



E. GUILLAUME

# Calcul de l'incertitude d'étalonnage des radiomètres utilisés dans des essais de comportement au feu des matériaux

## *Uncertainty calculation applied to calibration of radiometers used in some fire behaviour tests of materials*

Eric GUILLAUME et Catherine YARDIN

Laboratoire national de métrologie et d'essais, 29 Rue Roger Hennequin, 78197 Trappes Cedex, France, eric.guillaume@lne.fr.

### Résumé

La norme NF X 10-702-1 (détermination de l'opacité des fumées en atmosphère non renouvelée) décrit une méthode d'essai au feu des matériaux en quantifiant la fumée produite par le matériau dans des conditions de densité de flux thermique prédéfinies. La norme définit le matériel d'essai et les opérations à mettre en œuvre en vue de la maîtrise métrologique du banc d'essai. Notamment, la densité de flux surfacique de  $2,5 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$  auquel l'échantillon est exposé lors d'un essai, doit être ajusté à l'aide d'un radiomètre. Ce radiomètre est raccordé à l'aide d'un calorimètre de référence selon le protocole défini dans cette norme. L'objectif de cet article est de décrire le travail d'évaluation de l'incertitude associée à cet étalonnage. Il comprend les étapes suivantes : détermination de l'incertitude associée à la sensibilité du calorimètre de référence, modélisation de la droite d'étalonnage du radiomètre et détermination des incertitudes sur l'éclairement énergétique pour une tension de sortie du radiomètre donnée. Ce travail a permis d'améliorer la qualité globale des étalonnages, par la maîtrise des incertitudes et l'apport de données complémentaires permettant d'étendre le domaine d'étalonnage.

**MOTS CLÉS :** ÉCLAIREMENT ÉNERGÉTIQUE, CALORIMÈTRE, RADIOMÈTRE, RACCORDEMENT, ESSAI DE COMPORTEMENT AU FEU.

### Abstract

*The standard NF X 10-702-1 (Determination of the opacity of the fumes in an atmosphere without air renewal) describes a fire test method of materials exposed to irradiance of a furnace, by quantifying the smoke production from material in predefined irradiance exposure conditions. The standard defines the test apparatus and the operations to be carried out in order to ensure the metrological control of test apparatus.*

*In particular, the  $2.5 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$  irradiance, which a sample is exposed to during a test, must be adjusted using a radiometer. This radiometer is calibrated against a reference calorimeter according to this standard. The aim of this paper is to describe this calibration uncertainty evaluation. It includes the following steps: evaluation of the associated uncertainty of the reference calorimeter, modelling of the calibration regression and determination of the uncertainties on the irradiance for a given output tension of the radiometer. This work allowed to globally improve the quality of calibrations, through the quantification and control of uncertainties, and by supplying complementary data enlarging the calibration range.*

**KEY WORDS:** IRRADIANCE, CALORIMETER, RADIOMETER, CALIBRATION, FIRE BEHAVIOUR TEST.

### 1. Contexte

La norme NF X 10-702-1 [1] « Détermination de l'opacité des fumées en atmosphère non renouvelée » définit un « radiomètre primaire » qui est utilisé pour raccorder l'éclairement énergétique émis par un four. Dans l'article, cet instrument est désigné « radiomètre de niveau 1 ». Il est raccordé à l'aide d'un calorimètre de référence, selon un protocole défini dans la norme. Au moment de chaque essai, l'éclairement énergétique émis par le four est vérifié à l'aide d'un « radiomètre de niveau 2 », celui-ci étant étalonné par comparaison au radiomètre de niveau 1. La norme indique que le LNE est le détenteur du calorimètre de référence, et qu'il réalise ainsi l'étalonnage des radiomètres de niveau 1 des laboratoires réalisant l'essai.

Cet article présente l'étalonnage de la chaîne de mesure de l'éclairement énergétique selon cette norme ainsi que le calcul d'incertitude associé réalisé selon le GUM, par la méthode de propagation des incertitudes [2] et la méthode de Monte-Carlo. La norme NF X 10-702-1 est la version française de la norme ASTM E662 dont la version la plus récente date de 2013 [3] (essai dit de la « chambre à fumée » ou « chambre NBS »). L'essai décrit dans cette norme consiste à exposer un échantillon de matériau à une sollicitation thermique produite par un four (fig. 1), et à mesurer l'accumulation des fumées alors dégagées par le matériau dans l'enceinte d'essai.

L'éclairement énergétique reçu par l'échantillon a une valeur moyenne supposée de  $(2,5 \pm 0,2) \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$ . Cette valeur est ajustée par réglage de la température du four à l'aide du radiomètre de niveau 1. Ce radiomètre est étalonné par rapport au calorimètre de référence, artefact matériel détenu au Laboratoire national de métrologie et d'essais tel que spécifié dans la norme. La chaîne de raccordement est basée sur les caractéristiques métrologiques de ce calorimètre de référence, sans intégrer les développements récents en métrologie des capteurs de flux thermique pour les essais de comportement au feu [4-7].

L'étalonnage du radiomètre de niveau 1 est réalisé pour quatre valeurs d'éclairement énergétique encadrant l'éclairement énergétique visé. Pour chaque valeur, sont déterminés l'éclairement énergétique mesuré par le calorimètre et la tension de sortie du radiomètre de niveau 1 lorsqu'il est soumis aux mêmes conditions d'éclairement énergétique. Ces mesures permettent d'estimer la droite d'étalonnage du radiomètre, reliant ces deux grandeurs.

## 2. Le calorimètre de référence

### 2.1. Description

Le calorimètre de référence est constitué d'un cône tronqué en cuivre de masse prédéterminée, dont la face exposée est noircie. La forte conductivité thermique du cuivre au regard des temps de mesure permet de supposer une homogénéité de la température de celui-ci lors des mesures. La vitesse d'échauffement du calorimètre est alors proportionnelle à l'éclairement énergétique reçu en face exposée. Le calorimètre (fig. 2) est décrit au paragraphe B.7 de la norme référencée en [1]. Plus de détails sont disponibles sur la figure A.7 de la norme.

