettre de réduire considérablement l'incertitude qui lui est liée.

Le LNE-INM dispose aujourd'hui d'un pyromètre de référence dont l'effet de taille de source est remarquablement faible et dont les écarts à la linéarité n'influent quasiment pas sur les mesures sur tout le domaine de températures d'utilisation.

Remerciements

Nous remercions l'équipe de radiométrie du LNE-INM, notamment Mme Tayeb et M. Bastie pour leurs conseils et pour avoir consacré de longues heures à la caractérisation de la sensibilité spectrale du pyromètre.

Références

- [1] « Echelle Internationale de Température de 1990 », *Collection des monographies du Bureau national de métrologie*, 17, Ed. BNM, 1998.
- [2] MACHIN G. et SERGIENKO R., "A comparative study of Size of Source Effect (SSE)", *Determination Techniques*, Berlin, Germany, Eds. B Fellmuth, J. Seidel, G. Scholz, Published: VDE VERLAG GMBH, 2002, *Tempmeko 2001*, 155-160.
- [3] LECOLLINET P. et BASTIE J., « Mesure de la linéarité des détecteurs utilisés en radiométrie », *Bulletin du BNM*, **106**, octobre 1996.
- [4] SADLI M., BOURSON F., FANJEAUX M., BRIAUDEAU S., ROUGIÉ B. et BONNIER G., "Study of metal-carbon eutectic points: from construction to temperature determination", *Tempmeko 2004*, Proceedings, **1**, 611-6.
- [5] FISHER J., BATTUELLO M., SADLI M., BALLICO M., NAM PARK S., SAUNDERS P., ZUNDONG Y., CAROL JOHNSON B., VAN DER HAM E., LI W., SAKUMA F., MACHIN G., FOX N., UGUR S. et MATVEYEV M., "Uncertainty budgets for realisation of scales by radiation thermometry", *CCT-WG5 on radiation thermometry*, AIP Conf. Proc., 2003, **2**, 684, 631-638.
- [6] JUNG H.J., *Inst. Phys. Conf. Ser.*, n° 26, 1975, 278-286.
- [7] MACHIN G., BEYNON G., EDLER F., FOURREZ S., HARTMANN J., LOWE D., MORICE R., SADLI M. et VILLAMANAN M., "HIMERT: a pan-european project for the development of metal-carbon eutectics as temperature standards", *AIP Conf. Proc.*, 2003, **1**, 684, 285-290.
- [8] SADLI M., FISCHER J., YAMADA Y., SAPRITSKY V., LOWE D. et MACHIN G., "Review of metal carbon eutectic temperatures: proposal for new ITS-90 secondary points", *Tempmeko 2004*, Proceedings 341-6.