

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/CMSI, (température, propriétés thermophysiques et thermoradiatives des matériaux), et un laboratoire associé, le LNE-CETIAT (humidité).

Actuellement les groupes de travail (GT) du CCT (Comité Consultatif de Thermométrie ou CIPM) sont au nombre de 9. Jusqu'en 2005, les experts français ne participaient qu'à 4 d'entre eux. En 2005, le LNE était représenté dans la plupart des groupes de travail :

GT n° 1, « Points fixes de définition et instruments d'interpolation » : expert du LNE-INM ;

GT n° 2 « Points fixes secondaires et techniques d'approximation de l'EIT-90 » : expert du LNE/CMSI ;

GT n° 3 « Incertitudes » : expert du LNE-INM ;

GT n° 4 « Déterminations de la température thermodynamique et extension de l'EIT-90 aux très basses températures » : expert du LNE-INM ;

GT n° 5 « Pyrométrie optique » : expert du LNE-INM ;

GT n° 6 « Humidité » : expert du LNE-CETIAT ;

GT n° 9 « Propriétés thermophysiques » : expert du LNE/CMSI.

2. LNE-INM : Température

2.1. Mesure de la constante de Boltzmann : vers une nouvelle définition du kelvin

En 2005, suite aux travaux menés dans les différents laboratoires nationaux de métrologie, dont le bilan a été présenté lors du *Workshop* de Berlin (Projet Euromet 774), le CCT a proposé que des études soient entreprises pour une nouvelle mesure de la constante de Boltzmann, devant déboucher, à terme, sur une redéfinition de l'unité de température, le kelvin. Cette proposition a été reprise par le CIPM dans sa Recommandation 1 de 2005, faisant suite en cela à la Recommandation du CCU.

La participation active du LNE-INM dans le cadre du projet Euromet 774 et au sein des groupes de travail du CCT ont permis à la France de prendre toute sa part dans cet important projet. Ceci s'est concrétisé par la mise en place du projet français : « Nouvelle mesure de la

constante de Boltzmann : vers une redéfinition du kelvin », par la poursuite du projet Euromet 774 et par l'élaboration d'un projet pilote dans le cadre d'iMERA : « *New determinations of the Boltzmann constant* ».

Dans le projet français, la détermination de la constante de Boltzmann, k , s'effectue selon deux méthodes menées de front :

- par voie spectroscopique ; le LNE-INM et le LPL collaborent pour déterminer k directement à partir de la largeur du profil Doppler d'absorption d'un gaz moléculaire maintenue à la température du point triple de l'eau. Les premières mesures réalisées en 2005 (fig. 1), sur un banc de faisabilité, sont encourageantes car elles conduisent à une détermination de k avec une incertitude relative de $1,9 \cdot 10^{-4}$ (la valeur actuelle retenue par CODATA est donnée avec une incertitude relative de $1,7 \cdot 10^{-6}$).

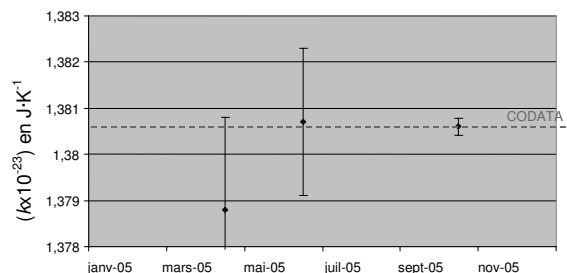


Fig. 1. – Premières mesures de k au LPL par la méthode spectroscopique.

- par voie acoustique ; le LNE-INM utilise un résonateur acoustique sphérique (déjà utilisé comme thermomètre primaire) contenant de l'hélium maintenu à la température du point triple de l'eau.



Fig. 2. – Sphère en cuivre pour les mesures de k .

La constante molaire des gaz, R , est déterminée à partir de la vitesse du son dans la sphère extrapolée à pression nulle. k sera ainsi déterminée indirectement en calculant le rapport R/N_A , N_A étant la constante d'Avogadro.

2.2. Précision dans la définition des points triples de l'hydrogène et de l'eau

Les résultats des comparaisons internationales CCT-K2 (échelles entre 14 K et 273 K) et CCT-K7 (eau) ont mis en évidence l'influence de la composition isotopique de la substance utilisée pour matérialiser le point fixe sur la température de ce point fixe. Et, pour l'eau, il a été nécessaire de définir sans ambiguïté la composition isotopique dans la définition du kelvin. Cela a conduit, en 2005, à la Recommandation 2 du CIPM qui précise que la définition du kelvin fait référence à une composition isotopique de l'eau identique à celle de VSNOW (*Vienna Standard Mean Ocean Water*).

