

CALCUL D'INCERTITUDE APPLIQUE AU CALORIMETRE ET AUX RADIOMETRES PRIMAIRES DECRITS DANS LES NORMES NF X 10-702-1 ET ASTM E 662 :2003

Eric GUILLAUME¹, Franck DIDIEUX (LNE/CEMATE/DCAF), Catherine YARDIN, LNE/DQ/SCI,
Laboratoire National de métrologie et d'Essais,
1 rue Gaston Boissier,
75724 Paris cedex 15 - FRANCE

Abstract

La norme NF X 10-702-1 : détermination de l'opacité des fumées en atmosphère contrôlée (novembre 1995), définit le matériel d'essai, et les opérations à mettre en œuvre en vue de sa maîtrise métrologique. Notamment, la densité de flux à laquelle un échantillon est exposé lors d'un essai, doit être réglée à l'aide d'un radiomètre.

Lorsqu'il s'agit d'un radiomètre primaire, celui-ci doit être raccordé au calorimètre de référence détenu par le LNE, tel que défini dans la norme.

Cet étalonnage relie la densité de flux mesurée par le calorimètre à la tension de sortie du radiomètre soumis aux mêmes conditions, en quatre points encadrant la densité de flux nominale. Une droite d'étalonnage est alors établie par régression linéaire.

L'objectif du travail réalisé est d'évaluer les incertitudes liées à cet étalonnage. Il comprend les étapes suivantes : caractérisation des grandeurs d'entrée et de leur incertitude, détermination des incertitudes associées au paramètre Z – caractéristique du calorimètre – et à la modélisation par la droite d'étalonnage, et enfin, détermination des incertitudes sur la densité de flux pour une tension de sortie de radiomètre donnée, et vice versa.

Ce travail a permis d'améliorer la qualité globale des étalonnages, par la quantification et la maîtrise des incertitudes, et l'apport de données complémentaires accroissant leur champ d'application.

The standard NF X 10-702-1 : Determination of the opacity of the fumes in an atmosphere without air renewal (November 1995) defines the test apparatus, and the operations to be carried out, in order to ensure the metrological mastery. In particular, the irradiance which a sample is exposed to during a test, must be adjusted using a radiometer.

A primary radiometer must be calibrated against the reference calorimeter held by LNE, as defined in the standard.

This calibration links the irradiance measured by the calorimeter to the output tension of the radiometer under the same conditions, in four points surrounding the nominal irradiance. Then, a best straight-line is drawn.

The aim of the carried out work is to evaluate uncertainties due to this calibration. It includes the following steps : characterization of the input quantities and their uncertainty, determination of the uncertainties linked to the Z parameter – characteristic of the calorimeter – and to the modelling through the calibration regression, and at last, determination of the uncertainties on the irradiance for a given output tension of the radiometer, and vice versa.

This work allowed to globally improve the quality of calibrations, through the quantization and mastery of uncertainties, and by supplying complementary data increasing their field of application.

Contexte

Référence : norme NF X 10-702-1 ^[1] "Détermination de l'opacité des fumées en atmosphère non renouvelée".

Cet essai est la version française de l'essai décrit dans la norme ASTM E662 de 2003 ^[2] (Essai dit de la « chambre à fumée »). Il consiste à exposer un échantillon de matériau à une sollicitation thermique (Image 1), et à mesurer l'accumulation des fumées alors dégagées par le matériau dans l'enceinte d'essai.

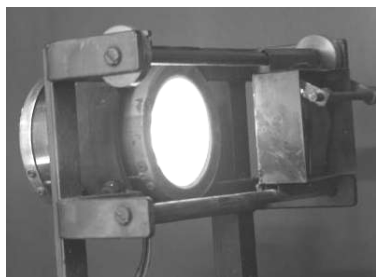


Image 1 : Echantillon en position d'essai face au four de la chambre à fumée

Dans cet essai, le flux énergétique rayonné par le four a une densité moyenne de $(2,5 \pm 0,2 \text{ W}) \text{ cm}^{-2}$ (NF X 10-702-1, page 7) à la position de l'échantillon soumis à essai. Cette valeur de densité de flux est assurée par réglage itératif du four de la chambre à fumée, et indirectement mesurée à l'aide d'un radiomètre primaire à refroidissement par air. Ce radiomètre est lui-même raccordé au calorimètre de référence.

Le calorimètre

Le calorimètre (Image 2) utilisé pour la mesure de la densité de flux 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 de l'organe de mesure. Ce dernier est composé d'un disque de cuivre de forme et de dimensions normalisées, recouvert sur sa face exposée d'une peinture noire de coefficient d'absorption normalisé. 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 afin d'en mesurer la température.