Le calorimètre (fig. 3) utilisé pour la mesure du flux thermique à la position de l'échantillon soumis à essai, est composé d'un porte-échantillon factice, avec en face avant une plaque en acier inoxydable assurant le placement du capteur. Ce dernier est composé d'un cône tronqué de cuivre de diamètre 38,1 mm (face exposée) et d'épaisseur 3,17 mm, recouvert sur sa face exposée d'une peinture noire de facteur d'absorption  $a = 0,97 \pm 0,03$ . Il est fixé au bâti à l'aide d'anneaux métalliques permettant son positionnement correct, tout en limitant au mieux les pertes de chaleur par conduction. Un thermocouple est placé dans le disque de cuivre pour mesurer sa température. Le signal de sortie est une tension qui est convertie



Fig. 1. – Échantillon en position d'essai face au four de la chambre à fumée.

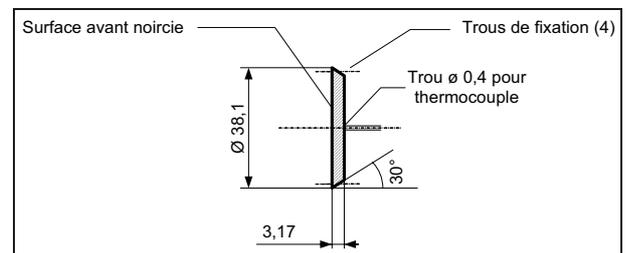


Fig. 2. – Schéma du calorimètre.

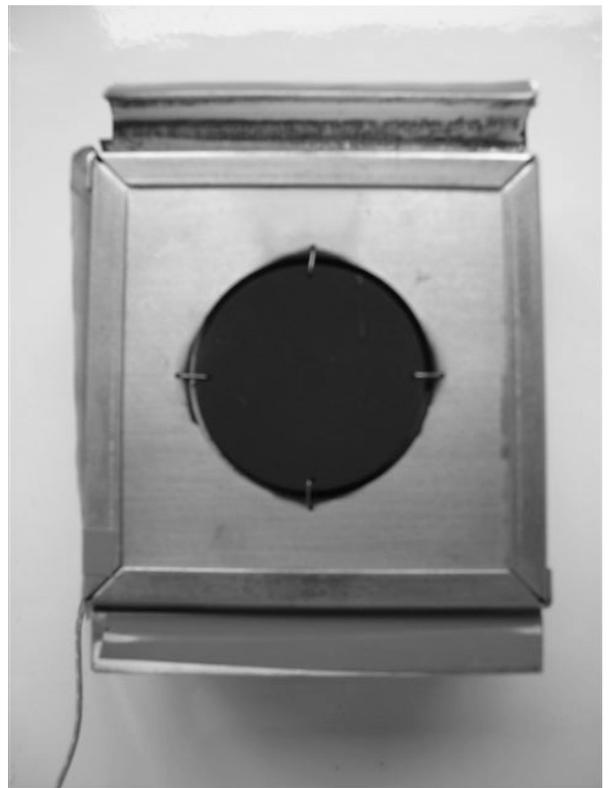


Fig. 3. – Calorimètre vu de face.

en éclairement énergétique par la prise en compte de la sensibilité  $Z$  du calorimètre.

Ce calorimètre est la référence nationale pour l'étalonnage des radiomètres de niveau 1 de la chambre à fumée. Il a été conçu pour étalonner ces radiomètres spécifiques.

## 2.2. Détermination de la sensibilité $Z$ du calorimètre

Cette sensibilité permet la conversion de la réponse du calorimètre, exprimée en  $\text{mV}\cdot\text{s}^{-1}$ , en éclairage énergétique, exprimé en  $\text{W}\cdot\text{cm}^{-2}$ . Elle est déterminée à partir de l'expression suivante :

$$Z = \frac{mc}{asK} \text{ dans laquelle les grandeurs d'entrée sont :}$$

- $K$  : sensibilité du thermocouple ( $\text{mV}\cdot\text{K}^{-1}$ );
- $m$  : masse du disque de cuivre (g);
- $c$  : capacité thermique massique du cuivre ( $\text{J}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ );
- $a$  : facteur d'absorption de la peinture (sans dimension);
- $s$  : surface nette exposée ( $\text{cm}^2$ ).

La norme [1] donne la valeur d'une partie des grandeurs définissant  $Z$ . Néanmoins, ces valeurs semblent trop approximatives pour être utilisées en l'état. Elles ont donc été toutes déterminées dans les conditions réelles de l'essai et les incertitudes associées à toutes ces déterminations ont été évaluées.

### 2.2.1. Masse du disque de cuivre ( $m$ )

Elle n'est pas quantifiée dans la norme [1] et il n'est pas possible de démonter le calorimètre pour peser le disque de cuivre sans l'endommager irrémédiablement. Cependant le certificat du fournisseur joint au calorimètre [8] en donne une valeur (sans incertitude) :  $m = 31,89$  g.

L'incertitude élargie sur la mesure de la masse est évaluée à 0,1 g. La valeur étant donnée avec 2 décimales,  $10^{-2}$  g pourrait être pris comme incertitude élargie. En prenant  $10^{-1}$  g, comme nous faisons, l'incertitude est donc largement surestimée. Le vieillissement et l'usure du disque de cuivre sont négligeables *a priori* car le disque n'est soumis à aucune agression physique. S'il y a perte de masse, elle est négligée.

La masse du disque est donc estimée à  $m = (31,89 \pm 0,10)$  g, soit une incertitude relative d'environ 0,3 %. Les valeurs possibles de la masse dans l'intervalle sont considérées comme étant distribuées selon une loi uniforme.

### 2.2.2. Capacité thermique massique à pression constante du cuivre ( $c$ )

La norme propose au paragraphe C1.2 une capacité thermique massique  $c = 0,38 \text{ J}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ , sans incertitude associée.

Or cette grandeur dépend de la température et de la pureté du métal. Il convient donc d'évaluer l'influence

Tableau 1

Exemples de valeurs de la capacité thermique du cuivre à pression constante ( $c$ ).

Source	Valeur de $c$ (en $\text{J}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ )
Base de données MatWeb	0,385
CRC Handbook 68th Edition <sup>1</sup> [9]	entre 0,385 1 et 0,386 7

de l'utilisation d'un cuivre faiblement allié car il est probable que le calorimètre ne soit pas constitué d'un cristal parfait de cuivre pur et de considérer que le domaine de températures d'utilisation du calorimètre s'étant de 20 °C à 40 °C. Ces influences ne peuvent pas être évaluées directement. Différentes sources d'information fournissent des valeurs reportées dans le tableau 1.