En 2005, le CCT a proposé, pour l'eau comme pour l'hydrogène, une relation donnant la dépendance de la température du point triple avec la composition isotopique des substances. Pour l'eau, ces résultats sont le fruit d'un important travail au sein des groupes de travail 1 et 3 du CCT dans lesquels le LNE-INM a eu un rôle très actif.

2.3. Mesure des températures thermodynamiques

Le LNE-INM a joué un rôle majeur au niveau international dans les actions de recherche sur la mesure de la température thermodynamique.

Dans le domaine des températures inférieures à 0 °C, les résultats de mesure par thermométrie acoustique, obtenus au NIST en collaboration avec le LNE-INM, ont été analysés et publiés après avoir déterminé les incertitudes pour les 14 températures mesurées. Ces travaux ont été couronnés d'un Prix par les instances du NIST au titre de la « meilleure expérience scientifique » de l'année.

Dans le domaine des hautes températures, supérieures à 1 000 °C, le LNE-INM a collaboré avec le PTB, le NPL et le NMIJ pour mesurer la température thermodynamique des transitions d'eutectiques métal-carbone : Co-C, Pd-C, Pt-C et Ru-C. Les mesures ont été effectuées par un pyromètre optique (LP3) et un radiomètre à filtre raccordés aux références radiométriques. Ces travaux ont été effectués dans le cadre du projet HIMERT, qui s'est terminé en 2005, et se poursuivent dans le cadre des projets Euromet 864 et 872 et d'iMERA. Ces études ont été couronnées par un Prix du laboratoire national japonais, le NMIJ.

2.4. Amplificateur de température à caloducs

Depuis quelques années, le LNE-INM développe un thermomètre d'extrapolation, encore appelé amplificateur de température, constitué de plusieurs caloducs, placés en parallèle et asservis à la même pression (fig. 3). Un certain nombre de laboratoires européens ont vu tout l'intérêt de

ce type d'instrument et ont décidé d'unir leurs compétences (particulièrement le LNE-INM et l'IMGC) pour en faire des instruments de transfert au plus haut niveau d'exactitude dans le cadre du projet Euromet 772. En France, les caloducs utilisés pour réaliser l'amplificateur sont au potassium (600 °C – 840 °C) et au sodium (800 °C – 970 °C) pour les hautes températures et à l'eau (80 °C – 120 °C) pour les basses températures.

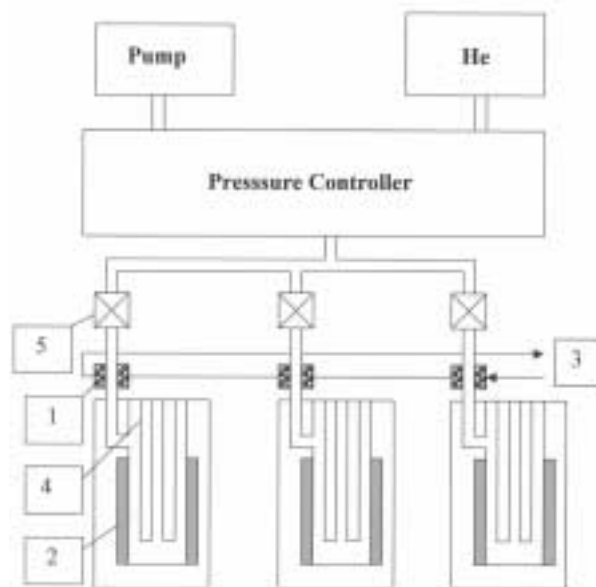


Fig. 3. – Schéma de l'amplificateur de température ; 1 = condenseur, 2 = chauffage, 3 = eau, 4 = puits pour thermomètre, 5 = vanne.

3. LNE/CMSI

3.1. Température

3.1.1. Thermométrie aux très hautes températures

Les cellules eutectiques métal-carbone développées par le LNE ont été comparées à celles du NMIJ (Japon) au cours d'une comparaison faisant également intervenir le PTB.

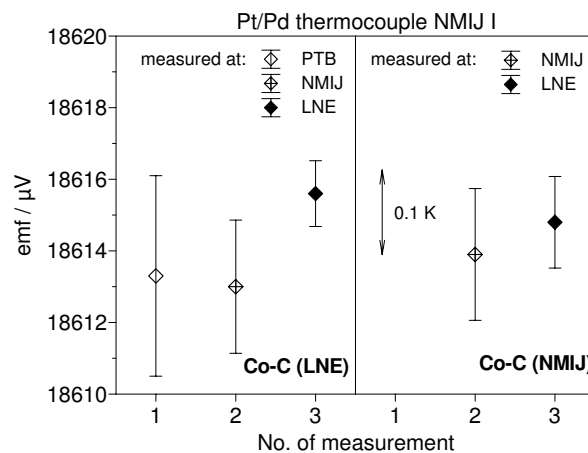


Fig. 4. – Mesures réalisées sur les cellules Co-C du LNE et du NMIJ en utilisant un thermocouple Pt/Pd du NMIJ.

