



M. EL GOURDOU

# L'amplificateur de température

## *The temperature amplifier*

Mohamed EL GOURDOU et Eliane RENAOT

Laboratoire commun de métrologie LNE-CNAM, LNE-INM, CNAM, 61 Rue du Landy, 93210 La Plaine Saint Denis, France, elgourdou@cnam.fr.

### Résumé

Pour les hautes températures (de 600 °C à 962 °C), les incertitudes d'étalonnage par comparaison des thermomètres à résistance de platine et des couples thermoélectriques sont limitées par l'instabilité et la répétabilité des thermomètres étalons et par le manque d'uniformité en température des volumes de travail des fours équipés de blocs de comparaison. Pour améliorer ces incertitudes, nous avons étudié la possibilité de connecter simultanément plusieurs caloducs, travaillant avec des fluides caloporteurs différents et contrôlés par le même système de régulation de pression. Le dispositif expérimental, appelé « amplificateur de température » est composé de deux caloducs remplis avec du sodium et de l'eau. Cet article fait le point sur ce travail qui a débouché sur un outil opérationnel et présente les incertitudes d'étalonnage associées.

**MOTS CLÉS :** CALODUC, AMPLIFICATEUR DE TEMPÉRATURE, CALODUC RÉGULÉ EN PRESSION, THERMOMÈTRE, THERMOCOUPLE, ÉTALONNAGE.

### Abstract

*At high temperatures (from 600 °C to 962 °C), the uncertainty of calibration by comparison of industrial platinum resistance thermometers and thermocouples is limited by the instability and the reliability of the standard platinum resistance thermometer and by the lack of uniformity of the temperature in the operating volumes of furnaces equipped with comparison blocks. To improve the performances of such calibrations by comparison, we studied the possibility to connect simultaneously several pressure-controlled heat-pipes filled with different working fluids to the same pressure control system. The experimental apparatus, called "temperature amplifier", is composed of two heat-pipes filled with Sodium and water. This paper is a progress report on this study and presents the relevant uncertainties.*

**KEY WORDS:** HEAT-PIPE, TEMPERATURE AMPLIFIER, GAS CONTROLLED HEAT-PIPE, THERMOMETER, THERMOCOUPLE, CALIBRATION.

### 1. Introduction

L'incertitude d'étalonnage par comparaison des thermomètres à résistance de platine et des couples thermoélectriques est limitée, dans le domaine de températures allant de 600 °C à 1 000 °C, par :

- l'instabilité et la répétabilité des thermomètres étalons à ce niveau de température ;
- le manque d'uniformité en température dans le volume de travail des fours équipés de blocs de comparaison.

Actuellement, les incertitudes d'étalonnage sont de 200 mK pour un thermomètre à résistance de platine adapté aux hautes températures, et de 350 mK pour un couple thermoélectrique de type S.

Pour accéder à une baisse significative de ces incertitudes, le LNE-INM a proposé dès la fin des années 1990 [1,2,3,4] un premier schéma d'amplificateur de température basé sur l'association de caloducs connectés sur le même système de régulation de pression mais travaillant avec des fluides caloporteurs différents. D'autres laboratoires se sont également intéressés à ce nouvel instrument, en particulier l'INRIM, laboratoire national italien [5,6,7].

### 2. Principe du caloduc

La théorie et le fonctionnement des caloducs ont fait l'objet de nombreuses publications [8,9,10,11,12]. Seuls les principes de base sont rappelés ici.

Un caloduc est une enceinte fermée, tapissée par une structure capillaire, qui contient un fluide à l'équilibre liquide-vapeur. A une extrémité (évaporateur) le liquide est évaporé, la vapeur se déplace vers l'autre extrémité

(condenseur) où elle se condense. Le condensat est drainé par la structure capillaire de la mèche jusqu'à l'évaporateur (fig. 1).

Les propriétés fondamentales des caloducs sont :

- une capacité de transfert thermique importante. Cette propriété a de nombreuses applications industrielles : refroidissement de composants électroniques, dégivrage de balises, refroidissement de satellites... ;
- une adaptation de densité de flux thermique entre deux sources de température et de surface très différentes ;
- une isothermicité : un caloduc en fonctionnement présente une zone centrale où existe une isothermicité axiale. C'est cette zone qui est utilisée en métrologie des températures pour la réalisation de fours isothermes.

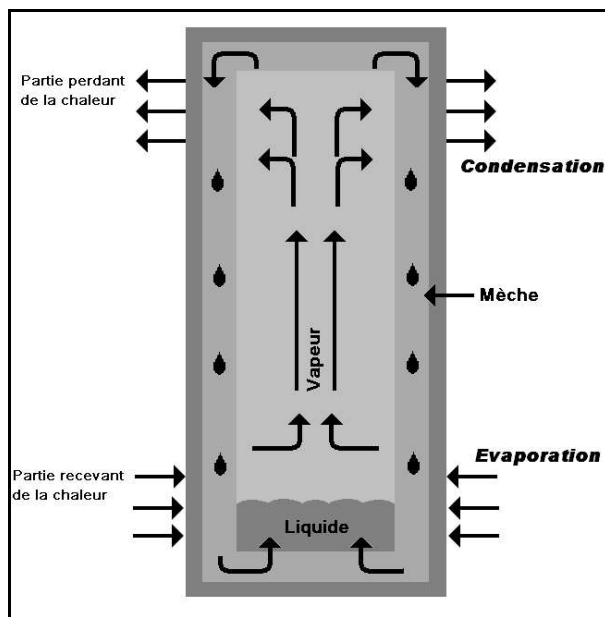


Fig. 1. – Principe du caloduc.

Un caloduc contrôlé en pression est constitué par un caloduc classique en communication avec un réservoir de gaz incondensable aux températures de fonctionnement du caloduc. Ce gaz permet de réguler la pression de vapeur saturante du caloporteur et, en conséquence, la température de la chambre isotherme.