Pour l'évaluation de l'incertitude sur la valeur de la capacité thermique du cuivre, et afin d'encadrer toutes les valeurs rencontrées, nous retenons le domaine de variation suivant :  $[0,38 ; 0,39] \text{ J}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ .

La capacité thermique massique à pression constante du cuivre du calorimètre est donc estimée à  $(0,385 \pm 0,005) \text{ J}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ , soit une incertitude relative d'environ 1,3 %, et la distribution des valeurs dans l'intervalle ainsi défini est considérée comme uniforme.

### 2.2.3. Facteur d'absorption de la peinture ( $a$ )

La norme [1] indique une valeur avec une tolérance :  $a = 0,96 \pm 0,02$ . Le facteur d'absorption  $a$  du calorimètre du laboratoire a été déterminé par un étalonnage. La norme ne donne toutefois aucune précision sur la méthode de mesure à employer. Compte tenu des conditions d'utilisation du calorimètre dans la chambre à fumée, nous avons choisi l'absorption totale quasi-normale qui est déduite de la mesure du facteur de réflexion total quasi-normal hémisphérique.

Le facteur  $a$  est donc estimé à  $(0,97 \pm 0,03)$ , soit avec une incertitude relative d'environ 3 %. La répartition des valeurs de  $a$  dans l'intervalle ainsi défini est considérée comme suivant une loi normale.

La valeur moyenne 0,97 respecte la tolérance fixée par la norme. Néanmoins l'incertitude associée à cette estimation est élevée comparée à ladite tolérance. Toutefois, cette tolérance ne peut pas être assurée compte tenu des techniques d'étalonnage utilisées [10]. Aussi, la valeur du facteur d'absorption et son incertitude, déterminées lors de l'étalonnage, sont utilisées pour la détermination de  $Z$  en lieu et place des valeurs figurant dans la norme.

### 2.2.4. Surface nette exposée ( $s$ )

Elle dépend du diamètre du disque de cuivre du calorimètre et de la surface correspondant aux trous pratiqués

<sup>1</sup> Dans la référence citée, les valeurs sont données en  $\text{cal}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  (entre 0,092 et 0,0924). Le facteur de conversion utilisé est  $4,1855 \text{ J}\cdot\text{cal}^{-1}$ . La consultation des éditions plus récentes du CRC Handbook n'apporte pas d'information supplémentaire.

Tableau 2

Valeurs des diamètres caractéristiques pour le disque de cuivre du calorimètre.

Source	Diamètre du disque de cuivre ( $D$ )	Diamètre des trous de fixation ( $d$ )
Norme NF X 10-702-1 page 23	38,1 mm (sans tolérance), soit une tolérance considérée à 0,1 mm	non précisé dans la norme.
Mesures au LNE	$\varnothing_{\text{ext}}$ en 2 points disposés à 45° de part et d'autre de l'axe vertical : (38,28 mm – 38,28 mm) et moyenné	1,00 mm environ (extrêmement difficile à mesurer) $n$ : nombre de trous (4)

dans le disque pour le fixer dans le châssis en acier inoxydable. Les valeurs accessibles par la norme et par la mesure faite au LNE sont reprises dans le tableau 2. Le diamètre mesuré du disque n'est pas conforme aux prescriptions de la norme. Néanmoins, pour un diamètre de cet ordre, la surface est entièrement exposée et la valeur mesurée est donc utilisée dans le calcul.

La surface nette exposée est calculée par la formule :

$$s = \frac{\pi D^2}{4} - n \frac{\pi d^2}{4}$$

Avec les valeurs de  $D$ ,  $d$  et  $n$  indiquées dans le tableau 2,  $s = 1\,147,748 \text{ mm}^2$ .

L'incertitude associée à  $s$  dépend de l'incertitude de mesure des diamètres  $D$  et  $d$ . Les diamètres ont été mesurés avec un pied à coulisse. L'incertitude élargie sur la mesure de  $D$  est  $U(D) = 0,02 \text{ mm}$  ( $k = 2$ ).

Le mesurage du diamètre des trous  $d$  est beaucoup plus difficile à réaliser. L'incertitude élargie associée  $U(d)$  est estimée à 0,05 mm.

Ainsi,

$$u^2(s) = \left(\frac{\pi D}{2} u(D)\right)^2 + \left(n \frac{\pi d}{2} u(d)\right)^2$$

et donc  $u(s) = 1,2 \text{ mm}^2$ .

La surface exposée à l'éclairement énergétique est estimée à  $(1\,147,7 \pm 2,4) \text{ mm}^2$  ( $k = 2$ ), soit une incertitude relative d'environ 0,2 %. La composante d'incertitude prépondérante est due à la mesure de  $D$ . La détermination de  $D$  et, par conséquence, celle de  $s$  sont associées à une loi triangulaire.

### 2.2.5. Sensibilité du thermocouple ( $K$ )

La sensibilité du thermocouple ( $K$ ) dépend du type du thermocouple. Ici, il s'agit d'un type K. La norme NF EN 60584-1 de février 1996 (qui remplace la norme

Tableau 3

Sensibilité du thermocouple  $K$  issue des publications et des normes.

Source	Valeur
Norme NF X 10-702	0,04 $\text{mV}\cdot\text{K}^{-1}$ (recommandations)
CRC Handbook 68th edition [9]	à 293 K (20 °C) : 0,80 mV à 313 K (40 °C) : 1,61 mV d'où : $K = \frac{(1,61-0,80)}{313-293} = 0,0405 \text{ mV}\cdot\text{K}^{-1}$
Norme NF EN 60584-1 [11]	Correspondance tension-température (de 0 °C à 1372 °C) : $E$ (en $\mu\text{V}$ ) = $b_0$ $+ \sum_{i=1}^n b_i (t_{90})^i + c_0 \exp [c_1 (t_{90} - 126,9686)^2]$ $b_0 = -1,760\,041\,368\,6 \times 10^1$ $b_1 = 3,892\,120\,497\,5 \times 10^1$ $b_2 = 1,855\,877\,003\,2 \times 10^{-2}$ $b_3 = -9,945\,759\,287\,4 \times 10^{-5}$ $b_4 = 3,184\,094\,571\,9 \times 10^{-7}$ $b_5 = -5,607\,284\,488\,9 \times 10^{-10}$ $b_6 = 5,607\,505\,905\,9 \times 10^{-13}$ $b_7 = -3,202\,072\,000\,3 \times 10^{-16}$ $b_8 = 9,715\,114\,715\,2 \times 10^{-20}$ $b_9 = -1,210\,472\,127\,5 \times 10^{-23}$ $c_0 = 1,185\,976 \times 10^2$ $c_1 = -1,183\,432 \times 10^{-4}$
	Correspondance température-tension : $t_{90} = \sum_{i=1}^n d_i E^i$ , en °C $d_1 = 2,508\,355 \times 10^{-2}$ $d_2 = 7,860\,106 \times 10^{-8}$ $d_3 = -2,503\,131 \times 10^{-10}$ $d_4 = 8,315\,270 \times 10^{-14}$ $d_5 = -1,228\,034 \times 10^{-17}$ $d_6 = 9,804\,036 \times 10^{-22}$ $d_7 = -4,413\,030 \times 10^{-26}$ $d_8 = 1,057\,734 \times 10^{-30}$ $d_9 = -1,052\,755 \times 10^{-35}$
	Erreur : Max. = 0,033 °C Min. = -0,047 °C