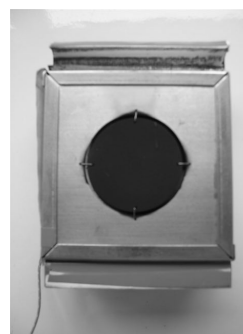


Image 2 : calorimètre – vue de face

¹ Contact : eric.guillaume@lne.fr

Ce calorimètre est la référence nationale pour l'étalonnage des radiomètres primaires de la chambre à fumée.

Le radiomètre primaire

Le radiomètre primaire (Image 3) est composé d'un élément de cuivre de dimensions normalisées, recouvert d'une peinture noire de coefficient d'absorption normalisé. Cet élément de cuivre est refroidi par air sur sa face arrière, à l'aide d'un radiateur de dissipation. La surface exposée au flux incident, 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.

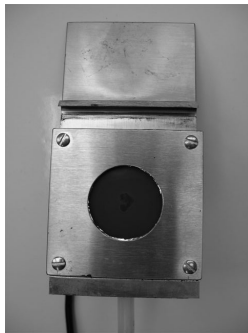


Image 3 : Radiomètre primaire – vue de face

Etalonnage du radiomètre

L'étalonnage du radiomètre est décrit dans l'annexe C de la norme NF X 10-702-1. Après s'être assuré de l'alignement du four sur son châssis à l'aide d'un gabarit approprié, il consiste à :

- régler la valeur de consigne du four à une tension V_1 telle que $90 \text{ V} < V_1 < 95 \text{ V}$
- placer le radiomètre primaire en lieu et place d'un échantillon et, après atteinte de l'équilibre thermique du

radiomètre à $(93 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C})$, enregistrer la tension de sortie r_1 (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 R_1 (mV) du calorimètre au cours du temps.
- La valeur de l'éclairement énergétique reçu pour la valeur de consigne V_1 est alors donnée par la relation :

$$\frac{dQ}{dt} = Z \frac{dR}{dt}$$

avec :

dQ/dt : quantité de chaleur reçue par centimètre carré et par unité de temps (en W.cm^{-2})

dR/dt : pente de l'élévation au cours du temps de la tension de sortie du calorimètre, lorsqu'il est présenté devant le four (en mV.s^{-1})

Z : facteur de conversion du calorimètre ($\text{J.mV}^{-1}.\text{cm}^{-2}$)

Cette opération est réalisée 4 fois : les tensions de réglage du four V_1, V_2, V_3 et V_4 correspondent à des éclaircissements énergétiques qui se situent deux à deux de part et d'autre de la valeur nominale de $2,5 \text{ W.cm}^{-2}$, et l'on obtient les quatre réponses du radiomètre primaire r_1, r_2, r_3 et r_4 , ainsi que les variations au cours du temps de la tension de sortie du calorimètre correspondantes.

L'ensemble de ces données permet alors de déterminer par interpolation la valeur d'étalonnage r_e (mV) du radiomètre primaire, pour un éclaircissement énergétique de $2,5 \text{ W.cm}^{-2}$.

Facteur de conversion Z du calorimètre

Ce facteur permet la conversion de la réponse du calorimètre, en mV.s^{-1} , en densité de flux énergétique, en W.cm^{-2} . Le facteur de conversion Z du calorimètre est donné par :

$$Z = \frac{G_{cu}}{K}$$

avec :

G_{cu} = constante du disque de cuivre ($\text{J.cm}^{-2}.\text{K}^{-1}$)

K = constante de conversion du thermocouple (mV.K^{-1})

et

$$G_{cu} = \frac{mc}{as}$$

avec :

m = masse du disque de cuivre (g)

c = capacité thermique massique du cuivre ($\text{J.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$)

a = coefficient d'absorption de la peinture (sans dimension)

s = surface nette exposée (cm^2)

$$\text{d'où : } Z = \frac{mc}{asK}$$

Grandeurs d'entrée pour le paramètre Z

Les grandeurs d'entrée sont généralement estimées en utilisant les valeurs données dans la norme. Le calorimètre y est présenté au paragraphe B.7, page 23 et à la figure A.7, page 19.

Néanmoins, lorsque ces valeurs semblaient insuffisantes, d'autres sources ont été consultées et ces premières valeurs ont été corrigées.

Masse du disque de cuivre (m)

Dans la norme, aucune masse n'est indiquée pour le disque de cuivre. Le certificat du fournisseur joint au calorimètre^[3] en donne une valeur sans préciser d'incertitude : $m = 31,89 \text{ g}$

Paramètres :

L'incertitude élargie sur cette valeur est évaluée à 0,10 g.

Elle provient des facteurs suivants :

- Erreur de mesure initiale : la valeur étant donnée à 2 décimales près, on attend une incertitude élargie de l'ordre de 10^{-2} g . En envisageant 10^{-1} g , celle-ci est donc largement surestimée.
- « Usure » du disque de cuivre : a priori, le disque n'est soumis à aucune agression physique ; s'il y a perte de masse, elle est donc négligeable.