Le fluide caloporteur utilisé dans le caloduc est choisi à partir des critères suivants :

- Le facteur de mérite  $M_c$  exprimé en  $W \cdot m^{-2}$  qui caractérise les performances du fluide caloporteur.

$$M_c = (\sigma \cdot \rho_l \cdot \lambda) / \mu_l, \text{ avec :}$$

avec :  $\sigma$ , tension superficielle du liquide ( $N \cdot m^{-1}$ ) ;

$\rho_l$ , masse volumique du liquide ( $kg \cdot m^{-3}$ ) ;

$\lambda$ , chaleur latente de vaporisation ( $J \cdot kg^{-1}$ ) ;

$\mu_l$ , viscosité dynamique du liquide ( $Pa \cdot s$ ).

- la gamme de températures accessible.

### 3. Principe de l'amplificateur de température

#### 3.1. Les caloducs BT et HT

Un schéma d'ensemble de l'amplificateur de température est présenté figure 2. Un caloduc « basses températures » (BT) et un caloduc « hautes températures » (HT) sont raccordés à un même système de régulation en pression. Dans notre cas, la gamme de pressions couverte s'étend de 0 Pa à 200 kPa. Pour une même pression de travail dans les deux caloducs, on obtient des températures différentes dans les volumes de travail en fonction des relations  $T = f(P)$  des fluides caloporteurs utilisés.

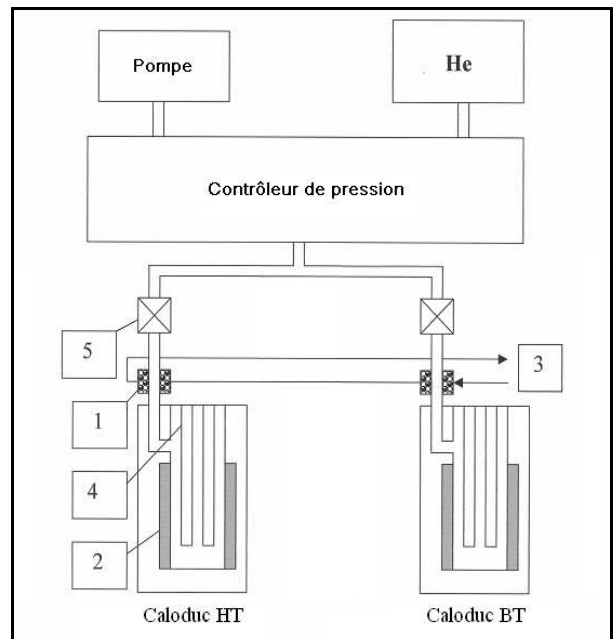


Fig. 2. – Schéma de l'amplificateur de température ;

1 : condenseur, 2 : résistance chauffante, 3 : circuit de refroidissement par eau des condenseurs, 4 : puits des thermomètres, 5 : vanne.

Pour chaque valeur de pression, la température  $T_{HT}$  dans le caloduc HT peut être associée à la température  $T_{BT}$  présente dans le caloduc BT. La relation  $T_{HT} = f(T_{BT})$ , une fois établie sur toute la gamme de pressions, permet d'étalonner un capteur de température à haute température par l'intermédiaire d'un thermomètre étalon placé à basse température (zone de bonne stabilité). L'incertitude d'étalonnage n'est ainsi plus affectée par la composante d'incertitude liée au défaut de reproductibilité des thermomètres étalons à haute température ; composante actuellement prépondérante dans le bilan d'incertitude.

Avant de mettre en œuvre ce nouveau concept, les performances de plusieurs fluides caloporteurs, ont été étudiées expérimentalement : sodium, potassium, césium pour le caloduc HT ; dodécane, méthanol, éthanol et eau pour le caloduc BT.

Compte tenu de la gamme de pressions accessible, le sodium est le fluide caloporteur qui présente la gamme

d'utilisation en température la plus élevée (de 799 °C à 970 °C). Pour des raisons de sécurité, le dodécane, qui est une huile silicone (de 190 °C à 250 °C), a semblé être, dans un premier temps, le fluide caloporteur le mieux adapté pour le caloduc BT.

Un premier amplificateur basé sur l'association d'un caloduc au sodium et d'un caloduc au dodécane a été construit et étudié. Cette étude n'a pas apporté de résultats satisfaisants. Les molécules de dodécane se modifiaient chimiquement lors des cyclages thermiques ce qui entraînait une dégradation rapide des caractéristiques thermiques du volume de travail, en particulier l'uniformité en température [13].

Nous nous sommes orientés vers un amplificateur de température « eau-sodium » qui conduit à des résultats satisfaisants à condition de prendre certaines précautions pour éviter qu'à aucun moment, les vapeurs d'eau et de sodium ne puissent se rencontrer.

Le tableau 1 donne le domaine de températures correspondant à chaque fluide caloporteur pour une gamme de pressions allant de 40 kPa à 200 kPa. La figure 3 présente les relations  $T = f(P)$  pour ces deux corps.

Tableau 1

Domaine de températures pour une gamme de pressions de 40 kPa à 200 kPa.

Fluide caloporteur	Domaine de températures
Eau	80 °C à 120 °C
Sodium	799 °C à 970 °C

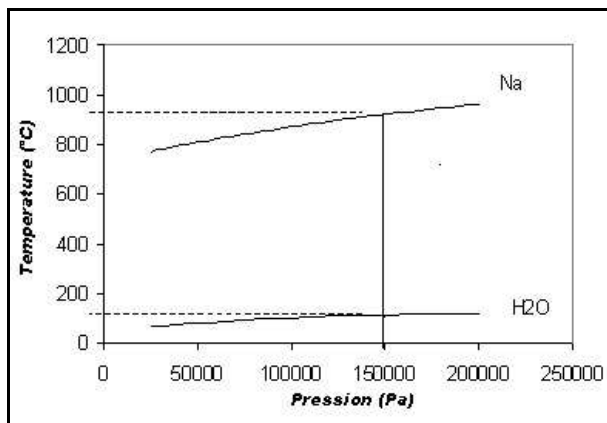


Fig. 3. – Relations  $T = f(P)$  pour le sodium et l'eau.

