

# OPTIMISATION DES PROCEDURES D'ETALONNAGE EN THERMOMETRIE

M. Megharfi, O. Beaumont, R. Morice, F. Soirat, J-O. Favreau  
BNM-LNE  
1 rue Gaston Boissier, 75724, Paris, France

## Résumé

Au BNM-LNE, les procédures d'étalonnage des thermomètres par comparaison permettent d'en évaluer la qualité métrologique. Les valeurs déterminées par le thermomètre étalonné sont comparées à celles affichées par un thermomètre étalon, les deux instruments étant placés dans un milieu caractérisé, stable et homogène en température. Le but est de déterminer la correction qu'il est nécessaire d'appliquer à la lecture du thermomètre étalonné et son incertitude associée. Les mesures supplémentaires effectuées par le BNM-LNE permettent aussi d'évaluer la stabilité et la reproductibilité au point de glace fondante ainsi que l'effet du changement d'immersion à la température maximale. L'analyse des résultats basée sur des critères préalablement définis, montre que dans de nombreux cas, ces procédures ne s'adaptent pas facilement à la qualité métrologique des thermomètres. Les mesures supplémentaires ne semblent donc pas toujours nécessaires ou utiles. L'étude simple des résultats d'étalonnage ne permet pas d'identifier facilement les thermomètres qui ne répondent pas aux critères définis. Cependant plusieurs options peuvent optimiser de telles procédures : établir de nouvelles composantes d'incertitudes, identifier les thermomètres qui satisfont aux critères et valider cette démarche par l'analyse des données recueillies au moyen d'outils statistiques. Cette publication expose les résultats obtenus.

## Abstract

At BNM-LNE, thermometer calibration procedures by comparison allow to evaluate their metrological quality. The values determined by the calibrated thermometer are compared to those obtained by standard thermometer, both instruments being placed in a characterized, stable and homogeneous bath or furnace. The goal is to determine the correction to be applied to the reading of the calibrated thermometer and its associated uncertainty. The supplementary measurements taken by BNM-LNE allow also to evaluate the stability, the reproducibility at ice melting point and the effect of the immersion change at the calibration maximum temperature. Analysis of the results based on beforehand definite criteria, shows that in many cases, these procedures don't adapt easily with the metrological quality of the thermometers. The supplementary measurements do not seem always necessary or useful. A simple study of the calibration results does not allow to identify easily the thermometers which do not verify the definite criteria. However several options can optimize such procedures: to establish new uncertainty components, to identify thermometers which satisfy the criteria and to validate this step by data analysis

collected with the statistical tools. This publication exposes the results obtained.

## 1. Introduction, généralités

### 1.1. La méthode d'étalonnage [1] [2]

Une procédure d'étalonnage des thermomètres industriels à résistance de platine consiste à répéter le procédé de mesure décrit ci-dessous :

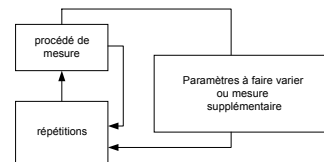


Figure 1 – Procédé de mesure

Le procédé de mesure, acte élémentaire à effectuer lors de la comparaison, consiste à relever l'indication du thermomètre étalonné et simultanément celle de l'étalon. Des paramètres convenablement choisis peuvent être modifiés entre les relevés, pour évaluer la qualité métrologique de l'instrument, selon la procédure suivante :

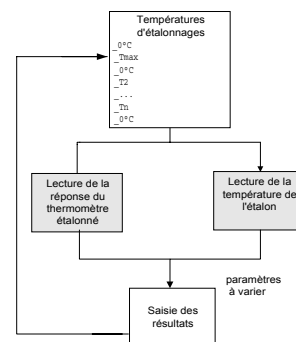


Figure 2 – Procédure d'étalonnage au BNM-LNE

Cette procédure est appliquée à tous les thermomètres à résistance de platine industriels sans tenir compte des caractéristiques identifiables de ces instruments.

## 1.2. Les niveaux d'incertitudes

Selon les moyens physiques mis en oeuvre, les incertitudes d'étalonnage par comparaison délivrées par le BNM-LNE sont de deux types :

- incertitudes courantes caractérisant des étalonnages effectués en adoptant des moyens de mesures électriques simplifiés (multimètres, résistances etc.), des générateurs de température sans dispositifs d'égalisation thermique et des protocoles associés. Les thermomètres étalons sont des sondes à résistance de platine étalonnés aux points fixes de l'EIT-90.

- meilleures incertitudes caractérisant les étalonnages effectués avec les meilleurs moyens de mesures électriques (pont comparateur de résistances, résistances à faible coefficient de température etc.), des générateurs de température munis de dispositifs d'égalisation thermique et des protocoles associés. Les thermomètres étalons sont également des thermomètres à résistance de platine étalonnés aux points fixes de l'EIT-90.