NF C 42-321 citée dans la référence [1]) donne les valeurs de référence pour la sensibilité d'un thermocouple de type K. Une modélisation mathématique y est décrite, qui permet d'établir les correspondances température-tension électrique et tension électrique-température (tab. 3).

Les valeurs issues de la norme NF EN 60584-1 sont utilisées dans le calcul. Dans l'intervalle de 20 °C à 40 °C, en estimant une erreur de  $\pm 0,05$  °C (majoration de l'erreur maximum de la régression indiquée), on obtient les variations de tension reportées dans le tableau 4. En considérant la réponse du thermocouple comme quasi-linéaire sur le domaine considéré, la valeur de référence est :

$$K_{(40-20)} = \frac{(1\,611,7918 - 798,1197)}{(313 - 293)} \times \frac{1}{1000}$$

$$K_{(40-20)} = 0,040\,683 \text{ mV}\cdot\text{K}^{-1}$$

Tableau 4

Correspondance entre température et tension pour un thermocouple  $K$ , autour de 20 °C et de 40 °C.

Température (°C)	Tension délivrée par le thermocouple (µV)	
20,00	19,95	796,103 289 4
	20,00	798,119 699 1
	20,05	800,136 206 3
40,00	39,95	1 609,741 854
	40,00	1 611,791 849
	40,05	1 613,841 914

Tableau 5

Détermination de la sensibilité  $Z$  du calorimètre.

Grandeur (d'entrée)	Valeur et incertitude élargie ( $k = 2$ )
Masse du disque de cuivre, $m$ (g)	31,89 ± 0,10
Capacité thermique du cuivre, $c$ (J·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	0,385 ± 0,005
Facteur d'absorption de la peinture, $a$ (sans dimension)	0,97 ± 0,03
Surface nette exposée, $s$ (cm <sup>2</sup> )	11,477 ± 0,024
Sensibilité du thermocouple, $K$ (mV·K <sup>-1</sup> )	0,0407 ± 0,000 2
<b>Sensibilité du calorimètre, <math>Z</math> (J·cm<sup>-2</sup>·mV<sup>-1</sup>)</b>	<b>27,11</b>

L'écart maximal en tension est lié à l'erreur sur les deux températures. En utilisant la tolérance supérieure pour 40 °C et la tolérance inférieure pour 20 °C, la valeur de l'erreur (pour une différence de température théorique de 20 °C) est estimée à :

$$K_{(40,05-19,95)} = 0,040 886 93 \text{ mV}\cdot\text{K}^{-1}$$

et l'écart  $K_{(40-20)} - K_{(40,05-19,95)} = 0,000 203 3 \text{ mV}\cdot\text{K}^{-1}$ .

De même, avec les autres extrêmes :

$$K_{(39,95-20,05)} = 0,040 480 28 \text{ mV}\cdot\text{K}^{-1} \text{ et l'écart}$$

$K_{(40-20)} - K_{(39,95-20,05)} = -0,000 203 3 \text{ mV}\cdot\text{K}^{-1}$  est déterminé avec un facteur d'élargissement de 2 et l'on considère que la répartition des valeurs répond à une loi normale.

La valeur prise pour la sensibilité du couple thermo-électrique est donc :

$K = (0,040 7 \pm 0,000 2) \text{ mV}\cdot\text{K}^{-1}$ , soit une incertitude relative de 0,5 %.

## 2.2.6. Bilan de l'évaluation de $Z$

Le tableau 5 synthétise le calcul de la valeur de  $Z$ , sensibilité du calorimètre de référence, avec les valeurs des grandeurs d'entrée déterminées précédemment.

## 2.2.7. Incertitude sur $Z$ déterminée par la méthode du GUM [2]

Comme  $Z$  est un produit ou un quotient de grandeurs d'entrée estimées de manière indépendante, l'incertitude

Tableau 6

Bilan d'incertitude de détermination de  $Z$ .

Grandeur d'entrée, $X_i$	Valeur	$u(X_i)$	Poids de $u(X_i)$ dans $u(Z)$
$m$ (g)	31,90	$6,0 \times 10^{-2}$	1,0 %
$c$ (J·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	0,385	$2,9 \times 10^{-3}$	18,4 %
$a$ (-)	0,970	$1,50 \times 10^{-2}$	78,2 %
$s$ (cm <sup>2</sup> )	11,5	$1,20 \times 10^{-2}$	0,4 %
$K$ (mV·K <sup>-1</sup> )	$4,07 \times 10^{-2}$	$1,02 \times 10^{-4}$	2,0 %
<b><math>Z</math> (J·cm<sup>-2</sup>·mV<sup>-1</sup>)</b>	<b>27,11</b>	<b><math>u(Z) = 0,48</math></b>	<b><math>U(Z) = 0,95</math></b>

Tableau 7

Évaluation de l'incertitude de détermination de  $Z$  par simulation de Monte-Carlo.

	Valeur	Incertitude élargie ( $k = 2$ )
<b><math>Z</math> (J·cm<sup>-2</sup>·mV<sup>-1</sup>)</b>	27,11	1,04

type relative sur  $Z$  est obtenue par la somme quadratique des incertitudes types relatives des différentes grandeurs d'entrée.

$$\frac{u(Z)}{Z} = \sqrt{\left(\frac{u(m)}{m}\right)^2 + \left(\frac{u(c)}{c}\right)^2 + \left(\frac{u(a)}{a}\right)^2 + \left(\frac{u(s)}{s}\right)^2 + \left(\frac{u(K)}{K}\right)^2}$$

Les incertitudes types relatives sur les grandeurs d'entrée et la résultante du calcul sur  $Z$  sont présentées dans le tableau 6.