### 3.2. La régulation en pression

Le régulateur de pression utilisé initialement est un Druck DPI 510, la régulation se fait à partir de l'information délivrée par un capteur de pression. Le gaz utilisé pour contrôler la pression au sein des caloducs est de l'hélium. L'INRIM qui s'intéresse également au principe de l'amplificateur de température a développé son propre régulateur de pression utilisant comme donnée d'entrée une mesure de la température au sein du caloduc.

Dans le cadre d'une collaboration scientifique, les performances de cet appareil (référéncé IMGC-CNR) ont été comparées avec celles de notre régulateur Druck.

La figure 4 présente deux enregistrements de la température dans le volume de travail du caloduc à eau pendant une durée de 60 min à une pression de 70 kPa. Le premier enregistrement correspond à une régulation par l'intermédiaire du régulateur Druck. Le second enregistrement a été obtenu avec le régulateur IMGC-CNR.

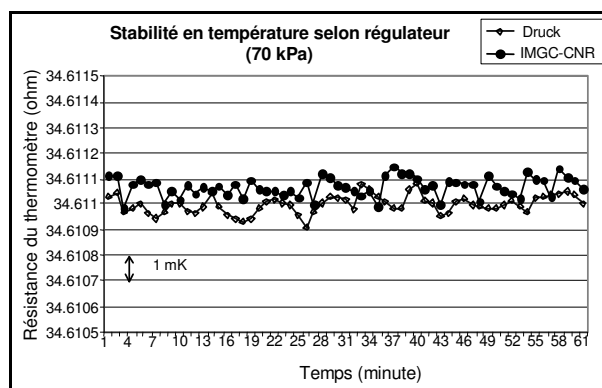


Fig. 4. – Stabilité en température selon le régulateur mis en œuvre.

Ces essais ont été réalisés à plusieurs pressions. On ne constate pas de différence significative entre les performances des deux instruments.



Fig. 5. – Vue d'ensemble du banc des caloducs incluant l'amplificateur de température.

La figure 5 présente une vue d'ensemble du banc de caloducs qui comprend six caloducs dédiés à des applications spécifiques différentes en métrologie des températures :

- réalisation des points fixes de l'aluminium (fluide caloporteur : césium) et de l'argent (fluide caloporteur sodium) par la méthode à flux constant ;
- réalisation des points fixes de l'aluminium et de l'argent par une méthode dite « quasi-adiabatique » (fluide caloporteur sodium) [14,15] ;
- étalonnage par comparaison de capteurs de température entre 650 °C et 800 °C (fluide caloporteur potassium) ;
- étalonnage par l'intermédiaire de l'amplificateur de température (caloducs HT et BT).

#### 4. Caractéristiques thermiques des volumes de travail

##### 4.1. Géométrie des volumes de travail

Le caloduc au sodium (fig. 6) est réalisé en Inconel. Son diamètre extérieur est 88 mm et sa longueur 600 mm. Il a été fabriqué par le *Joint Research Center (JRC)* d'ISPRA en Italie. Le volume de travail est constitué par quatre puits de mesure également en Inconel de diamètre intérieur 13 mm et de longueur 550 mm.

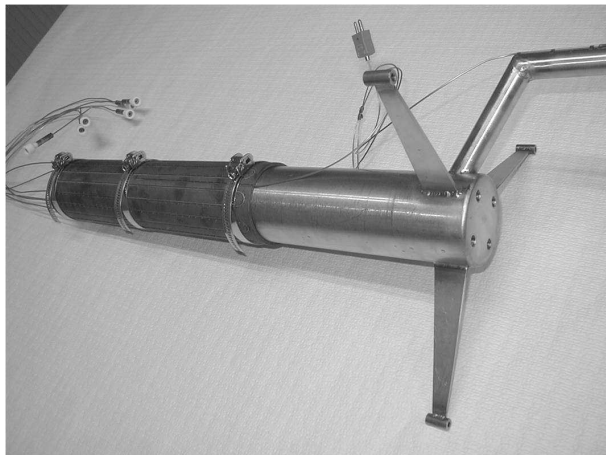


Fig. 6. – Caloduc au sodium.



Fig. 7. – Intérieur du caloduc expérimental.

La figure 7 présente l'intérieur d'un caloduc expérimental, qui peut contenir différents fluides caloporteurs, dont la conception, au niveau des puits, est strictement identique à celle du caloduc au sodium qui ne peut pas être ouvert pour des raisons de sécurité.

Le caloduc à eau est conçu en cuivre. Son diamètre extérieur est 88 mm et sa longueur est 600 mm. Il a été fabriqué par la Société IKE (Université de Stuttgart). Le volume de travail est constitué de quatre puits de mesure en cuivre identiques à ceux présentés en figure 7. Leur diamètre intérieur est 9 mm.

##### 4.2. Caractéristiques thermiques

Chaque caloduc a d'abord été étudié séparément, pour établir :

- les conditions optimales de travail, en particulier les puissances électriques à délivrer aux résistances chauffantes en fonction de la température souhaitée. La quantité de fluide sous forme vapeur doit être importante. Néanmoins une surchauffe peut entraîner un assèchement local de la mèche et l'apparition d'une « hot spot » détruisant l'uniformité en température ;
- les caractéristiques thermiques du volume de travail à différentes pressions réparties dans la gamme de travail ;
- les relations « pression-température » avec leurs incertitudes associées.