### 1.3. Les paramètres complémentaires à évaluer [3]

Les thermomètres à résistance de platine fonctionnent en tenant compte d'un certain nombre d'hypothèses :

- La composition du matériau formant l'élément sensible est stable dans le temps

Cela signifie que le thermomètre à résistance de platine est cyclé thermiquement, sa stabilité doit être évaluée lors de l'étalonnage.

- La relation liant la résistance du thermomètre à la température est connue

Cela signifie que cette résistance ne varie qu'en fonction de la température du milieu de comparaison. Cette hypothèse doit être vérifiée.

- L'élément sensible du thermomètre est isolé et localisé.

Cela signifie que la résistance du thermomètre est bien localisée, isolée thermiquement et électriquement. Cette hypothèse devra être vérifiée.

A partir de ces hypothèses, les principaux paramètres suivants d'un étalonnage peuvent être étudiés :

- stabilité de la résistance du thermomètre à résistance de platine au cours de l'étalonnage
- influence du courant de mesure
- influence du nombre de fils de liaison
- susceptibilité aux fuites thermiques.

## 1.4. Exemple : étalonnage d'un thermomètre à résistance de platine industriel entre 0 °C et 250 °C [4]

Le tableau n° 1 donne une synthèse des résultats de l'étalonnage. Le tableau n° 2 fournit des informations sur la stabilité du thermomètre, enfin le tableau 3 donne les résultats de l'étude de sa susceptibilité aux fuites thermiques.

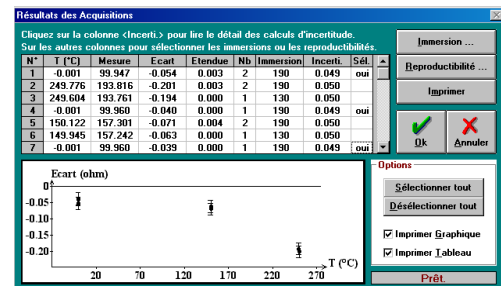


Tableau 1 – Synthèse des résultats d'étalonnage

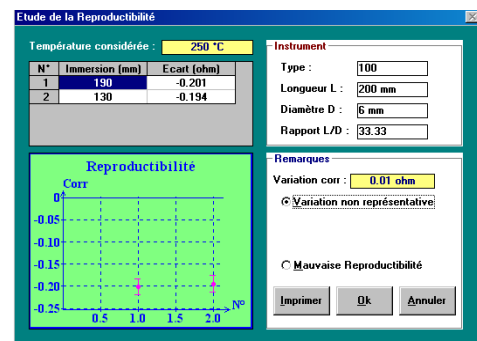


Tableau 2 - Résultats de la reproductibilité à 0 °C

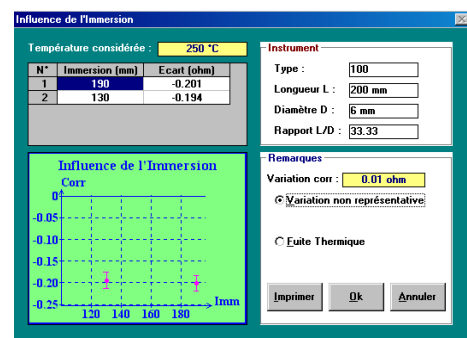


Tableau 3 - Résultats de l'étude de l'influence de l'immersion

## 2. But de l'étude et démarche adoptée

### 2.1. Présentation

Cette étude est basée sur l'analyse des étalonnages effectués et a pour but d'étudier la possibilité d'adapter le processus d'étalonnage du BNM-LNE en fonction des caractéristiques intrinsèques des thermomètres. En effet Les résultats obtenus à partir de mesures supplémentaires

ne contribuent pas au calcul d'incertitude aux températures d'étalonnages. Elles servent seulement à informer l'utilisateur de la qualité métrologique de son instrument. Or ces mesures supplémentaires, ces informations, sont-elles nécessaires et utiles ? Comment les procédures actuelles peuvent-elles être optimisées ?

## 2.2. choix et définition des critères [5]

Trois critères techniques ont été étudiés pour juger :

- de la stabilité des thermomètres au point de glace fondante au cours de l'étalonnage
- de la reproductibilité des thermomètres au point de glace fondante
- de l'effet des changements d'immersion à la température la plus élevée

Ces critères utilisent les incertitudes d'étalonnage obtenues pour l'instrument en étalonnage ou les meilleures incertitudes d'étalonnage pour le type d'instrument. L'incertitude d'étalonnage exprimée en un écart-type, correspond à l'incertitude associée à un résultat d'étalonnage pour une température donnée.