Cette approche donne donc une valeur de  $Z$  de  $(27,11 \pm 0,95) \text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}\cdot\text{mV}^{-1}$ , soit une incertitude élargie relative de 3,4 %. L'incertitude provient très largement de l'incertitude sur le facteur d'absorption  $a$ , représentant près de 80 % de l'incertitude totale sur  $Z$ . Les incertitudes de mesure du facteur d'absorption de la peinture et de la capacité thermique représentent près de 98 % de l'incertitude sur la détermination de la sensibilité  $Z$  du calorimètre.

## 2.2.8. Incertitude associée à $Z$ déterminée par la méthode de Monte-Carlo

La méthode de Monte-Carlo a également été utilisée dans le but de valider l'incertitude obtenue par la méthode de propagation des incertitudes du GUM. Le calcul de l'incertitude de détermination de  $Z$  a été réalisé en affectant une loi uniforme ou normale de variation de chaque grandeur d'entrée, et avec 100 000 simulations. Les résultats figurent au tableau 7.

La répartition des valeurs de  $Z$  est très proche d'une loi normale ; l'intervalle centré autour de la valeur moyenne et comprenant 95 % des valeurs à une

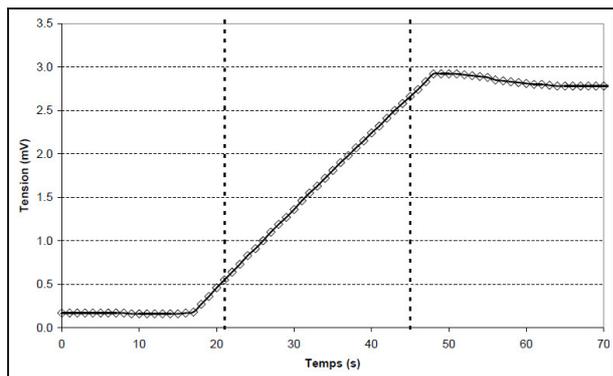


Fig. 4. – Exemple d’acquisition de la tension de sortie du calorimètre en fonction du temps.

demi-étendue maximale est de 1,04. Cette valeur est prise comme valeur d’incertitude élargie. L’incertitude relative est donc de 3,9 %. Cette valeur est cohérente avec l’estimation faite précédemment par méthode du GUM.

### 2.3. Incertitude sur l’évaluation de l’éclairement énergétique étalon $Q_i$

Un éclairement énergétique évalué avec le calorimètre est appelé « éclairement énergétique étalon »  $Q_i$ . Pour chaque condition d’éclairement énergétique, la tension de sortie du calorimètre est mesurée dans le temps, pour une température du calorimètre comprise entre 20 °C et 40 °C. La pente représentant la variation de la tension de sortie du calorimètre en fonction du temps est estimée par une régression linéaire. Un exemple de mesure est présenté en figure 4.

Un éclairement énergétique étalon  $Q_i$  est obtenu par la formule :

$$Q_i = c_i \cdot Z$$

avec :

- $Z$  : sensibilité du calorimètre ( $27,11 \text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}\cdot\text{mV}^{-1}$ ) ;
- $c_i$  : pente de la tension de sortie du calorimètre en fonction du temps, en  $\text{mV}\cdot\text{s}^{-1}$  (régression linéaire).

L’incertitude de la pente  $c_i$  est  $u(c_i)$ . Comme  $Z$  et  $c_i$  ont été estimés de manière indépendante, l’incertitude type relative sur  $Q_i$  est donnée par :

$$\frac{u(Q_i)}{Q_i} = \sqrt{\left(\frac{u(c_i)}{c_i}\right)^2 + \left(\frac{u(Z)}{Z}\right)^2}$$

Cette incertitude est évaluée pour chaque  $Q_i$ . La pente  $c_i$  est déterminée avec une incertitude relative très faible (inférieure à 0,5 %) ; l’incertitude sur  $Q_i$  provient donc principalement de l’incertitude sur  $Z$ . L’incertitude sur  $Q_i$  est de l’ordre de 1,8 %, soit  $U = 3,6 \%$  (avec  $k = 2$ ).



Fig. 5. – Radiomètre de niveau 1 vu de face.

## 3. Le radiomètre de niveau 1

### 3.1. Description du radiomètre

Le radiomètre de niveau 1 est présenté au paragraphe B.6 et à la figure A.6 de la norme [1]. Il est composé d’un élément de cuivre recouvert d’une peinture noire de facteur d’absorption maximale (fig. 5) Cet élément de cuivre est refroidi par air sur sa face arrière, à l’aide d’un radiateur de dissipation. La surface exposée à l’éclairement énergétique en face avant, est limitée par une plaque ajourée en acier inoxydable. Il abrite un thermocouple assurant la mesure, situé au centre et juste sous la surface exposée. Le signal mesuré en sortie du radiomètre est une tension constante pour une valeur d’éclairement énergétique, ce qui signifie que le radiomètre est à l’équilibre entre le four chauffant la face exposée et l’air refroidissant la face arrière. Ce radiomètre travaille à la température d’équilibre de  $(93 \pm 3) \text{ °C}$ , cette température étant assurée par le réglage du débit d’air de refroidissement et contrôlée par un thermocouple.

Ce type de radiomètre est sommaire en comparaison des systèmes de type Gardon ou Schmidt-Boelter refroidis à eau et utilisés sur les bancs d’essais plus récents [7]. Néanmoins, seuls les radiomètres du premier type sont décrits dans la norme [1] et leur substitution par un dispositif plus récent pose des problèmes d’équivalence, cette norme étant utilisée comme méthode d’essai dans plusieurs réglementations.