Les résultats de ces travaux ont déjà été publiés par ailleurs [16,17,18,19,20,21,22,23,24]. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau 2.

Tableau 2

*Caractéristiques thermiques des volumes de travail.*

	Fluide caloporteur	
	Eau	Sodium
Températures de travail	de 80 °C à 120 °C	de 799 °C à 970 °C
Stabilité à court et long terme	± 1 mK	± 5 mK
Reproductibilité à long terme	± 1 mK	± 8 mK
Distribution axiale sur 10 cm	0,5 mK	6 mK
Distribution radiale	1 mK	20 mK

La distribution des températures le long des puits (distribution axiale) a été mesurée en déplaçant un thermomètre par pas de 2 cm.

L'écart de température entre les puits (distribution radiale) a été étudié en mesurant de manière séquentielle les résistances de plusieurs thermomètres insérés dans les différents puits de mesure.

## 5. Relation $T_{HT} = f(T_{BT})$ .

### 5.1. Mode opératoire

Deux thermomètres à résistance de platine étalonnés au laboratoire selon l'Echelle Internationale de Température de 1990 (EIT-90) ont été utilisés pour déterminer la relation (1).

$$T_{HT} = f(T_{BT}) \quad (1)$$

Le thermomètre « basses températures » est un thermomètre YSI, référencé B91280, dont la résistance nominale à 0 °C est 25 Ω. Il a été étalonné entre 0,01 °C et 419,527 °C à l'aide des points fixes de température du laboratoire.

Le thermomètre « hautes températures », référencé 336, est construit par le VNIIM, laboratoire national de métrologie russe. Sa résistance nominale à 0 °C est 0,23 Ω. Il a été étalonné entre 0,01 °C et 961,78 °C.

La mesure des résistances électriques aux bornes de ces thermomètres est effectuée à l'aide d'un pont ASL F18 associé à un scrutateur de voies ASL. La donnée de sortie,  $X$ , de ce pont est le rapport de résistances tel que :

$$X = R_{\text{thermomètre}} / R_{\text{résistance étalon}}$$

Les valeurs des résistances électriques nominales des thermomètres étant très différentes, le pont ASL doit être associé à deux résistances étalons Tinsley 1 Ω et 100 Ω. Ces résistances sont placées dans un bain d'huile Guildline à température stabilisée et régulée.

Les thermomètres B91280 et 336 sont respectivement introduits dans l'un des puits du caloduc à eau et du caloduc au sodium.

Les points de mesure sont répartis uniformément dans la gamme de travail. Le premier point correspond à une pression de 45 kPa soit une température d'environ 80 °C dans le caloduc à eau et 799 °C dans le caloduc au sodium. Il faut attendre au moins 24 heures avant de commencer le cycle de mesure pour que le régime « caloduc » s'installe sur toute la hauteur du volume de travail.

Un cycle de mesures comprend plusieurs séries d'acquisitions alternées aux bornes de chacun des thermomètres. Chaque série a une durée de 30 min ; ce temps est nécessaire pour optimiser l'exactitude de la détermination du rapport  $X$  par le pont de mesure.

Après chaque point de mesure, la résistance des thermomètres au point triple de l'eau (0,01 °C) est déterminée. Cette étape est indispensable pour s'affranchir au maximum des variations des caractéristiques géométriques des éléments sensibles des thermomètres qui apparaissent lors des cyclages thermiques. La résistance réduite  $W_{T_{90}}$  est calculée avec la relation (2), où  $R_T$  est la

résistance du thermomètre à la température  $T$  de mesure et  $R_{0,01\text{ °C}}$  est la résistance au point triple de l'eau.

$$W_{T_{90}} = R_T / R_{0,01\text{ °C}} \quad (2)$$

Avant d'être placé dans le point triple de l'eau, le thermomètre « hautes températures » doit subir un recuit thermique. Ce recuit consiste en une descente lente en température (environ 45 °C par heure) entre la température d'utilisation précédente et 450 °C. Ce recuit est réalisé dans un four spécifique équipé d'un régulateur programmable. Afin d'éviter une pollution de leur élément sensible pendant la période de recuit, les thermomètres sont équipés de gaines en platine.

L'amplificateur de température n'est pas mis à l'arrêt entre chaque point de mesure. La consigne en pression est modifiée, les puissances de chauffage des caloducs sont ajustées et la mise en équilibre thermique est attendue. L'introduction des thermomètres entraîne une perturbation de cet équilibre qui sera de nouveau atteint après deux heures de thermalisation.

Les mesures sont réalisées en partant de la pression la plus basse jusqu'à la pression la plus haute et inversement. Chaque mesure est répétée et la moyenne des valeurs obtenues est calculée. Cette moyenne est utilisée dans la suite des calculs.

### 5.2. Incertitudes affectant les déterminations de $T_{HT}$ et $T_{BT}$

Les déterminations de  $T_{HT}$  et  $T_{BT}$  sont affectées des incertitudes listées et explicitées ci-dessous :

- $u(T_{EIT-90})$ . L'incertitude sur la valeur de la température affectée dans l'EIT-90 est calculée en propageant les incertitudes affectant la matérialisation des points fixes de température dans notre laboratoire [25].
- $u(\text{reprod-th})$ . L'incertitude liée au défaut de reproductibilité du thermomètre après cyclage thermique est évaluée à partir de l'évolution de sa résistance mesurée au point triple de l'eau (0,01 °C). Cette composante d'incertitude est grande lorsque le thermomètre est utilisé à haute température.
- $u(T_{\text{volume}})$ . L'incertitude due au manque d'uniformité et de stabilité en température des volumes de travail prend en compte les défauts d'uniformité en température radiale et axiale, le manque de stabilité et de reproductibilité de la température (tableau 2).
- $u(0,01\text{ °C})$ . Cette incertitude résulte de la propagation de l'incertitude de mesure au point triple de l'eau (0,01 °C) sur le rapport  $W(T_{90})$  selon la relation (2).
- $u(\text{chaîne})$ . Cette composante d'incertitude provient des divers appareils intégrés dans la chaîne de mesure (pont, scanner, résistance étalon...).