Loi utilisée :

Il est supposé une distribution uniforme des valeurs dans l'intervalle $(31,89 \pm 0,10)$ g.

Résultat de l'estimation :

La masse du disque est estimée à $(31,89 \pm 0,10)$ g avec une loi uniforme ($k=\sqrt{3}$), à 0,3 % près.

Capacité thermique massique à pression constante du cuivre (c)

Dans la norme, il est indiqué $c = 0,38 \text{ J.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$

Paramètres :

Cette grandeur dépend de la température et de la pureté du métal. La valeur indiquée dans la norme ($0,38 \text{ J.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$) est donnée sans préciser d'incertitude.

Il convient d'évaluer l'influence 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. De plus, une incertitude peut demeurer du fait de l'intervalle de température considéré (de 20 °C à 40 °C).

Toutes ces influences ne peuvent pas être évaluées directement. Différentes sources d'information indiquent les valeurs suivantes :

Source	Valeur
MatWeb (http://www.matweb.com)	$0,385 \text{ J.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$
CRC Handbook 68 th Edition ² [4]	entre 0,3851 et $0,3867 \text{ J.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$

Tableau 1 : Valeur de la capacité thermique du cuivre à pression constante (c) dans la littérature

Loi utilisée :

Pour l'évaluation de ce paramètre, et afin d'encadrer les valeurs rencontrées, il est supposé une variation de 0,38 à $0,39 \text{ J.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$ selon une loi uniforme.

Résultat de l'estimation :

La capacité thermique massique à pression constante du cuivre du calorimètre est estimée à $(0,385 \pm 0,005) \text{ J.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$ avec une distribution uniforme ($k=\sqrt{3}$), à 1,3 % près.

Coefficient d'absorption de la peinture (a)

La norme indique en page 23 : $0,96 \pm 0,02$.

Le coefficient d'absorption de la surface du calorimètre du laboratoire est déterminé par un étalonnage. La norme ne donne toutefois aucune précision quant au principe et à la méthode de mesure à employer. Compte tenu des conditions d'utilisation du calorimètre dans la chambre à fumée, c'est l'absorption totale

² Dans la référence citée, les valeurs sont données en $\text{cal.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (entre 0,092 et $0,0924 \text{ cal.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$). Le facteur de conversion utilisé est $4,1855 \text{ J.cal}^{-1}$.

La consultation des éditions plus récentes du CRC Handbook n'apporte pas d'information supplémentaire.

quasi-normale qui est choisie, déduite de la mesure du facteur de réflexion total quasi-normal hémisphérique.

Les résultats de cet étalonnage figurent dans le certificat d'étalonnage F013171 - CMI/4.

Résultat de l'estimation :

Le coefficient d'absorption de la surface peinte du calorimètre est estimée à $(0,97 \pm 0,03)$ avec une loi normale ($k=2$), à 3 % près.

La valeur moyenne 0,97 est inscrite dans les bornes de la tolérance fixée par la norme sur cette valeur. Mais l'incertitude associée à cette estimation est élevée comparée à ladite tolérance. Toutefois, d'avis d'expert, cette tolérance paraît difficilement tenable compte tenu des techniques d'étalonnage de pointe disponibles en l'état de l'art ; un amendement sera donc proposé à celle-ci.

Aussi, la valeur du coefficient d'absorption et son incertitude, déterminées lors de l'étalonnage, seront utilisées dans le calcul en lieu et place des valeurs figurant dans la norme.

Surface nette exposée (s)

La grandeur dépend du diamètre du disque de cuivre, et de la surface correspondant aux trous pratiqués dans le disque de cuivre aux fins de fixation dans le châssis en acier inoxydable.

Source	Valeur
Norme NF X 10-702-1 page 23	La surface nette exposée n'est pas détaillée. Le diamètre D du disque de cuivre est néanmoins fixé à 38,1 mm (non tolérancé, soit une tolérance implicite $U = 0,1 \text{ mm}$) Le diamètre d des trous de fixation n'est pas précisé dans la norme. (Ce diamètre est différent du diamètre des trous des thermocouples)
Mesure avec un pied à coulisse	D : \varnothing_{ext} en 2 points : (38,28 mm – 38,28 mm) et moyenné d : $\varnothing_{\text{trous}}$ extrêmement difficile à mesurer (1,00 mm environ) n : Nombre de trous (4)

Tableau 2 : Valeurs des diamètres caractéristiques pour le disque de cuivre du calorimètre

Le diamètre 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 sera donc utilisée dans le calcul.

La surface nette exposée est donnée par la formule :

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

L'incertitude sur la valeur de s dépend de l'incertitude sur les valeurs de D et d. Ces deux diamètres sont mesurés à l'aide d'un pied à coulisse. L'incertitude liée au pied à coulisse est $U = 0,02 \text{ mm}$ (Constat de vérification n°2 selon 672 C 0417).