### 3.2. Étalonnage du radiomètre

L’étalonnage du radiomètre est réalisé pour quatre valeurs d’éclairement énergétique étalon  $Q_i$  encadrant

l'éclairement énergétique cible de  $2,5 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$ . Après s'être assuré de l'alignement du four sur son châssis à l'aide d'un gabarit approprié, l'étalonnage du radiomètre consiste à :

- régler la valeur de consigne du four à une tension  $V_i$  telle que  $90 \text{ V} < V_i < 95 \text{ V}$  ;
- placer le radiomètre en lieu et place de l'échantillon et, après atteinte de l'équilibre thermique du radiomètre à  $(93 \pm 3) ^\circ\text{C}$ , enregistrer la tension de sortie  $R_i$  (en mV) délivrée par celui-ci, en réponse à l'éclairement énergétique reçu à cette valeur de consigne ;
- substituer rapidement le calorimètre au radiomètre, et enregistrer l'élévation de température du disque de cuivre du calorimètre pendant 30 s environ. Cette élévation de température est indirectement mesurée par la variation de la tension de sortie du calorimètre au cours du temps.

La valeur de l'éclairement énergétique reçu à la valeur de consigne  $V_i$  est alors déterminée conformément à la procédure décrite en partie 2.3. Cette opération est réalisée quatre fois : les tensions de réglage du four  $V_1, V_2, V_3$  et  $V_4$  correspondent à des éclairagements énergétiques qui se situent deux à deux de part et d'autre de la valeur nominale de  $2,5 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$ . On obtient les quatre réponses du radiomètre  $R_1, R_2, R_3$  et  $R_4$  ainsi que les variations au cours du temps de la tension de sortie du calorimètre. La température du four est supposée stable durant la période de mesure de chacune des valeurs d'éclairement ; la période étant suffisamment courte.

L'ensemble de ces données permet alors de déterminer, en utilisant une droite d'étalonnage, la valeur  $R_e$  (mV) du radiomètre de niveau 1, pour un éclairement énergétique de  $2,5 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$ .

### 3.3. Incertitude associée au radiomètre à $2,5 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$

L'incertitudes comprend les composantes suivantes : incertitude de détermination de l'éclairement énergétique étalon (voir § 2.3), incertitude sur la droite d'étalonnage puis propagation pour déterminer l'incertitude sur la tension de sortie du radiomètre. Un exemple d'application numérique est présenté en partie 4 de l'article.

#### 3.3.1. Incertitude due à la droite d'étalonnage

À chaque étalon  $Q_i$ , la tension de sortie délivrée par le radiomètre est mesurée à 0,01 mV près. Un exemple d'acquisition de la tension de sortie du radiomètre de niveau 1 est reporté dans la figure 6.

L'étalonnage du radiomètre consiste à déterminer la droite qui relie la tension de sortie du radiomètre à l'éclairement énergétique (par hypothèse, la réponse du radiomètre est considérée comme linéaire). Cette droite d'étalonnage s'écrit :

$$R_t = \alpha \cdot Q_t + \beta$$

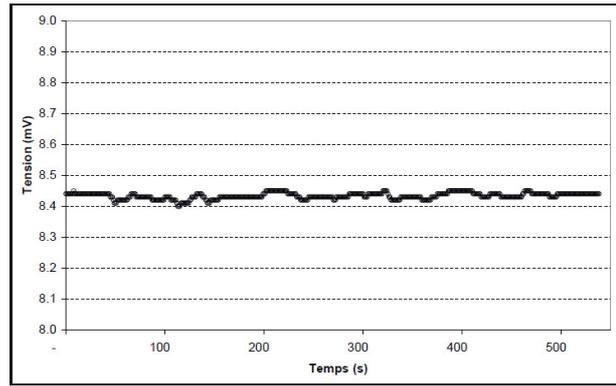


Fig. 6. – Exemple d'acquisition de la tension de sortie du radiomètre, en fonction du temps.

où :

- $t$  est un indice qui référence les différentes valeurs des grandeurs  $Q$  et  $R$  ;
- $R_t$  représente la tension de sortie du radiomètre à étalonner (en mV) ;
- $Q_t$  représente l'éclairement énergétique associé à cette tension  $R_t$  (en  $\text{W}\cdot\text{cm}^{-2}$ ) ;
- $\alpha$  et  $\beta$  sont respectivement la pente et l'ordonnée à l'origine de la droite d'étalonnage.

La droite est estimée avec les quatre couples de valeurs mesurées ( $Q_i, R_i$ ) obtenues avec le radiomètre de niveau 1 et le calorimètre de référence. Comme les deux grandeurs sont mesurées et que les incertitudes de mesure sont variables, la méthode des moindres carrés généralisés (GLS) [12] est utilisée à la place de la méthode des moindres carrés ordinaires (OLS). L'expression de la droite d'étalonnage ainsi estimée est :

$$R_t = aQ_t + b, \text{ où } a \text{ et } b \text{ sont les estimateurs de } \alpha \text{ et } \beta.$$

La tension délivrée par le radiomètre correspondant à un éclairement énergétique  $Q_p$  donné et déterminée par la droite d'étalonnage est :

$$R_p = aQ_p + b.$$

Il s'agit d'une valeur moyenne de la tension. La variance associée est obtenue par :

$$u^2(aQ_p + b) = u^2(a)Q_p^2 + u^2(b) + 2Q_p u(a, b).$$

L'incertitude type sur  $R_p$  due à la droite d'étalonnage est donc :  $u_{R_p\text{-droite}} = u(aQ_p + b)$ .

En général, cette incertitude type varie avec la valeur de l'éclairement énergétique : elle est minimale au centre du domaine et maximale aux extrémités. Les éclairagements énergétiques mesurés sont choisis pour encadrer la valeur  $2,5 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$  ; l'incertitude sur  $R$  correspondant à cet éclairement énergétique devrait de ce fait être minimisée.

En supposant des variables distribuées selon une loi normale, cette incertitude type est associée à une loi de Student ; l'incertitude élargie est donc obtenue par :

$$U(R_{p\text{-droite}}) = t_{n-2, 97,5\%} \times u_{R_{p\text{-droite}}},$$

avec  $t_{n-2, 97,5\%}$  coefficient de Student à 97,5 % ( $\alpha = 5\%$ , test bilatéral) pour  $n - 2$  degrés de liberté. Cette valeur vaut 4,303 pour  $n = 4$ . Les valeurs possibles de tension associées à  $Q_p$  sont représentées par deux hyperboles  $R \pm U(R_{p\text{-droite}})$  qui encadrent la droite d'étalonnage.

