

**HIMERT\*\* : INDUSTRIAL CALIBRATION OF TYPE S, B AND C  
THERMOCOUPLES BY COMPARISON TO METAL –CARBON EUTECTIC  
CELLS : INTEREST AND PERSPECTIVES  
ETALONNAGE INDUSTRIEL DE COUPLES THERMOELECTRIQUES TYPE  
S, B ET C PAR COMPARAISON A DES CELLULES EUTECTIQUES METAL –  
CARBONE : INTERET ET PERSPECTIVE**

S. Fourrez<sup>1</sup>, G Bailleul<sup>1</sup>,  
R. Morice<sup>2</sup>, G. Machin<sup>3</sup>,

<sup>1</sup>THERMOCOAX SAS, BP 26, Planquivon, 61438, Flers Cedex, France

<sup>2</sup>Laboratoire National d'Essais, 1 rue Gaston Boissier, 75724, Paris, France

<sup>3</sup>National Physical Laboratory, Teddington, TW11 0LW, United Kingdom

### Résumé

Depuis de nombreuses années, les laboratoires d'étalonnages industriels réalisent dans le domaine des températures des étalonnages de capteurs de températures (thermomètres et thermocouples) par comparaison à des points fixes (gamme 0°C à 961.78°C) ou par comparaison à des capteurs de référence dans un milieu homogène et stable.

Alors que les incertitudes d'étalonnages par comparaison aux points fixes sont relativement faibles et donc suffisantes pour les besoins industriels, les incertitudes deviennent beaucoup plus importantes et par la même, pénalisantes dans le cadre des étalonnages par comparaison à haute température (> 1000°C).

Compte tenu des incertitudes liées au raccordement des capteurs étalons, il est très difficile voire impossible aujourd'hui pour les laboratoires de garantir la classe 1 pour les couples R et S et ce jusqu'à 1600°C. De même, l'étalonnage des couples thermoélectriques type C (Tungstène–Rhénium) n'est pas réalisable aujourd'hui jusqu'à 2000°C au niveau des laboratoires d'étalonnages industriels ou laboratoires accrédités.

Le développement et la mise en place dans le cadre du projet HIMERT\*\* de cellules points fixes réalisées à l'aide d'eutectiques Métal–Carbone devraient permettre de réduire de manière significative ces incertitudes et donc d'offrir aux laboratoires nationaux et aux laboratoires d'étalonnages industriels ou laboratoires accrédités, des moyens d'étalonnages appropriés. Les cellules Métal–Carbone peuvent également être mise en œuvre dans des fours corps noir. Ainsi ces cellules peuvent aussi être utilisées pour améliorer la traçabilité des mesures industrielles, notamment pour résoudre les problèmes de mesures pyrométriques liés à la pollution des fenêtres optiques.

### Abstract

For a long time temperature calibration laboratories have calibrated temperature sensors (resistance thermometers and thermocouples) by comparison to fixed point cells (between 0°C to 961.78°C) or by comparison to standard sensors in an homogenous and stable environment.

For the calibration by comparison to fixed point cells uncertainties are small enough and almost satisfy industrial needs. Uncertainties become more important for calibration by comparison at high temperature (>1000°C).

Due to the standard calibration uncertainties it is very difficult for calibration laboratories to guaranty class 1 for the type R and S thermocouples up to 1600°C. Moreover calibration of type C thermocouples (Tungsten-Rhenium) up to 2000°C can not be performed by industrial laboratories.

Metal-Carbon eutectic cells which will be developed during the HIMERT\*\* project, will help to reduce these uncertainties and at the same time will offer primary and industrial laboratories new calibration facilities. In addition Metal-Carbon eutectic cells can also be made into blackbody sources. These can be used to greatly improve traceability to industry and help difficult industrial measurement problems such as process control while viewing through continually contaminating windows

-----  
\*\* HIMERT : Novel Metal-Carbon Eutectic fixed points for Radiation Thermometry, Radiometry and Thermocouples (HIMERT) was accepted by the European Union (submitted under the Framework 5 Growth Programme) with a view to developing a unified European approach to these standards.