Cette incertitude est affectée à la mesure du diamètre du disque D, en faisant l'hypothèse que les deux mesurages réalisés sont parfaitement corrélés :

$$U(D) = U = 0,02 \text{ mm}$$

Le mesurage du diamètre des trous est beaucoup plus difficile à réaliser. Celui-ci est réalisé en 1 point et l'incertitude associée est estimée à 5 % avec une loi uniforme.

$$U(d) = 5 \% = 0,05 \text{ mm}$$

Ainsi,

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

$$\begin{aligned} \text{D'où} \quad s &= 1147,748 \text{ mm}^2 \\ u(s) &= \mathbf{1,2 \text{ mm}^2} \end{aligned}$$

La surface exposée au flux de chaleur est estimée par $(1147,7 \pm 2,4) \text{ mm}^2$ ($k=2$), à 0,2 % près.

Le facteur d'incertitude prépondérant est celui lié à la mesure de D. Cette mesure et par suite la valeur de s sont associées à une loi normale.

Facteur de conversion du thermocouple (K)

Paramètres :

Le thermocouple délivre une tension, qui est convertie en température en utilisant un facteur de conversion dépendant du type du thermocouple. Le couple thermoélectrique utilisé est de type K. Le facteur de conversion est :

Source	Valeur
Norme NF X 10-702	0,04 mV.K ⁻¹ (recommandations)
CRC Handbook 68 th edition [4]	à 293 K (20 °C) : 0,80 mV à 313 K (40 °C) : 1,61 mV d'où : $K = \frac{(1,61 - 0,80)}{313 - 293} = 0,0405 \text{ mV.K}^{-1}$
NF EN 60584-1 [5]	Voir ci-dessous

Tableau 3 : Valeur du facteur de conversion du thermocouple K dans la littérature et les normes

La norme NF EN 60584-1 de février 1996 (qui remplace la norme NF C 42 - 321 référencée dans la norme NF X 10-702) donne les valeurs de référence pour un thermocouple de type K. Une modélisation mathématique y est décrite, qui permet d'établir les correspondances température-potential et potential-température.

Correspondance potentiel-température (0 °C à 1372 °C) :

$$E = b_0 + \sum_{i=1}^n b_i (t_{90})^i + c_0 \exp\left[c_1 (t_{90} - 126,9686)^2\right] \mu V$$

$$\begin{aligned} \text{avec:} \quad b_0 &= -1,760\,041\,368\,6 \times 10^1 \\ b_1 &= 3,892\,120\,497\,5 \times 10^1 \\ b_2 &= 1,855\,877\,003\,2 \times 10^{-2} \\ b_3 &= -9,945\,759\,287\,4 \times 10^{-5} \\ b_4 &= 3,184\,094\,571\,9 \times 10^{-7} \\ b_5 &= -5,607\,284\,488\,9 \times 10^{-10} \\ b_6 &= 5,607\,505\,905\,9 \times 10^{-13} \\ b_7 &= -3,202\,072\,000\,3 \times 10^{-16} \\ b_8 &= 9,715\,114\,715\,2 \times 10^{-20} \\ b_9 &= -1,210\,472\,127\,5 \times 10^{-23} \\ c_0 &= 1,185\,976 \times 10^2 \\ c_1 &= -1,183\,432 \times 10^{-4} \end{aligned}$$

Correspondance température-potential : $t_{90} = \sum_{i=1}^n d_i E^i \text{ °C}$

$$\begin{aligned} \text{avec:} \quad d_1 &= 2,508\,355 \times 10^{-2} \\ d_2 &= 7,860\,106 \times 10^{-8} \\ d_3 &= -2,503\,131 \times 10^{-10} \\ d_4 &= 8,315\,270 \times 10^{-14} \\ d_5 &= -1,228\,034 \times 10^{-17} \\ d_6 &= 9,804\,036 \times 10^{-22} \\ d_7 &= -4,413\,030 \times 10^{-26} \\ d_8 &= 1,057\,734 \times 10^{-30} \\ d_9 &= -1,052\,755 \times 10^{-35} \end{aligned} \quad \begin{aligned} \text{Erreur °C : Max.} &= 0,033 \\ \text{Min.} &= -0,047 \end{aligned}$$

Dans l'intervalle 20 à 40 °C, en estimant une erreur de $\pm 0,05 \text{ °C}$ (majoration de l'erreur maximum de la régression indiquée), on obtient :

Température (°C)		μV
20,00	19,95	796,1032894
	20,00	798,1196991
	20,05	800,1362063
40,00	39,95	1609,741854
	40,00	1611,791849
	40,05	1613,841914

Tableau 4 : Correspondance température tension pour un thermocouple K, autour de 20 °C et de 40 °C