### 3.3.2. Incertitude associée à la tension de sortie du radiomètre pour $Q = 2,5 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$

La tension de sortie du radiomètre à  $Q = 2,5 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$  est calculée à partir de la droite d'étalonnage :

$$R_p = 2,5a + b.$$

Comme il s'agit de déterminer la tension moyenne à un éclairage énergétique fixé (donc sans incertitude), l'incertitude type associée correspond à  $u_{R_{p\text{-droite}}}$  déterminée précédemment :

$$u_{R_{p\text{-droite}}} = u(2,5a + b).$$

Il s'agit du cas le plus simple pour le calcul de la propagation de l'incertitude de modélisation, les valeurs considérées étant des valeurs moyennes. Dans le cas où les valeurs considérées sont individuelles, il est nécessaire d'intégrer l'incertitude associée à une tension modélisée individuelle (prévision individuelle) et l'incertitude associée à un éclairage énergétique individuel (prédicteur individuel). La prise en compte de ces incertitudes augmente l'incertitude sur la tension. Au maximum, cette incertitude est donnée par :

$$u_{R_p}^2 = u_{R_{p\text{-droite}}}^2 + u^2(R_p) + a^2 u^2(Q_p).$$

L'incertitude élargie ( $k = 2$ ) est :

$$U(R_p) = 2u(R_p).$$

Les exemples d'estimation de la droite d'étalonnage réalisés au laboratoire montrent que l'incertitude sur la tension provient principalement du facteur  $Z$  du calorimètre de référence, provenant essentiellement de l'incertitude sur le coefficient d'absorption de la surface peinte du calorimètre.

### 3.3.3. Incertitude sur la détermination de l'éclairage énergétique de $2,5 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$

Lors de son utilisation, le radiomètre délivre une tension de sortie déterminée avec une incertitude. L'intervalle dans lequel se trouvent les valeurs de l'éclairage correspondant à cette tension correspond-t-il aux tolérances requises dans la norme ( $2,5 \pm 0,2$ )  $\text{W}\cdot\text{cm}^{-2}$  ? En effet, dans la pratique, la valeur de la consigne du four est déterminée en fonction de la tension de sortie du radiomètre de référence, celle-ci devant être au plus près de la

valeur d'étalonnage. À cette tension, les utilisateurs ont besoin de connaître l'incertitude sur l'éclairage énergétique. Dans ce cas, la droite d'étalonnage est utilisée de manière inverse :

$$Q_p = \frac{R_p - b}{a} \quad \text{avec} \quad Q_p = 2,5 \text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}.$$

Les sources d'incertitude sont l'incertitude associée à  $R_p$  et l'incertitude associée à la droite d'étalonnage. L'incertitude est calculée en utilisant la formule de propagation des incertitudes et en supposant les sources d'incertitudes indépendantes [12] :

$$u^2(Q_p) = \frac{Q_p^2 u^2(a) + u^2(b) + 2Q_p u(a, b)}{a^2}.$$

Remarque : la méthode des GLS est symétrique dans le sens où la régression  $R = f(Q)$  est équivalente à la régression  $Q = f^{-1}(R)$ . Ainsi, l'utilisation inverse de la droite d'étalonnage ne génère pas une source d'incertitude supplémentaire comme c'est le cas dans le cas de la méthode OLS.

## 4. Exemple d'application des calculs d'étalonnage

Cette partie présente un exemple d'étalonnage du radiomètre utilisé pour la mesure de l'éclairage énergétique au quel est soumis l'échantillon lors d'un essai de comportement au feu. La figure 7 reproduit la droite d'étalonnage obtenue. L'étalonnage du radiomètre est réalisé conformément à la procédure décrite dans la norme NF X 10-702-1. Il concerne premièrement la qualification du calorimètre de référence, puis l'étalonnage du radiomètre à l'aide de ce calorimètre. Les résultats numériques obtenus sont les suivants :

### Facteur $Z$ du calorimètre :

	valeur exprimée en $\text{J}\cdot\text{cm}^{-2}\cdot\text{mV}^{-1}$
$Z$	27,11
$u(Z)$	0,48
$U(Z)$	0,95

### Éclairage énergétique étalon :

	Point 1	Point 2	Point 3	Point 4
$c_i$	0,081 51	0,088 13	0,094 36	0,101 41
$u(c_i)$	0,000 19	0,000 28	0,000 31	0,000 33
$Q_i$ (en $\text{W}\cdot\text{cm}^{-2}$ )	2,210	2,389	2,558	2,749
$u(Q_i)$	0,039	0,043	0,046	0,049
$U(Q_i)(k = 2)$	0,08	0,09	0,09	0,10

### Radiomètre :

$R_p$ (en mV)	7,506	8,021	8,434	8,903
$u(R)$	0,005	0,005	0,005	0,005
$U(R)(k = 2)$	0,01	0,01	0,01	0,01

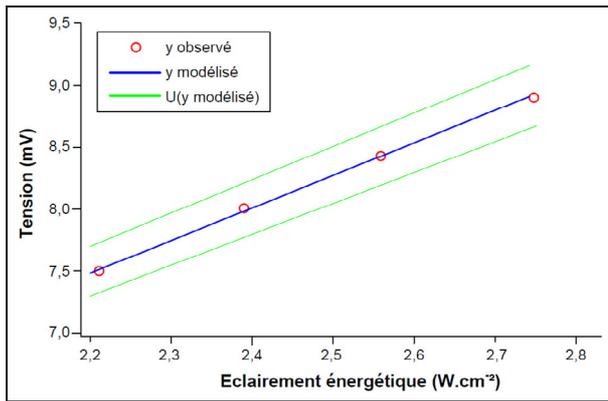


Fig. 7. – Exemple d'étalonnage de radiomètres : points d'étalonnage, droite de régression et hyperboles associées.

**Droite d'étalonnage du radiomètre :**

$$R = aQ + b.$$

Les paramètres GLS de la droite d'étalonnage sont :

<i>a</i>	2,591 69
<i>u(a)</i>	0,090 53
<i>b</i>	1,793 48
<i>u(b)</i>	0,190 36
<i>r</i> (Ratio de Birge)	0,970 22

**Modélisation de la tension de sortie du radiomètre pour un éclairage de 2,5 W·cm<sup>-2</sup> :**

Le tableau suivant donne les valeurs de la tension correspondant à différentes valeurs d'éclairage énergétique *Q* et intégrant l'incertitude sur la droite d'étalonnage. Pour *Q* = 2,5 W·cm<sup>-2</sup>, le résultat arrondi par excès est : *R* = (8,28 ± 0,23) mV.