\* \* \*

Aujourd'hui l'étalonnage des couples thermoélectriques peut être réalisé selon deux méthodes reconnues et couramment utilisées aussi bien au niveau des laboratoires nationaux européens tel que le BNM-LNE pour la France ou au niveau des laboratoires industriels autrement appelés laboratoires accrédités en température (laboratoires d'étalonnage en température) accrédités par le COFRAC.

Ces deux méthodes sont :

- Etalonnage par comparaison à des points fixes de définition de l'Echelle Internationale de Température de 1990 (EIT90),
- Etalonnage par comparaison à un capteur étalon dans un milieu à température homogène et stable dont la température est établie par ce capteur.

Mais ces deux méthodes ont des limites dès lors que l'on souhaite étalonner des thermocouples de type S, B, R et C dans le haut de leur gamme d'utilisation.

Type de TC	Fils thermoélectriques	T max
S	Pt/ Pt-10%Rh	1 768.1°C
B	Pt-6%Rh / Pt-30%Rh	1820°C
R	Pt / Pt-13%Rh	1 768.1°C
C	W-5%Rhe / W-26%Rhe	2315°C

### Méthode 1 : Etalonnage par comparaison à des cellules points fixes :

L'échelle internationale de température est construite sur des points fixes jusqu'à 961.78°C (point de congélation de l'argent). Au delà de ce point, la température  $T_{90}$  est définie à partir d'un point fixe de définition au moyen de la loi de rayonnement de Planck. Au delà de cette température, l'étalonnage de couple thermoélectrique par cette méthode devient donc plus délicate et les incertitudes d'étalonnages croissent rapidement. Malgré tout, quelques points fixes ont été maintenus par les laboratoires afin de permettre ces étalonnages.

- Point de fusion de l'Or : 1064.18°C (méthode du fil ou mini-cellule),
- Point de fusion du Palladium : 1553.54°C (méthode du fil),

Ainsi, il est actuellement possible d'étalonner les thermocouples Platine (type S, B et R) par cette méthode avec les incertitudes typiques suivantes :

Au niveau du BNM-LNE :

Etat d'équilibre	Température EIT90	Incertitude d'étalonnage typique BNM-LNE
PC* de l'argent	961.78°C	+/-0.26°C
PF* de l'or	1064.18°C	+/- 0.4°C
PF du palladium	1553.54°C	+/- 0.7°C

\* (PF : point de fusion / PC : point de congélation)

Au niveau d'un laboratoire industriel tel que le laboratoire accrédité N°2-1384 THERMOCOAX, nous pouvons proposer :

Etat d'équilibre	Température EIT90	Incertitude d'étalonnage THX
PC de l'antimoine	630.62°C	+/-0.9°C
PC de l'argent	961.78°C	+/-1.1°C

Pour ce qui concerne l'étalonnage des thermocouples W/Rhe type C, la mise en œuvre de cette méthode est très délicate car, au cours de l'étalonnage, les couples de ce type doivent être maintenus sous atmosphère neutre ou sous vide.

Cela implique des conditions d'étalonnages moins précises et donc des niveaux d'incertitudes plus élevés.

Ainsi THERMOCOAX peut proposer :

Etat d'équilibre	Température EIT90	Incertitude d'étalonnage THX
PC de l'antimoine	630.62°C	+/- 4°C
PC de l'argent	961.78°C	+/- 5°C

### Méthode 2 : Etalonnage par comparaison à un capteur étalon dans un milieu à température homogène et stable dont la température est établie par ce capteur.

Le principal problème de cette méthode réside dans le raccordement du capteur étalon à l'échelle de température. En effet, ce capteur doit préalablement être raccordé et étalonné. Ceci est généralement réalisé par la méthode des points fixes afin de conserver des niveaux d'incertitudes les plus faibles possible.