En considérant la réponse du thermocouple comme quasi-linéaire sur le domaine considéré, la valeur de référence est :

$$\begin{aligned} K_{(40-20)} &= \frac{(1611,7918 - 798,1197)}{(313 - 293)} \frac{1}{1000} \\ &= 0,040683 \text{ mV.K}^{-1} \end{aligned}$$

Estimation de l'intervalle de confiance :

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 est estimée à (pour une différence de température théorique de 20 °C) :

$$\begin{aligned} K_{(40,05-19,95)} &= 0,04088693 \text{ mV.K}^{-1} \\ \text{Ecart} &= K_{(40-20)} - K_{(40,05-19,95)} = 0,0002033 \text{ mV.K}^{-1} \end{aligned}$$

De même, avec les autres extrêmes :

$$\begin{aligned} K_{(39,95-20,05)} &= 0,04048028 \text{ mV.K}^{-1} \\ \text{Ecart} &= K_{(40-20)} - K_{(39,95-20,05)} = -0,0002033 \text{ mV.K}^{-1} \end{aligned}$$

avec $k=2$ et selon une loi normale

Soit $K = (0,0407 \pm 0,0002) \text{ mV.K}^{-1}$ à 0,5 % près

Evaluation de la valeur et de l'incertitude sur Z

Calcul de la valeur de Z

Le calcul de la valeur de Z en utilisant les valeurs de la norme et les valeurs déterminées précédemment figure dans le tableau ci-dessous :

Grandeur	Valeur NF X 10-702-1	Valeur calculée
Masse du disque de cuivre (g)	-	31,89 ± 0,10
Capacité thermique du cuivre (J.g ⁻¹ .K ⁻¹)	0,38	0,385 ± 0,005
Coefficient d'absorption de la peinture (sans dimension)	0,96 ± 0,02	0,97 ± 0,03
Surface nette exposée (cm ²)	-	11,477 ± 0,024
Facteur de conversion du thermocouple (mV.K ⁻¹)	0,04	0,0407 ± 0,0002
Facteur de conversion du calorimètre Z (J.cm².mV⁻¹)	-	27,107159

Tableau 5 : Calcul de la valeur du facteur de conversion du calorimètre Z

Incertitude sur Z

Comme

- Z est un produit ou un quotient des grandeurs d'entrée,
- les grandeurs d'entrée ont été estimées de manière indépendante,

l'incertitude-type relative de Z est obtenue par la somme quadratique des incertitudes relatives des grandeurs d'entrée.

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

Le logiciel de calcul des incertitudes Wincert a été utilisé pour réaliser ce calcul. Les résultats sont repris dans les tableaux suivants :

Variable	m	C	a	S	K
Unité	g	J.g ⁻¹ .K ⁻¹	-	cm ²	mV.K ⁻¹
Valeur	3,19E+01	0,385	9,70E-01	1,15E+01	4,07E-02
u(Xi)	6,00E-02	2,89E-03	1,50E-02	1,20E-02	1,02E-04
Sensib. C(Xi)	8,50E-01	7,04E+01	-2,80E+01	-2,36E+00	-6,66E+02
C(Xi).u(Xi)	4,91E-02	2,03E-01	-4,19E-01	-2,83E-02	-6,77E-02
Poids	1,07%	18,37% (loi uniforme)	78,16% (loi normale)	0,36%	2,04%

Tableau 6 : Valeurs liées au calcul d'incertitude à l'aide du logiciel Wincert

Incertitude sur la réponse du radiomètre

Cette incertitude est évaluée en plusieurs étapes : calcul de l'incertitude sur l'éclairement énergétique puis calcul de l'incertitude sur la tension du radiomètre.

	Valeur	Incertitude-type	Incertitude Elargie U	
Z (J.cm ² .mV ⁻¹)	27,11	± 0,48	± 0,95	(k = 2)

Tableau 7 : Valeur de Z et incertitude associée, par calcul direct

Cette approche donne donc une valeur de Z de (27,11 ± 0,95) J.cm².mV⁻¹ pour k=2, soit une incertitude relative de 3,4 %.

La contribution principale à l'incertitude est la valeur du coefficient d'absorption. Elle représente près de 80 % de l'incertitude. En incluant l'incertitude sur la capacité thermique, près de 98 % de l'incertitude est prise en compte.