	Point 1	Point 2	Cible	Point 3	Point 4
<i>Q</i> (W·cm <sup>-2</sup> )	2,21	2,30	<b>2,50</b>	2,70	2,75
<i>R</i> (mV)	7,520 7	7,754 4	<b>8,272 7</b>	8,791 0	8,920 6
<i>u(R)</i>	0,100	0,103 9	<b>0,112 6</b>	0,123 4	0,126 3
<i>U(R)</i>	0,20	0,21	<b>0,23</b>	0,25	0,26

**Éclairage énergétique *Q* à la tension *R* = 8,28 mV :**

Cet éclairage énergétique est déterminé en inversant la droite d'étalonnage. La valeur trouvée est *Q* = 2,502 8 W·cm<sup>-2</sup>. L'incertitude type associée à *Q*, en considérant une incertitude type sur *R* de 0,01 mV, est *u(Q)* = 0,043 7 W·cm<sup>-2</sup>.

En conclusion, pour un réglage de *R* = 8,28 mV avec *U(R)* = 0,02 mV, la valeur de *Q* est de (2,500 ± 0,087) W·cm<sup>-2</sup>. Cette valeur est conforme aux tolérances spécifiées *a priori* par la norme : (2,5 ± 0,2) W·cm<sup>-2</sup>.

**5. Perspectives**

La chaîne de raccordement calorimètre – radiomètre est ancienne. Elle suppose une connaissance parfaite de la géométrie du calorimètre de référence et du matériau qui le compose. En outre, elle suppose que l'éclairage énergétique reçu par le calorimètre et par le radiomètre est purement radiatif ou, du moins, que la convection est négligée devant le rayonnement incident et que les pertes de chaleur sont négligeables.

Ces approximations restent possibles lors d'une utilisation comparative ou pour les étalonnages de dispositifs de mesure identiques. Néanmoins, il convient de s'interroger sur la justesse de la mesure d'éclairage énergétique.

Les développements récents des normes sur la flux-métrie dans les essais de comportement au feu [13–16] devraient à terme permettre d'éliminer cet artefact matériel constitué par le calorimètre de référence et d'améliorer en outre la justesse de la mesure. Des essais interlaboratoires [17, 18] ont d'ores et déjà montré les avantages de ces nouvelles méthodes, pour lesquelles l'éclairage énergétique est raccordé aux références de température [19].

**Références**

- [1] Norme NF X 10-702-1, 1995, « Méthodes d'essai au feu – Détermination de l'opacité des fumées en atmosphère non renouvelée – Partie 1 : description du dispositif d'essai et méthode de vérification et de réglage du dispositif d'essai ».
- [2] ISO/IEC, Guide 98-3, 1995 "Uncertainty of measurement – Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement" (GUM).
- [3] Norme ASTM E662, 2013, "Standard test method for specific optical density of smoke generated by solid materials".
- [4] FILTZ J.-R., LIÈVRE M., VALIN T., LEMONNIER D. et BLAY D., "A vacuum blackbody cavity for radiometric calibration of Gardon Gauges", *Congrès international de métrologie*, 2001, Saint Louis, France.
- [5] OLSSOL S., "Calibration of radiant heat fluxmeters – The development of a water cooled aperture for use with black body cavities. Nordtest Project 873 90", SP Report 1991:58, National Testing and Research Institute SP, Suède, 1992.
- [6] GENTILE T.T., HOUSON J.M., HARDI J.E.s, CROMER C.L. et PARR A.C., The NIST high accuracy cryogenic radiometer, *Appl. Opt.*, **35**, 1996, 1056-1068.
- [7] FILTZ J.R., LIÈVRE M., VALIN T., HAMEURY J., WETTERLUND I., PERSSON B., ANDERSSON P., JANSSON R., LEMAIRE T., ÖHLIN M. et MYLLYMÄKI J., "Improving heat fluxmeter calibration for fire testing laboratories (HFCAL). Final report", SMT4-CT98-2266, 2002.
- [8] Inspection report 4-5803, "Rate of rise calorimeter serial Nr 19282", 28 février 1992.

- [9] CRC Handbook of Chemistry and Physics, 68th edition, 1987–1988 – CRC Press.
- [10] HAY B., HAMEURY J., FLEURENCE N., LACIPIERE P., GRELARD M., SCOARNEC V. et DAVÉE G. “New facilities for the measurements of high-temperature thermophysical properties at LNE”, *Int. J. Thermophys.*, 2013, 1-13.
- [11] Norme NF EN 60584-1, 1996, « Couples thermoélectriques – Partie 1 : tables de référence ».
- [12] YARDIN C., « Estimer la droite d'étalonnage avec les moindres carrés généralisés et calculer le résultat de mesure », *Revue française de métrologie*, **31**, 2013, 21-39.
- [13] Norme ISO 14934-1:2010, “Fire tests – Calibration and use of heat flux meters – Part 1: General principles”, ICS 13.220.50/13.220.40.
- [14] Norme ISO 14934-2:2006, “Fire tests – Calibration and use of heat flux meters – Part 2: Primary calibration methods”, ICS 13.220.50/13.220.40.
- [15] Norme ISO 14934-3:2006. “Fire tests – Calibration and use of heat flux meters – Part 3: Secondary calibration method”, ICS 13.220.50/13.220.40.
- [16] “Fire tests – Calibration of heat flux meters – Part 4: Guidance on the use of heat flux meters in fire tests”, Rapport technique ISO/TS 14934-4:2007, ICS 13.220.40/13.220.50.
- [17] PITTS W.M., MURTHY A.V., DE RIS J.-L., FILTZ J.-R., NYGÅRD K., SMITH D. et WETTERLUND I., “Round-robin study of total heat flux gauge calibration at fire laboratories”, *Fire Saf. J.*, **41**, 2006, 459-475.
- [18] PITTS W.M., MURTHY A.V., DE RIS J.-L., FILTZ J.-R., NYGÅRD K., SMITH D. et WETTERLUND I., “Round robin study of total heat flux gauge calibration at fire laboratories”, NIST Special Publication, 1031, Gaithersburg, MD, État-Unis d'Amérique, 2004.
- [19] MURTHY A.V. et TSAI B.K., “Transfer calibration of heat flux sensors at NIST”, *ASME National Heat Transfer Conference, Heat Transfer Division (HTD) Publication*, **345**, 1997, 81-88.

---

Article reçu le 31 janvier 2011, version révisée reçue le 13 septembre 2013.