Le tableau 3 présente les budgets d'incertitudes associés aux déterminations de  $T_{BT}$  et  $T_{HT}$ .

Tableau 3  
Budget d'incertitudes associé aux déterminations  
de  $T_{BT}$  et  $T_{HT}$ .

Composantes d'incertitudes	Affectant $T_{BT}$ 80 °C à 120 °C (mK)	Affectant $T_{HT}$ 799 °C à 970 °C (mK)
$u(T_{\text{volume}})$	1	13
$u(T_{\text{EIT-90}})$	0,4	4,5
$u(\text{reprod-th})$	0,1	2,5
$u(\text{chaîne})$	0,2	1
$u(0,01 \text{ °C})$	0,1	0,5
<b>Incertitude type composée (<math>k = 1</math>)</b>	<b>1,1</b>	<b>14</b>

Les données expérimentales ont été traitées par une méthode des moindres carrés. Plusieurs modèles ont été testés. La forme la plus adéquate, dans laquelle les paramètres  $C$  et  $a_i$  sont à estimer, est du type :

$$T_{HT} = a_1 \left[ \frac{T_{BT}}{T_0} - 1 \right] + a_2 \left[ \frac{T_{BT}}{T_0} - 1 \right]^2 + \dots + a_n \left[ \frac{T_{BT}}{T_0} - 1 \right]^n + C$$

Afin de déterminer le degré de cette équation le plus pertinent, les écarts  $T_{HT\text{calculée}} - T_{HT\text{mesurée}}$  ont été établis pour les degrés 2, 3 et 4 (fig. 7).

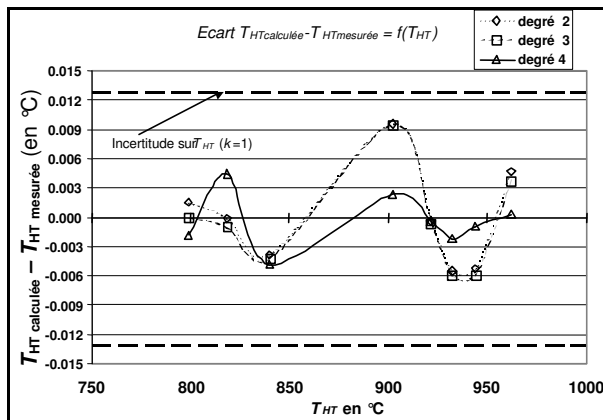


Fig. 7. -  $T_{HT\text{calculée}} - T_{HT\text{mesurée}} = f(T_{HT})$ .

Compte-tenu de l'incertitude type affectant la détermination de  $T_{HT}$  (14 mK), on constate qu'une équation de degré 2 est suffisante pour décrire la fonction de transfert. Le polynôme exprimant  $T_{HT}$  peut donc se réduire à l'équation (3).

$$T_{HT} = A \times \left[ \frac{T_{BT}}{T_0} - 1 \right]^2 + B \times \left[ \frac{T_{BT}}{T_0} - 1 \right] + C \quad (3)$$

Les valeurs des coefficients  $A$ ,  $B$ ,  $C$  et les incertitudes associées sont telles que :

$$A = (16,46 \pm 0,16) 10^{-4} \text{ °C}^{-1} ;$$

$$B = 396,604 \pm 0,015 ;$$

$$C = 883,082 \pm 0,004 \text{ °C} ;$$

$$t_0 = 100 \text{ °C}.$$

Les coefficients de corrélation associés sont tels que :

$$\text{cov}(A, B) = 0,250 ;$$

$$\text{cov}(A, C) = -0,851 ;$$

$$\text{cov}(B, C) = -0,270.$$

## 6. Validation de la fonction $T_{HT} = f(T_{BT})$

### 6.1. Détermination de $(T_{\text{EIT-90}} - T_{\text{ampli}})$

Afin de valider la relation obtenue, un thermomètre « hautes températures » a été étalonné selon deux méthodes :

a - en appliquant les recommandations de l'EIT-90 ;

b - en utilisant l'amplificateur de température et la relation (3).

Le thermomètre utilisé est un thermomètre chinois, référencé 94821. Sa résistance nominale est de  $0,26 \Omega$  à  $0 \text{ °C}$ . Ce thermomètre a été étalonné dans la gamme  $0,01 \text{ °C}$  à  $961,78 \text{ °C}$  en utilisant les points fixes du laboratoire. A toute valeur de  $W(T_{90})$ , on fait correspondre une température  $T_{90}$ , notée  $T_{\text{EIT-90}}$  dans le tableau 4.

De même, l'étalonnage avec l'amplificateur de température permet d'associer à cette même valeur de  $W(T_{90})$  une valeur de  $T_{90}$ , notée  $T_{\text{ampli}}$  dans le tableau 4. L'observation de la différence  $(T_{\text{EIT-90}} - T_{\text{ampli}})$  permet de qualifier la méthode d'étalonnage basée sur l'amplificateur de température par rapport à l'étalonnage selon l'EIT-90. Afin de prendre en compte tous les paramètres d'influence, le thermomètre 94821 a été placé dans un puits différent du puits dans lequel avait été introduit le thermomètre 336. Le protocole de mesure (cycle de mesures, recuit du thermomètre HT, mesure au point triple de l'eau) décrit au § 5.1 a été respecté.