Calcul par simulation

La méthode de Monte-carlo (10 000 itérations) a été utilisée afin de comparer les résultats obtenus avec les précédents. Ce calcul a été réalisé en affectant une loi uniforme ou normale (k=2) à chaque variable, puis élargi avec k=2. Le calcul donne les résultats suivants :

Code	Unité	Valeur	Incertitude Elargie U	
Z	(J.cm ² .mV ⁻¹)	27,11	± 1,04	(k = 2)

Tableau 8 : Valeur de Z et incertitude associée, par la méthode de Monte-carlo

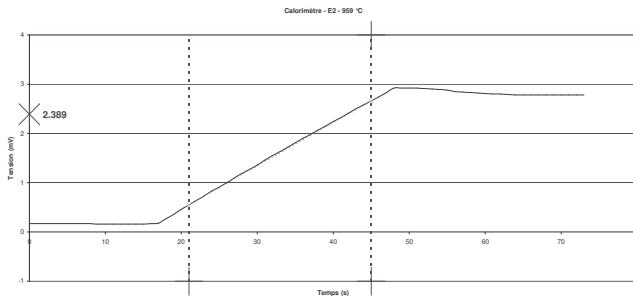
Cette approche donne donc une valeur de Z à (27,11 ± 1,04) J.cm².mV⁻¹ pour k = 2, soit une incertitude relative de 3,9 %. Cette valeur est du même ordre que l'estimation précédente, et égale à l'incertitude près.

Un exemple numérique est présenté en fin d'article.

Incertitude des éclairagements énergétiques étalons

L'étalonnage des radiomètres est pratiqué à quatre densités de flux énergétique (éclairage énergétique) Q_i encadrant la densité de flux recherchée ($Q = 2,5 \text{ W.cm}^{-2}$).

Chaque densité de flux est mesurée en substituant le calorimètre au radiomètre et en enregistrant sa tension de sortie dans le temps. La pente représentant la variation de la tension de sortie du calorimètre en fonction du temps est estimée à l'aide d'une régression linéaire.



Graphique 1 : Exemple d'acquisition de la tension de sortie du calorimètre en fonction du temps

Une densité de flux Q_i est donc obtenue par la formule :

$$Q_i = a_i \cdot Z$$

avec :

- Z : facteur de conversion du calorimètre.
 $Z = 27,11 \text{ J.cm}^{-2}.\text{mV}^{-1}$ (déterminé précédemment)
- a_i : pente issue de la régression linéaire de la tension de sortie du calorimètre en fonction du temps, en $\text{mV}.\text{s}^{-1}$.

Le mesurage est réalisé à l'aide d'une centrale d'acquisition vérifiée en temps et en tension. Son incertitude de justesse est très faible, et négligeable comparée aux autres sources d'incertitude. Par contre, sa répétabilité intervient dans la qualité de la régression linéaire ; elle est incluse dans l'incertitude de la pente a_i , $u(a_i)$.

L'incertitude sur une densité de flux Q_i provient donc de l'incertitude sur la valeur de Z et de l'incertitude sur la pente a_i

Comme ces facteurs ont été estimés de manière indépendante, l'incertitude relative sur Q_i est donnée par :

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

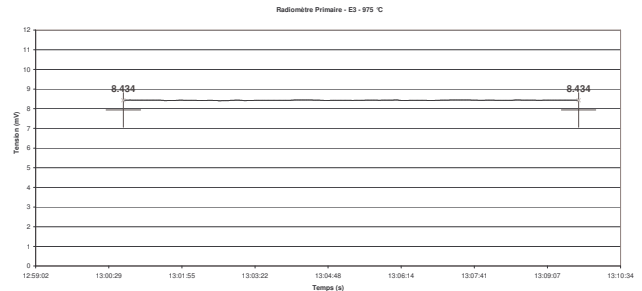
Cette incertitude est évaluée pour chaque densité de flux Q_i .

La pente a_i a une incertitude relative très faible (inférieure à 0,5%); l'incertitude sur un flux provient donc principalement du facteur Z .

En utilisant les résultats pour l'incertitude associée à Z , cette incertitude sur Q_i est de l'ordre de 1,8 % , soit $U = 3,6 \%$ (avec $k = 2$).

Incertitude sur les tensions modélisées du radiomètre

A chacune des quatre densités de flux Q_i , la tension de sortie délivrée par le radiomètre est mesurée à 0,01 mV près.



Graphique 2 : Exemple d'acquisition de la tension de sortie du radiomètre, en fonction du temps

L'étalonnage du radiomètre consiste à déterminer la courbe (fonction) qui relie sa tension de sortie à la densité de flux (Il serait plus approprié de parler de calibrage du radiomètre).