Ainsi, avant même d'avoir réalisé un étalonnage à l'aide de ce couple étalon, nous sommes déjà assujettis à son incertitude de raccordement.

Cette incertitude de raccordement se répercute alors directement par la suite lors de l'établissement du bilan d'incertitude d'étalonnage.

Les incertitudes typiques obtenues sont alors les suivantes :

Pour les thermocouples de type S, R et B :

Domaine de mesure	Incertitude d'étalonnage BNM-LNE	Incertitude d'étalonnage laboratoire accrédité N°2-1384 THERMOCOAX
1000°C à 1100°C	+/-0.8°C	+/- 1.4°C
1100°C à 1200°C	+/- 1.0°C	+/-1.6°C
1200°C à 1300°C	+/- 1.0°C	+/- 2.1°C
1300°C à 1500°C	+/- 1.8°C	N/A

Pour les thermocouple W/Rhe - type C :

Domaine de mesure	Incertitude d'étalonnage BNM-LNE	Incertitude d'étalonnage THERMOCOAX
962°C à 2000°C	+/- 1.2°C à 4.4°C	+/- 5 à 10°C

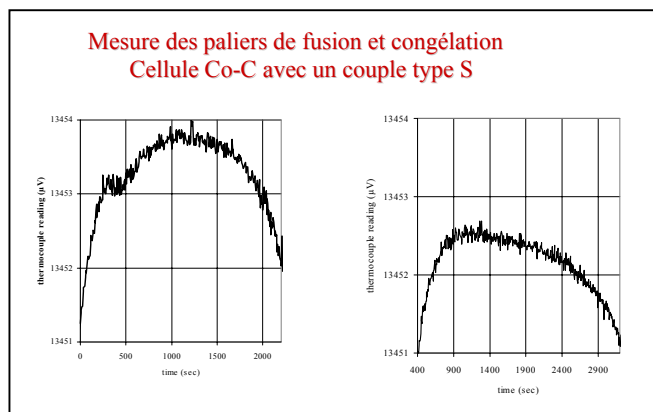
On visualise ainsi clairement l'effet du raccordement des capteurs étalons sur les meilleures incertitudes des laboratoires primaires et industriels.

L'objectif principal du projet HIMERT qui est le développement et la mise en place de nouveaux points fixes à plus haute température, doit permettre la réduction des incertitudes d'étalonnages jusqu'à 2000°C.

Ainsi sont actuellement à l'étude au sein du BNM-LNE pour la thermométrie de contact et dans le cadre de ce projet, les points eutectiques Métal-Carbone ci dessous. Les incertitudes pouvant raisonnablement être envisagées par THERMOCOAX pour l'étalonnage de couples thermoélectriques aux points fixes eutectiques sont de l'ordre de +/-1°C.

Etat d'équilibre	Température
C-Co	~ 1324°C
C-Ni	~ 1328°C
C-Pd	~ 1496°C
C-Pt	~ 1738°C
C-Ru	~ 1954°C

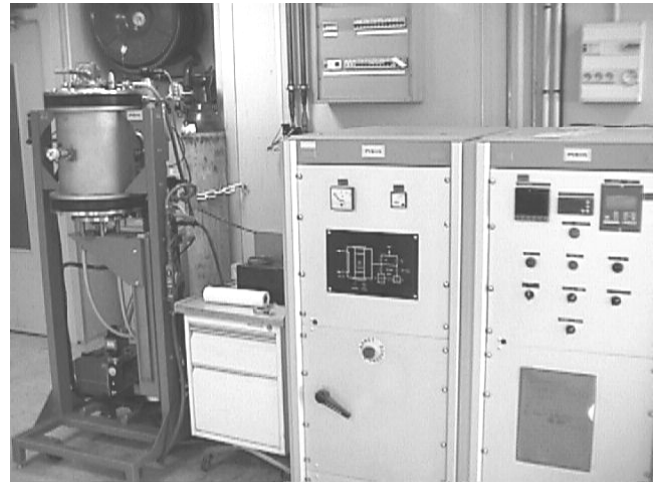
Ces eutectiques permettent alors l'obtention de paliers de fusion et de congélation très similaires à ce que l'on peut obtenir avec des métaux purs (Cf. courbe de congélation et de fusion de l'eutectique Co-C ci après).