Tableau 4  
Différence  $(T_{\text{EIT-90}} - T_{\text{ampli}})$

$W(T_{90})$	$T_{\text{EIT-90}}$ (°C)	$T_{\text{ampli}}$ (°C)	$T_{\text{EIT-90}} - T_{\text{ampli}}$ (°C)
3,808 402 7	799,007	799,037	-0,029
3,867 768 2	818,658	818,636	0,022
3,932 138 4	840,144	840,150	-0,006
4,114 495 0	902,044	902,049	-0,005
4,171 631 9	921,760	921,755	0,005
4,236 302 0	944,267	944,300	-0,033

On constate que les différences  $(T_{\text{EIT-90}} - T_{\text{ampli}})$  sont toutes inférieures à  $0,035 \text{ °C}$  (35 mK). Pour savoir si ces différences sont significatives ou non, il faut les comparer aux incertitudes associées.

## 6.2. Incertitudes affectant la détermination de $(T_{\text{EIT-90}} - T_{\text{ampli}})$

L'incertitude affectant  $(T_{\text{EIT-90}} - T_{\text{ampli}})$  est telle que :

$$u^2(T_{\text{EIT-90}} - T_{\text{ampli}}) = u^2(T_{\text{EIT-90}}) + u^2(T_{\text{ampli}}) - 2u(T_{\text{EIT-90}}) \cdot u(T_{\text{ampli}}) \cdot \rho(T_{\text{EIT-90}}, T_{\text{ampli}}) + u^2(\text{reprod} - \text{th}) \quad (4)$$

$\rho(T_{\text{EIT-90}}, T_{\text{ampli}})$  étant le coefficient de corrélation qui caractérise le degré de corrélation entre  $T_{\text{EIT-90}}$  et  $T_{\text{ampli}}$ .

En considérant que le thermomètre « hautes températures » utilisé pour cette validation est différent de celui employé pour définir la fonction  $T_{\text{HT}} = f(T_{\text{BT}})$ , et que les composantes d'incertitudes associées à l'étalonnage des thermomètres dans les points fixes de l'EIT-90 interviennent faiblement dans les incertitudes finales, on admet, pour la suite des calculs, que  $\rho(T_{\text{EIT-90}}, T_{\text{ampli}}) \approx 0$ .

Le bilan d'incertitudes pour la détermination de  $T_{\text{ampli}}$  est présenté dans le tableau 5. Il inclut les composantes  $u(T_{\text{volume}})$ ,  $u(0,01 \text{ } ^\circ\text{C})$  et  $u(\text{chaîne})$ , déjà détaillées au paragraphe 5.2. Il y a lieu également de prendre en compte l'incertitude affectant la détermination de  $T_{\text{HT}}$  par application de l'équation (3).  $u(\text{calcul}T_{\text{HT}})$  est obtenue à partir de l'équation (5).

$$u^2(\text{calcul}T_{\text{HT}}) = \left(\frac{\partial T_{\text{HT}}}{\partial T_{\text{BT}}}\right)^2 \cdot u^2(T_{\text{BT}}) + \left(\frac{\partial T_{\text{HT}}}{\partial A}\right)^2 \cdot u^2(A) + \left(\frac{\partial T_{\text{HT}}}{\partial B}\right)^2 \cdot u^2(B) + \left(\frac{\partial T_{\text{HT}}}{\partial C}\right)^2 \cdot u^2(C) + 2 \cdot \left(\frac{\partial T_{\text{HT}}}{\partial A}\right) \cdot \left(\frac{\partial T_{\text{HT}}}{\partial B}\right) \cdot \text{cov}(A, B) \cdot u(A) \cdot u(B) + 2 \cdot \left(\frac{\partial T_{\text{HT}}}{\partial A}\right) \cdot \left(\frac{\partial T_{\text{HT}}}{\partial C}\right) \cdot \text{cov}(A, C) \cdot u(A) \cdot u(C) + 2 \cdot \left(\frac{\partial T_{\text{HT}}}{\partial B}\right) \cdot \left(\frac{\partial T_{\text{HT}}}{\partial C}\right) \cdot \text{cov}(B, C) \cdot u(B) \cdot u(C) \quad (5)$$

$u(T_{\text{BT}})$  est établi à partir des composantes d'incertitude listées et chiffrés dans le tableau 3. Les incertitudes sur les valeurs des coefficients  $A$ ,  $B$ ,  $C$  et les coefficients de corrélation sont donnés dans le chapitre 5.2. En fonction de la température, la valeur de  $u(\text{calcul}T_{\text{HT}})$  varie de 3,7 mK à 4,2 mK ( $k = 1$ ). Finalement on accède à l'incertitude sur  $(T_{\text{EIT-90}} - T_{\text{ampli}})$  à partir des composantes reportées dans le tableau 6.

La composante  $u(\text{repro-th})$  caractérise le défaut de reproductibilité du thermomètre 94821. Son évaluation repose sur la méthode exposée au paragraphe 5.2.

Tableau 5

Bilan d'incertitude sur la détermination de  $T_{\text{ampli}}$  pour deux valeurs de température.

Composante	Température	
	800 °C	940 °C
$u(\text{calcul}T_{\text{HT}})$	4,2 mK	3,7 mK
$u(T_{\text{volume}})$	13 mK	13 mK
$u(0,01 \text{ } ^\circ\text{C})$	0,5 mK	0,5 mK
$u(\text{chaîne})$	1 mK	1 mK
Incertitude type composée ( $k = 1$ ) sur $T_{\text{ampli}}$	14 mK	13,5 mK

Tableau 6

Bilan d'incertitude sur la détermination de  $(T_{\text{EIT-90}} - T_{\text{ampli}})$  pour deux valeurs de température.