Cette courbe (fonction) d'étalonnage est une droite du type :

$$U_i = a \cdot Q_i + \beta$$

Où :

- U représente la tension de sortie du radiomètre à étalonner (en mV)
- Q représente la densité du flux incident, mesuré à l'aide du calorimètre (en W.cm^{-2})
- a et β sont respectivement la pente et l'ordonnée à l'origine de cette droite

Cette droite est estimée avec la méthode des moindres carrés ^[6] :

$$U = a \cdot Q + b \quad \text{et} \quad s(U) \quad (\text{écart-type de } U \text{ issu de la droite})$$

Il est alors possible de définir la tension « modélisée » moyenne : c'est la tension calculée avec la droite d'étalonnage à une densité de flux Q_p donnée

$$U_p = a \cdot Q_p + b$$

En utilisant les résultats issus de l'estimation, l'incertitude sur cette tension « modélisée » est donnée par :

$$u_{\text{régression}} = u(aQ_p + b) = u^2(a) \cdot Q_p^2 + u^2(b) + 2 \cdot Q_p \cdot u(a, b)$$

$$u_{\text{régression}} = s(U) \sqrt{\frac{1}{N} + \frac{(Q_p - \bar{Q})^2}{\sum (Q_i - \bar{Q})^2}}$$

avec :

- N : Nombre de points pour la régression (normalement, $N = 4$)
- Q_p : valeur de densité de flux pour laquelle on calcule la tension correspondante
- Q_i : valeurs de densité de flux utilisées pour la détermination de la régression (densité de flux déterminées à l'aide du calorimètre)

Cette incertitude-type varie avec la valeur de la densité de flux Q : elle est minimale au centre du domaine et maximale aux extrémités. Les densités de flux mesurées ont été choisies pour encadrer $Q = 2,5 \text{ W.cm}^{-2}$; l'incertitude sur U correspondant à cette densité de flux devrait de ce fait être minimisée.

Par ailleurs, cette incertitude-type est associée à une loi de Student ; l'incertitude élargie est donc obtenue par :

$$\Delta U_{\text{régression}} = t_{N-2, 97,5\%} \cdot u_{\text{régression}}$$

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.

A cette étape de l'étude, les valeurs possibles de tension associées à Q_p sont représentées par deux hyperboles $U \pm \Delta U_{\text{régression}}$ qui encadrent la droite d'étalonnage. Les hyperboles calculées ici sont celles correspondant à la prévision d'une valeur moyenne.

Néanmoins, ce calcul n'intègre pas l'incertitude sur les 4 densités de flux étalons. La méthode des moindres carrés suppose que la variable explicative, la densité de flux Q, est connue sans incertitude.

Incertitude totale sur la tension de sortie du radiomètre à $Q = 2,5 \text{ W.cm}^{-2}$

En pratique, la tension correspondant à la densité de flux de $2,5 \text{ W.cm}^{-2}$ est influencée par deux sources d'incertitude : la régression et l'incertitude sur la valeur $2,5 \text{ W.cm}^{-2}$. C'est le cas pour chaque tension modélisée obtenue avec un flux donné Q_p .

L'incertitude sur la valeur du flux Q_x est réintégrée dans l'incertitude de la tension « modélisée » en ajoutant le terme un $u_{U,Q}$:

$$u(U_t) = \sqrt{(u_{\text{régression}})^2 + (u_{U,Q})^2}$$

Cette incertitude $u_{U,Q}$ est déterminée en appliquant la loi de propagation des incertitudes à la droite d'étalonnage :

$$u_{U,Q} = a \cdot u(Q_p)$$

où $u(Q_p)$, non connue à $Q_p = 2,5 \text{ W.cm}^{-2}$, est estimée par l'incertitude maximale obtenue sur les N valeurs de flux dans la première phase de l'étalonnage :

Les termes de cette somme sont associés à deux lois différentes : le premier terme est associé à une loi de Student et le second à une loi normale. L'incertitude élargie pourrait donc être estimée avec la méthode de Monte Carlo qui propage des lois.

Mais, l'incertitude due au flux est très prépondérante ; l'incertitude élargie est donc calculée avec $k = 2$:

$$U(U_t) = 2 \cdot u(U_t)$$

L'incertitude sur la tension provient principalement du facteur Z du calorimètre ; elle-même déterminée par l'incertitude sur l'émissivité de la surface peinte du calorimètre. (réf : paragraphe « Coefficient d'absorption de la peinture (a) » de ce document).

Incertitude sur la densité de flux mesurée par le radiomètre à $2,5 \text{ W.cm}^{-2}$

Lors de son utilisation, le radiomètre délivre une tension de sortie, assortie d'une incertitude. Cet intervalle de valeurs correspond-t-il à la densité de flux requise par la norme, à savoir $(2,5 \pm 0,2) \text{ W.cm}^{-2}$?

L'incertitude sur une densité de flux interpolée $Q_{2,5 \text{ W.cm}^{-2}}$ est donnée par le renvoi de la valeur de U (déterminée précédemment) sur les limites de l'intervalle de confiance construit autour de la droite.

Ces limites sont définies ainsi :

$$\text{Limite supérieure: } U_t = (a \cdot Q_t + b) + 2 \cdot u(U_t)$$

$$\text{Limite inférieure: } U_t = (a \cdot Q_t + b) - 2 \cdot u(U_t)$$

En effet, dans la pratique, la valeur de la consigne du four est déterminée en fonction de la tension de sortie du radiomètre primaire, celle-ci devant être au plus près de la valeur d'étalonnage. A cette tension, les utilisateurs ont besoin de connaître l'incertitude sur leur densité de flux.