Dans le même temps, THERMOCOAX prépare l'industrialisation de ces cellules (fabrication) et la mise en place de processus d'étalonnage industriels pour les couples de type S, B, R et C.

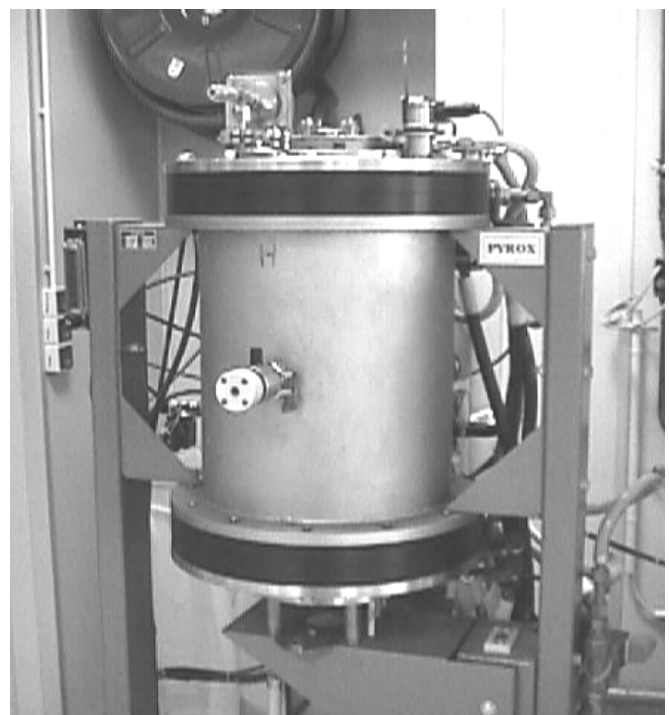
La fabrication des premières cellules C-Co qui est prévue d'ici à fin 2003 se fera à l'aide d'un four 2000°C et des dispositifs décrits ci-après. Cette activité se fera en partenariat avec le BNM-LNE dans le cadre du projet HIMERT.

*Vue d'ensemble du four de fusion :*

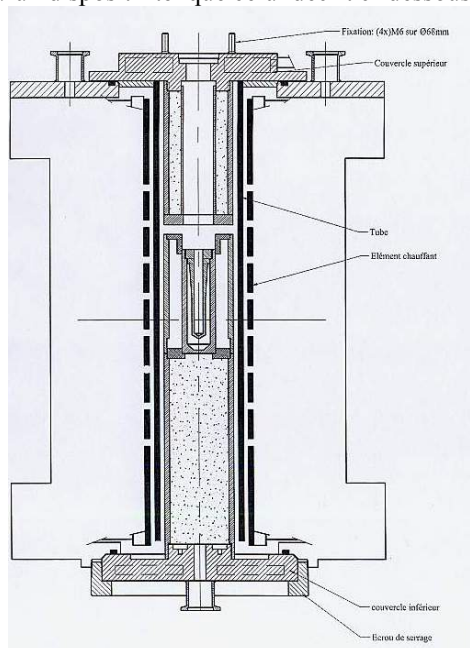


Un dispositif de fabrication des cellules est à l'étude au sein du Laboratoire d'étude de THERMOCOAX afin de réaliser la fusion des mélanges Métal-Carbone.