Les meilleures incertitudes d'étalonnage exprimées en un écart-type correspondent aux meilleures incertitudes d'étalonnage que peut délivrer le laboratoire. Elles ont été déterminées en considérant que le thermomètre à étalonner à la même qualité métrologique que le thermomètre étalon.

- Le critère de stabilité à 0 °C :

En comparant l'étendue maximale à 0 °C à l'incertitude d'étalonnage à 0 °C, on peut vérifier si la stabilité du thermomètre est significative par rapport à cette incertitude.

$\delta T_{\max 0^\circ C}$  est la variation maximale de la résistance du thermomètre à 0 °C, convertie en °C

Si  $\frac{\delta T_{\max 0^\circ C}}{2\sqrt{3}} \leq u_{\text{étalonnage}}(1\sigma)$  est vérifié, cela

signifie que l'étendue observée n'est pas significative au regard de l'incertitude d'étalonnage obtenue à 0 °C (généralement cette incertitude est la plus faible constatée). Le thermomètre n'a pas dérivé au cours de l'étalonnage.

- Le critère de reproductibilité à 0 °C :

En comparant l'étendue maximale à 0 °C aux meilleures incertitudes d'étalonnage, on pourra évaluer la reproductibilité du thermomètre par rapport à celle d'un thermomètre étalon.

Considérant  $u_{mi}$  comme la meilleure incertitude en  $1\sigma$  que le laboratoire peut délivrer pour les étalonnages par comparaison pour ce type d'instrument

Si  $\frac{\delta T_{\max 0^\circ C}}{2\sqrt{3}} \leq u_{mi}(1\sigma)$  est vérifié, cela signifie que

la reproductibilité à 0 °C du thermomètre étalonner n'est pas significativement différente de celle d'un étalon.

- Le critère de variation d'immersion :

Il est basé sur le même principe que pour celui du critère de stabilité.

Si  $\frac{\delta T_{\max immersion}}{2\sqrt{3}} \leq u_{\text{étalonnage}}(1\sigma)$  est vérifié,

cela signifie que l'étendue des mesures à la température maximale d'étalonnage pour deux immersions différentes n'est pas significative comparée à l'incertitude d'étalonnage à la température maximale. Le thermomètre étalonner n'est pas sensible aux fuites thermiques.

## 3. Analyse des résultats

Elle concerne une centaine de dispositifs étalonnés soit aux incertitudes courantes, soit meilleures incertitudes. Les caractéristiques des thermomètres à résistance de platine étudiés sont :

- Rapport longueur/ diamètre du capteur
- Valeur de la résistance à 0 °C ( tous les thermomètres à résistance de platine, objets de cette étude, sont des Pt100)
- Nombre de fils de connection (3 ou quatre fils pour les incertitudes courantes, 4 fils pour les meilleures incertitudes)
- Classe de tolérance ( généralement de classe A mais ce paramètre n'est pas toujours connu, il peut être établi à la fin de l'étalonnage)
- Nature de la gaine (les thermomètres étudiés ont une gaine métallique)

### 3.1. Résultats de l'analyse pour les thermomètres étalonnés aux Incertitudes courantes

#### 3.1.1. Synthèse globale

Une centaine de thermomètres ont été étalonnés aux incertitudes courantes puis les résultats analysés.

Stabilité	Reproductibilité	Variation d'immersion
%	%	%
93	83	86

Tableau 4 : Pourcentage de satisfaction des critères

- Le tableau ci-dessus met en évidence le fait que 93% des thermomètres à résistance de platine satisfont au critère de stabilité.
- 83% des thermomètres à résistance de platine satisfont au critère de reproductibilité. Parmi les 7% des thermomètres à résistance de platine qui ne satisfont pas au critère de stabilité, 83% satisfont au critère de reproductibilité. Il ne semble pas y avoir une corrélation entre la satisfaction à ces deux critères.
- Le pourcentage de satisfaction des critères de reproductibilité et de variation d'immersion sont très proches. L'analyse montre également que si certains

capteurs ne satisfont pas au critère de variation d'immersion, ils vérifient par contre le critère de reproductibilité. Il ne semble pas y avoir une corrélation entre la satisfaction à ces deux critères.

### **3.1.2. Effet du rapport longueur/diamètre**

Rapport Longueur/diamètre	Stabilité %	Reproductibilité %	Variation d'immersion %
<40	79	63	71
40-80	94	77	94
80-120	100	93	100

Tableau 5 : Pourcentage de satisfaction en fonction du rapport longueur/diamètre du capteur

- Les résultats montrent que les pourcentages de satisfaction des différents critères sont fonction du rapport longueur/diamètre du thermomètre à résistance de platine. En effet, plus le rapport longueur/diamètre du thermomètre à résistance de platine est élevé, plus les pourcentages de satisfaction augmentent.