Exemple numérique

Une feuille Excel a été développée pour réaliser l'ensemble de ces calculs. Les résultats d'un étalonnage sont présentés ci-dessous, à titre d'exemple :

Facteur Z du calorimètre

Valeur ($\text{J.mV}^{-1}.\text{cm}^{-2}$)	
Z	27,11
u(Z)	0,48
U(Z)	0,95

Mesurages

<i>calorimètre</i>	Point 1	Point 2	Point 3	Point 4
ai	0.08151	0.08813	0.09436	0.10141
u(ai)	0.00019	0.00028	0.00031	0.00033
Qi (W/cm^2)	2.210	2.389	2.558	2.749
u(Qi) (W/cm^2)	0.039	0.043	0.046	0.049
U(Qi) (W/cm^2) (k=2)	3.54%	3.56%	3.57%	3.56%
	0.08	0.09	0.09	0.10
<i>radiomètre</i>				
U Signal mesuré (mV)	7.506	8.021	8.434	8.903
u(U) (mV)	0.005	0.005	0.005	0.005
U(U) (mV) (k=2)	0.01	0.01	0.01	0.01
	0.13%	0.12%	0.12%	0.11%

Tableau 9 : Exemple d'étalonnage – résultats des mesurages effectués

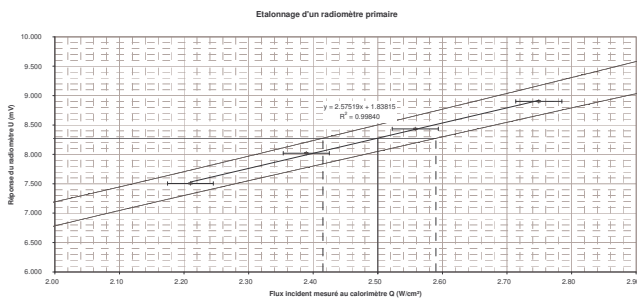
Droite d'étalonnage du radiomètre :

$$U = a.Q + b$$

a	2.575187	1.838154	b
u(a)	0.0729	0.1811	u(b)
r ²	0.9984	0.02914	s(y)
F Fisher	1248.0903	2	degrés de liberté
somme carrés expliqués	1.0599	0.0017	somme carrés résiduels
t de Student à 97.5 %	4,303		

**Tableau 10 : Exemple d'étalonnage
Calcul des paramètres de la droite de régression**

Tracé de la droite d'étalonnage :



**Graphique 3 : Exemple d'étalonnage – Points d'étalonnage,
droite de régression et hyperboles associées**

Interpolation pour 2,5 W.cm⁻²

Q (W/cm ²)	2.21	2.30	2.50	2.70	2.75
U (mV)	7.53	7.76	8.28	8.79	8.92
s(U) regression	0.024	0.019	0.015	0.022	0.025
s(U) issue de Q = a * u(Q)	0.10	0.11	0.11	0.12	0.13
Somme quadratique : s(U)	0.10	0.11	0.12	0.13	0.13
Incertitude élargie : U = 2.s(U)	0.21	0.21	0.23	0.25	0.26
UU (%)	2.8%	2.8%	2.8%	2.9%	2.9%

**Tableau 11 : Exemple d'étalonnage
Interpolation de valeurs caractéristiques**

Expression des résultats

Pour Q = 2,5 W.cm⁻², U = (8,28 ± 0,23) mV

Lecture graphique des hyperboles :

	Q (W.cm ⁻²)
Mini	2.415
Maxi	2.590

**Tableau 12 : Exemple d'étalonnage – Valeurs minimale et maximale
pour la densité de flux, par projection sur les hyperboles**

	Bornes pour 2,5 W.cm ⁻²	
Tolérance inférieure	-	0.085
Tolérance supérieure	+	0.090

**Tableau 13 : Exemple d'étalonnage – Tolérance inférieure et
supérieure résultantes, pour la densité de flux**

Pour un réglage de U = 8.28 mV à 0,01 mV près,
La valeur de Q est de (2.500 ± 0.090) W.cm⁻²

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] Norme ASTM E662 (2003) : Standard Test Method For Specific Optical Density of Smoke Generated by Solid Materials
- [3] Inspection report 4-5803 Rate of Rise Calorimeter Serial Nr 19282, 28 février 1992.
- [4] CRC Handbook of Chemistry and Physics, 68th edition (1987-1988) – CRC Press, ISBN 0-8493-0468-7
- [5] Norme NF EN 60584-1 (1996) : Couples thermoélectriques - Partie 1 : tables de référence
- [6] Statistiques appliquées à l'exploitation de mesures, 2^{nde} édition – Cetama, éditions MASSON 1986, ISBN 2-225-80488-5, pp 358-359