Les résultats montrent un accord à mieux que 40 mK au point de cobalt-carbone (1 324 °C). Un problème, apparu au point de palladium-carbone (1 492 °C), a été résolu par des mesures complémentaires réalisées au cours d'une mission au NMIJ.

Des travaux ont également été menés avec le LNE-INM d'une part, et l'industriel Thermocoax d'autre part afin d'améliorer les schémas de traçabilité actuellement en vigueur. Les travaux effectués par la Faculté de Pharmacie de Chatenay-Malabry (action d'incitation de 2003) ont apporté une meilleure compréhension de l'influence des impuretés sur la température de fusion des alliages eutectiques.

Dans la continuité du projet Himert, achevé en avril 2005, le projet Euromet 857, piloté par le LNE, a été élaboré avec le NPL, la PTB, le NMIJ, avec pour objectif de développer une nouvelle génération de cellules eutectiques dédiée à l'étalonnage des thermocouples. Ce programme fait l'objet d'un projet pilote « *Quick start* » dans le cadre d'iMERA.

Les travaux du LNE ont été présentés au Congrès SICE, Okayama, Japon, août 2004 et ont été récompensés pour leur qualité technique.

3.1.2. Vers une nouvelle génération de points fixes de température

L'objectif pour le LNE-CMSI est de développer un nouveau type de générateur de température afin de réduire les incertitudes d'origine thermique affectant les points fixes de définition de l'EIT-90. Les travaux ont débuté par le développement d'un prototype de générateur basé sur la technique de la calorimétrie adiabatique. Il est actuellement en cours d'exploitation. Ce dispositif doit permettre la mise au point de fonctions techniques originales dont devra être doté le générateur final.

3.2. Propriétés thermiques des matériaux

Les travaux en métrologie des propriétés thermiques des matériaux ont donné lieu en 2005 à plusieurs résultats marquants. Citons notamment les premières mesures de diffusivité thermique réalisées en « face arrière » sur un dépôt céramique avec le banc du LNE, et les premiers résultats de mesure de PCS obtenus sur du méthane avec le calorimètre isopéribolique.

3.2.1. Diffusivité thermique

Un système optique (fig. 5) pour la mesure de diffusivité thermique en « face avant » a été installé sur le banc du LNE. Il doit encore être optimisé pour permettre la caractérisation de dépôt suivant cette méthode.

Parallèlement, la diffusivité thermique d'un dépôt céramique (Cr_2O_3) a été mesurée sur un matériau bicouche suivant la méthode flash en « face arrière ». Les valeurs obtenues ont été comparées avec celles déterminées sur la même éprouvette par deux laboratoires de l'ONERA.

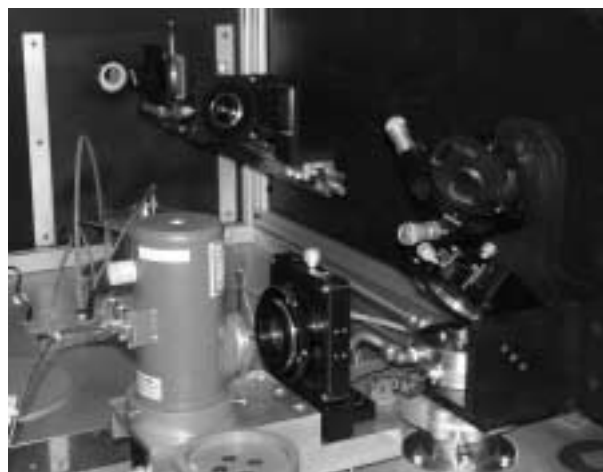


Fig. 5. – Système optique et détecteur pour la mesure de diffusivité « face avant ».

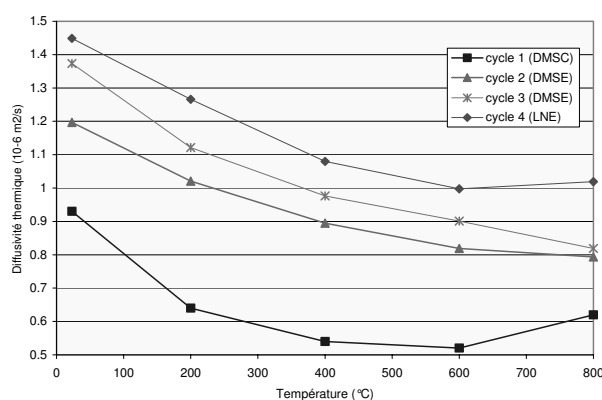


Fig. 6. – Diffusivité thermique du revêtement céramique Cr_2O_3 .