Composante	Température	
	800 °C	940 °C
$u(T_{\text{EIT-90}})$	4,5 mK	4,5 mK
$u(\text{repro-th})$	9 mK	10 mK
$u(T_{\text{ampli}})$	14 mK	13,5 mK
Incertitude type composée ( $k = 1$ ) sur $(T_{\text{EIT-90}} - T_{\text{ampli}})$	17 mK	17,5 mK

Les écarts  $(T_{\text{EIT-90}} - T_{\text{ampli}})$  sont reportés tableau 7 avec les incertitudes associées. On constate que tous les écarts sont inférieurs aux incertitudes élargies ( $k = 2$ ) correspondantes. Néanmoins les résultats à 799 °C et à 944 °C montrent que la validation de la méthode n'est probablement assurée qu'avec une incertitude proclamée plus élevée : 50 mK semble réaliste. Cette valeur de 50 mK est donc, en l'état, la valeur de l'incertitude que nous déclarons pour l'étalonnage des thermomètres à résistances de platine « hautes températures » par le moyen de l'amplificateur de température.

Tableau 7

$T_{\text{EIT-90}} - T_{\text{ampli}}$  et incertitudes associées.

Température (°C)	$T_{\text{EIT-90}} - T_{\text{ampli}}$ (°C)	$U(T_{\text{EIT-90}} - T_{\text{ampli}})$ (°C) $k = 2$
799	-0,029	0,034
818	0,022	0,034
840	-0,006	0,034
902	-0,005	0,035
922	0,005	0,035
944	-0,033	0,035

## 7. Conclusion

A haute température (de 600 °C à 962 °C), l'incertitude d'étalonnage par comparaison des thermomètres à résistance de platine et des couples thermoélectriques était limitée par la reproductibilité des thermomètres étalons et par le manque d'uniformité en température des volumes de travail des fours équipés de blocs de comparaison.

Pour accéder à une baisse significative de ces incertitudes, le laboratoire a proposé dès la fin des années 1990 un premier schéma d'amplificateur de température basé sur l'association de caloducs connectés sur le même système de régulation de pression mais travaillant avec des fluides caloporteurs différents. Pour une même pression de travail on obtient des températures différentes dans les deux volumes de travail en fonction des relations  $T = f(P)$  des fluides concernés. La relation entre les températures régnant dans les caloducs « hautes températures » ( $T_{HT}$ ) et « basses températures » ( $T_{BT}$ ) ayant été déterminée, un capteur de température peut être étalonné à haute température par l'intermédiaire d'un thermomètre étalon placé à basse température. Cette méthode permet de s'affranchir du manque de stabilité des thermomètres étalons après cyclage à haute température.

Avant de mettre en œuvre ce nouveau concept, les performances de plusieurs fluides caloporteurs ont été étudiées expérimentalement par le laboratoire.

Un amplificateur de type « eau-sodium » a été construit et a donné des résultats satisfaisants.

Les caractéristiques thermiques des volumes de travail ont été étudiées pour chaque caloduc sur une gamme de pression allant de 40 kPa à 200 kPa correspondant à des étendues de température de 80 °C à 120 °C ( $T_{BT}$ ) et de 799 °C à 970 °C ( $T_{HT}$ ) respectivement dans le caloduc à eau et le caloduc au sodium.

La relation  $T_{HT} = f(T_{BT})$  a été établie sur tout le domaine de pression en utilisant des thermomètres à résistance de platine étalonnés au préalable dans l'EIT-90 avec les points fixes du laboratoire. Le bilan d'incertitudes a été dressé et les différentes composantes évaluées.

Pour valider cette relation et confirmer les performances atteintes, un thermomètre a été étalonné dans l'EIT-90 puis entre 800 °C et 944 °C par la méthode originale de l'amplificateur de température. Les résultats d'étalonnage, obtenus par les deux méthodes, peuvent être considérés comme équivalents compte-tenu des incertitudes associées. Néanmoins, il semble prudent de prendre une marge de sécurité pour l'incertitude d'étalonnage par cette méthode inédite. A ce jour, une incertitude élargie de 50 mK a été retenue.

Cette étude a débouché sur une méthode d'étalonnage particulièrement originale puisque le capteur en étalonnage et le capteur étalon ne sont pas à la même température. Elle a par ailleurs apporté beaucoup d'enseignement sur le fonctionnement et les propriétés des caloducs. Le banc de mesure nécessaire à la mise œuvre de cette méthode, l'amplificateur de température, est

désormais opérationnel. On peut à présent étalonner un thermomètre à résistance de platine « hautes températures », entre 800 °C et 960 °C, avec une incertitude élargie ( $k = 2$ ) égale à 50 mK. Cette incertitude est quatre fois plus faible que l'incertitude d'étalonnage associée à la méthode classique actuelle par comparaison.