### **3.1.3. Effet du nombre de fils de connection**

Montage électrique	Stabilité %	Reproductibilité %
3 fils	80	73
4 fils	95	85

Tableau 6 : Pourcentage de satisfaction des en fonction du montage électrique

- Le tableau 6 indique que les thermomètres montés en 4 fils sont plus stables et reproductibles que les thermomètres à résistance de platine montés en 3 fils.

Un résultat intéressant établi toutefois que 90% des thermomètres à résistance de platine qui ne satisfont pas au critère de stabilité, sont détectables en pratiquant seulement deux mesures à 0 °C (en début d'étalonnage et après la température maximale d'étalonnage). Un autre constat est que 80% des thermomètres à résistance de platine qui ne satisfont pas au critère de reproductibilité, sont détectables à la température maximale d'étalonnage, les 20% restants n'ayant pas pu être identifiés en fonction de leurs caractéristiques.

## **3.2. Résultats de l'analyse pour les thermomètres étalonnés aux meilleures Incertitudes**

### **3.2.1. Synthèse globale**

Une centaine thermomètres ont été étalonnés aux meilleures incertitudes puis les résultats analysés

Stabilité %	Reproductibilité %
91	97

Tableau 7 : pourcentage de satisfaction des critères

- Toutes les mesures sont effectuées à immersion constante. En effet, les deux thermomètres à comparer doivent être obligatoirement dans le dispositif d'égalisation thermique. Il n'est pas possible de procéder à plusieurs immersions.
- 91% des thermomètres satisfont au critère de stabilité.
- 97% des thermomètres satisfont au critère de reproductibilité. Notons que les thermomètres qui ne satisfont pas au critère de reproductibilité satisfont en revanche au critère de stabilité. Il ne semble pas y avoir de corrélation entre la satisfaction à ces deux critères.

### **3.2.2. Effet du rapport longueur/diamètre**

Longueur / diamètre	Stabilité à 0 °C %	Reproductibilité %
<40	93	90
40-80	100	100
80-120	87	98

Tableau 8 - Pourcentage de satisfaction des critères en fonction du rapport longueur/diamètre

- Les thermomètres dont le rapport longueur/diamètre est compris entre 40 et 80 satisfont aux critères dans 100% des cas. Notons que les thermomètres étalons appartiennent à cette catégorie.
- Les thermomètres qui ne satisfaisant pas aux critères semblent détectables par le rapport longueur/diamètre. Ce résultat devra être confirmé sur un échantillon plus important

## **4. Conclusion de l'étude**

Les résultats de l'étude effectuée apportent les conclusions suivantes :

- au moins 80% des thermomètres satisfont au critère de stabilité.
- au moins 60% des thermomètres satisfont aux critères de reproductibilité et de variation d'immersion.

- Les thermomètres étalonnés aux meilleures incertitudes apparaissent comme ayant une meilleure qualité métrologique que ceux étalonnés aux incertitudes courantes.

## **5. Conclusion générale et perspectives**

Deux solutions peuvent être retenues pour optimiser les procédures :

- Pour les thermomètres qui ne satisfont pas aux critères, il faut utiliser les mesures supplémentaires et tenir compte des informations obtenues. Dans ce cas, pour chaque température d'étalonnage, les incertitudes peuvent dégradées en intégrant une incertitude-type de stabilité et une, de reproductibilité au point de glace fondante.
- identifier les thermomètres dont les caractéristiques permettent de s'affranchir des mesures supplémentaires.
- Les thermomètres à résistance de platine, 100 Ohms à 0 °C, 4 fils, préalablement cyclés thermiquement ayant un rapport longueur/diamètre entre 40 et 80 vérifient les critères de stabilité et de reproductibilité. Pour ces thermomètres les mesures supplémentaires ne sont pas nécessaires. Il convient cependant d'effectuer une validation de ce résultat sur une population plus importante et mettre en place les moyens de vérification continue de cette hypothèse. Dans ce cas les thermomètres ayant les caractéristiques mentionnées ci-dessus, peuvent être étalonnés en gardant uniquement le dernier 0 °C par exemple.

Enfin, il serait intéressant d'utiliser la base de données constituée lors de cette étude pour identifier les thermomètres qui ne satisfont pas aux critères en utilisant des outils statistiques comme que l'ACP (Analyse en Composantes Principales) afin d'identifier les corrélations entre les différents critères.

## **6. Références**

[1] «Vocabulaire International des termes fondamentaux et généraux de Métrologie», VIM.

[2] «Métrologie pratique des températures : étalonnages», document de stage du LNE.

[3] «Exigences spécifiques de la CPA température», document COFRAC n° 2066. Révision 00 de juin 1999.

[4] «Expression of the Uncertainty of Measurement in Calibration», document EAL-R2.

[5] «Procédures spécifiques Thermométrie» documents internes