Les résultats sont assez proches, mais mettent en évidence une dérive de la diffusivité thermique de l'oxyde de chrome avec les cycles thermiques.

3.2.2. Calorimétrie des solides

Le calorimètre à chute HT1000, destiné à la certification de matériaux de référence dans les domaines de l'analyse thermique et de la calorimétrie, a été réparé puis testé par le constructeur suite aux divers dysfonctionnements majeurs constatés en 2004.



Fig. 7. – Calorimètre HT1000 avec introducteur d'échantillon thermostaté.

Sa qualification métrologique autour du point de fusion de l'étain a ensuite débuté et un nouveau système d'étalonnage par effet Joule a été défini et conçu.

3.2.3. Calorimétrie des gaz

Tous les éléments du calorimètre de référence affectés à la mesure du pouvoir calorifique supérieur (PCS) des composants du gaz naturel ont été assemblés entre eux.

La combustion a été optimisée en ajustant les débits des différents gaz pour avoir une combustion complète. Une flamme stable, bleue et sans décollement (fig. 8) traduit une meilleure combustion qu'une flamme jaune ou rouge.



Fig. 8. – Flamme obtenue avec un mélange élaboré pour une combustion complète.

L'étalonnage du calorimètre a été réalisé à l'aide d'une résistance électrique en substitution à la flamme.

Une première évaluation du PCS du méthane a été obtenue : $54\,591\text{ J}\cdot\text{g}^{-1}$. L'écart relatif entre la valeur obtenue (sans prise en compte de l'ensemble des facteurs correctifs) et celle indiquée dans la norme ISO 6976 ($55\,516\text{ J}\cdot\text{g}^{-1}$) est de 1,7 %. Les corrections à prendre en compte seront évaluées en 2006.

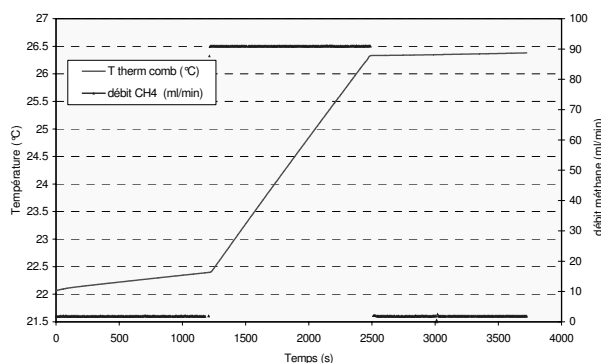


Fig. 9. – Courbe de température obtenue lors d'une combustion.

Par ailleurs, les simulations numériques effectuées par Gaz de France (action d'incitation de 2003) ont permis de conforter le choix du positionnement de la thermistance dans le bain calorimétrique.

3.2.4. Propriétés radiatives dans l'infrarouge

La modélisation d'un nouveau système optique à miroir ellipsoïdal pour l'installation de mesure du facteur de réflexion directionnel hémisphérique a débuté.

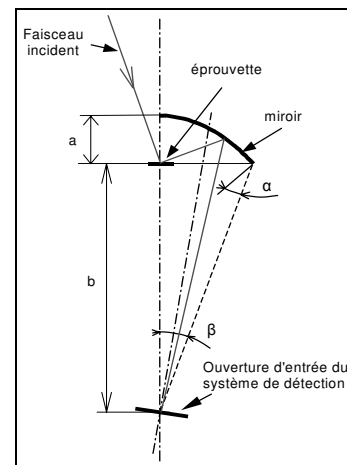


Fig. 10. – Caractéristiques géométriques du système optique choisi pour la mesure d'émissivité à basse température.

L'objectif est de pouvoir remplacer le détecteur pyroélectrique actuel par un système de détection plus performant. Les premiers résultats d'une modélisation simplifiée ont montré qu'il est envisageable d'utiliser un tel système.

4. LNE-CETIAT : Humidité

Le laboratoire a réalisé un banc de référence pour les températures de rosée basé sur un générateur d'air humide à recirculation totale, fonctionnant entre -80 °C et $+80\text{ °C}$. Lors d'une utilisation prolongée du générateur à basse température, les performances du banc se dégradent à cause d'une condensation de la vapeur d'eau ambiante dans le liquide de refroidissement.



Fig. 11. – Nouveau pré-échangeur.

En 2005, les études ont consisté à définir les solutions et à les mettre en oeuvre. La principale intervention à porter sur le pré-échangeur pour modifier les conditionnements thermiques d'arrivée de l'air dans le saturateur. Un nouveau pré-échangeur a donc été installé.