## Références

- [1] SADLI M., RENAOT E., ELGOURDOU M. et BONNIER G., "Approximation of the ITS-90 between 600 °C and 830 °C using the potassium vapour P-T relation", *TEMPMEKO'96*, Turin, Italie, 1996, Actes des conférences : *Levrotto & Bella*, 49-54.
- [2] SADLI M., RENAOT E., ELGOURDOU M. et BONNIER G., « Application originale en métrologie des températures des fours à caloduc régulés en pression », *Bulletin du BNM*, **103**, 1996, 31-39.
- [3] SADLI M., RENAOT E., ELGOURDOU M. et BONNIER G., « La pression de vapeur de métaux alcalins (K,Na) pour approcher l'EIT-90 entre 873 et 1234 K », *Bulletin du BNM*, **110**, 1997, 13-18.
- [4] SADLI M., RENAOT E., ELGOURDOU M. et BONNIER G., « Le four à caloduc à conductance variable : un outil prometteur en métrologie des températures », *Congrès français de thermique*, 20-22 mai 1997, Toulouse, France.
- [5] MERLONE A., MARCARINO P., DEMATTEIS R., RENAOT E., ELGOURDOU M. et BONNIER G., "Liquid-Vapor transitions in mercury and sodium gas-Controlled Heat-pipes", *Temperature: its measurement and Control in Science and industry*, Actes des conférences : *American Institute of Physics*, **7**, 2003, 957-962.
- [6] MARCARINO P. et BONNIER G., "Temperature amplifier by means of coupled gas-controlled heat-pipes", *9<sup>th</sup> International Symposium on Temperature: its measurement and Control in Science and industry (TEMPMEKO)*, Cavtat, Croatie, 2004, Actes des conférences : **1**, 33-47.
- [7] MERLONE A. et MARCARINO P., "The temperature amplifier for very accurate temperature measurements between Al and Ag fixed points", *9<sup>th</sup> International Symposium on Temperature: its measurement and Control in Science and industry (TEMPMEKO)*, Cavtat, Croatie, 2004, Actes des conférences : **1**, 227-232.
- [8] DUNN P.D. et REAY D.A., "Heat pipes", *Pergamon Press*, Oxford, 1982, 308 p.
- [9] BUSSE C.A. et BASSANI C., "A new generation of precision furnaces", *Temperature: its Measurement and Control in science and Industry (TEMPMEKO)*, Actes des conférences : *J.F. Schooley, American Institute of Physics*, New York, 1982, **5**, 1265-1273.
- [10] GROLL M. et RÖSLER S., "Operation Principles and Performances of Heat Pipes and closed two-phase thermosyphons", *Journal of Non-Equilibrium Thermodyn.*, **17**, 1992, 91-151.
- [11] BROST O. et GROLL M., "Liquid Metal Heat Pipe Applications: Thermometric Calibration tools & Heat Transfer Components for Solar-Thermal Power systems", *9<sup>th</sup> International Heat Pipe Conference*, Albuquerque, Etats-Unis d'Amérique, 1995.

- [12] MARCARINO P. et BASSANI C., "Approximation of the ITS-90 between 660°C and 962°C using the sodium vapour P-T relation", *Temperature: its Measurement and Control in science and Industry*, Actes des conférences : J.F. Schooley, American Institute of Physics, New York, Etats-Unis d'Amérique, **6**, 1992, 209-214.
- [13] RENAOT E., FAVREAU J.O., ELGOURDOU M. et BONNIER G., "Thermal characteristics of a Dodecane heat-pipe over the range from 190 to 260 °C and related impurity effects", *Temperature: its measurement and Control in Science and industry*, 2003, Actes des conférences : American Institute of Physics, **7**, 945-950.
- [14] BONNIER G. et RENAOT E., "Realization of the silver point using a calorimetric method", *Metrologia*, **33**, 1996, 363-367.
- [15] RENAOT E., ELGOURDOU M. et BONNIER G., « Utilisation de la calorimétrie adiabatique pour établir l'incertitude liée à la notion de point fixe dans le cas des transitions liquide-solide », *9<sup>e</sup> Congrès International de Métrologie*, 18-21 octobre 1999, Bordeaux, France, Actes des conférences : 551-555.
- [16] RENAOT E., ELGOURDOU M. et BONNIER G., «The "Temperature Amplifier: an innovative Application of pressure-controlled heat-pipes for calibration of PRTs and Thermocouples", *Temperature: its measurement and Control in Science and industry*, 2003, Actes des conférences : American Institute of Physics, **7**, 939-944.
- [17] ELGOURDOU M., RENAOT E. et BONNIER G., « L'amplificateur de température : une application innovante des caloducs régulés en pression pour un étalonnage par comparaison des TRPs et des thermocouples », *11<sup>e</sup> Congrès international de Métrologie*, Toulon, France, 20-23 octobre 2003.
- [18] ELGOURDOU M., RENAOT E., VALIN M. et BONNIER G., « Un nouveau caloduc régulé en pression pour notre amplificateur de température », *12<sup>e</sup> Congrès international de Métrologie*, Lyon, France, 20-23 juin 2005.
- [19] RENAOT E. et ELGOURDOU M., « Vers une amélioration significative des incertitudes d'étalonnage des thermomètres entre 600 °C et 1000 °C », *13<sup>e</sup> Congrès international de Métrologie*, Lille, France, 18-21 juin 2007.
- [20] ELGOURDOU M., RENAOT E. et MERLONE A., « L'amplificateur de température une technologie innovante des caloducs régulés en pression pour l'étalonnage des TRP et des thermocouples », *4<sup>e</sup> Colloque interdisciplinaire en instrumentation (C2I)*, 2007, Actes des conférences : *Hermes Science, Ed. Lavoisier*, 112-120.
- [21] ELGOURDOU M., GEORGIN E. et MARTIN C., "The gas controlled heat-pipe in metrology", *Acta metrologia sinica*, **29**, 4A, 2008.
- [22] GEORGIN E., ELGOURDOU M. et MARTIN C., "Contribution for a very accurate determination of the water pressure curve", *Acta metrologia sinica*, **29**, 4A, 2008.
- [23] ELGOURDOU M., GEORGIN E. et MERLONE A., "Use of gas controlled heatpipes in metrology", *5<sup>th</sup> European Thermal-Sciences Conference*, Eindhoven, Pays-Bas, 18-22 mai 2008.
- [24] GEORGIN E., ELGOURDOU M. et MERLONE A., "Thermal results with gas controlled heat pipe", *5<sup>th</sup> European Thermal-Sciences Conference*, Eindhoven, Pays-Bas, 18-22 mai 2008.
- [25] RENAOT E., ELGOURDOU M. et BONNIER G., « Mise en place de l'EIT-90 entre 0°C et 419,527 °C », *Bulletin du BNM*, **90**, 1992, 23-32.

---

Article reçu le 11 novembre 2009 ; version révisée reçue le 19 mai 2010.