*Vue du four*



Une fois la procédure de fabrication établie, la caractérisation des cellules pourra être entreprise et les premiers étalonnages de thermocouples seront réalisés à l'aide d'un dispositif tel que celui décrit ci-dessous.



Les activités "caractérisation de cellules et définition du processus étalonnage" sont programmées jusqu'en 2004, phase finale du projet. Les aspects de reproductibilité, stabilité et vieillissement des cellules seront alors examinés.

L'amélioration de la traçabilité est aussi l'un des points importants pour l'activité thermométrie par radiométrie du projet HIMERT. Les points eutectiques métal-carbone devraient ainsi permettre de régler cet aspect. Au delà de 1000°C, l'échelle est disséminée par 2 méthodes.

La première méthode est mise en place à l'aide d'une lampe à filament de tungstène. Elle reste d'une mise en oeuvre délicate du fait de la fragilité à haute température du filament de tungstène (diamètre 1.5mm) et de sa température de radiance qui est fortement dépendante de la longueur d'onde. La deuxième méthode est réalisée à l'aide d'un thermomètre radiatif étalonné qui, même s'il est généralement stable, peut avoir tendance à dériver en cours d'étalonnage dans la mesure où certaines précautions ne sont pas prises.

L'intérêt principal de l'utilisation de cellules eutectiques métal carbone réside dans leur robustesse, leur faible dimensions, la plus grande largeur de fenêtre de mesure (par rapport à la lampe tungstène entre autre). La température du point est figée et invariable. Un industriel ou un laboratoire d'étalonnage pourra ainsi, à l'aide de plusieurs points fixes placés dans un four corps noir, étalonner des thermomètres radiatifs avec des incertitudes très proches de celles des laboratoires nationaux.

Finalement l'intérêt majeur de l'utilisation des cellules eutectiques Métal-Carbone est la sécurité de la traçabilité. En effet, si la lampe ou le thermomètre radiatif dérive en cours d'étalonnage, il sera très difficile de s'en rendre compte car cette dérive ne pourra être visualisée que lors du raccordement suivant.

Beaucoup de procédés industriels requièrent des atmosphères spécifiques ce qui nécessite une régulation par pyromètre à travers une fenêtre. Cette fenêtre étant en permanence sujet à des pollutions et des salissures du fait des procédés, cela entraîne des dérives dans le processus et, dans certains cas extrêmes, une perte du contrôle du processus. Par l'introduction d'une cellule point fixe haute température dans le dispositif, un auto-contrôle de la chaîne de mesure de température (thermomètre radiatif + fenêtre) est alors possible lors de la montée et/ou de la descente en température (fusion / congélation de la cellule). Un exemple d'application pourrait être la régulation de la température dans les procédés de fabrication des matériaux composites Carbone-Carbone. En effet ces procédés requièrent une maîtrise de plus en plus précise de la température si l'on veut réduire les rejets de fabrication qui sont beaucoup trop coûteux.

Le développement des cellules eutectiques Métal-Carbone devrait ainsi permettre aux laboratoires d'étalonnage en température la mise en place :

- d'un nouvel outil pour l'étalonnage (par thermométrie de contact et radiométrie) des thermocouples et capteurs de température jusqu'à 2000°C,
- d'offrir des niveaux d'incertitudes d'étalonnages et de mesures permettant de répondre aux exigences, attentes et besoins actuels et futurs des industriels et des laboratoires de recherche.
- d'offrir de nouveaux outils d'auto-contrôle pour certains procédés de fabrication à hautes températures.

#### **Acknowledgments / Remerciements :**

This project is part supported by the European Commission "GROWTH" Programme, Research Project "Novel high temperature metal-carbon eutectic fixed points for Radiation Thermometry, Radiometry and Thermocouples" (HIMERT), Contract number G6RD-CT-2000-00610.

Nous tenons de plus à remercier le LNE et le NPL pour leur aide à la rédaction de ce document.

-----

