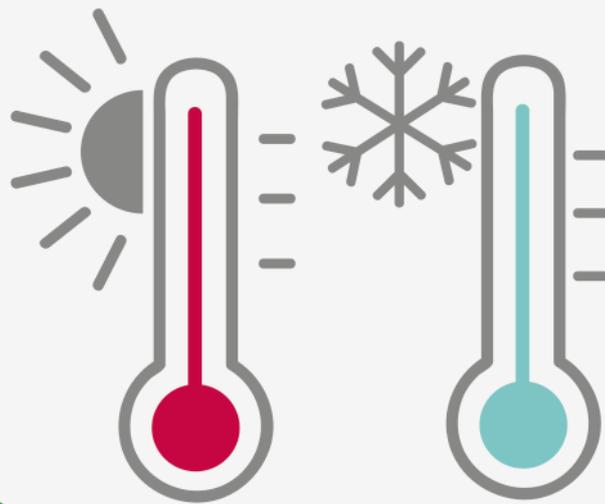


PROGRAMME SYSTÈME QUALITÉ DE L'AFRIQUE DE L'OUEST (PSQAO)  
APPUI À LA MISE EN ŒUVRE DE LA POLITIQUE QUALITÉ DE LA CEDEAO (ECOQUAL)  
FINANCÉ PAR L'UNION EUROPÉENNE  
EXÉCUTÉ PAR L'ONUDI



# ECOMET

COMITÉ COMMUNAUTAIRE DE MÉTROLOGIE DE LA CEDEAO



## GUIDE D'ÉTALONNAGE EN THERMOMETRIE DE CONTACT

**PSQAO** Programme Système  
Qualité de l'Afrique  
de l'Ouest



ORGANISATION DES NATIONS UNIES  
POUR LE DÉVELOPPEMENT INDUSTRIEL

## REMERCIEMENTS

Ce document est publié par le Programme Système Qualité de l'Afrique de l'Ouest (PSQAO) mis en œuvre par l'Organisation des Nations Unies pour le développement industriel (ONUDI), financé par l'Union européenne, en appui à la Communauté Economique des États de l'Afrique de l'Ouest (CEDEAO). Il a été préparé sous la coordination générale de M. Bernard Bau, spécialiste du développement industriel au Département du commerce, de l'investissement et de l'innovation (TII) de l'ONUDI et Responsable du PSQAO et sous la coordination technique de M. Aka Jean Joseph Kouassi, Conseiller technique principal du PSQAO pour l'ONUDI. Ce document fait partie d'une série de guides de métrologie préparés par M. Djakaridja Nyamba, experts en métrologie de l'ONUDI/PSQAO et validés par le Comité communautaire de métrologie de la CEDEAO (ECOMET). Nous reconnaissons la précieuse contribution des membres d'ECOMET: M. Paul Date (président), M. Gabriel Ahissou, M. Issa Sawadogo, M. Jose Antonio Carvalho, M. Déza Emmanuel Zabo, M. Jallow Amadou Tijan, M. Sanoussy Diakhaby, M. Cesario Augusto Nunes Correia, M. Shérif Abdul Rahman, M. Drissa Daou, M. Boubacar Issa, M. Bede Edqu Obayi, M. Ibrahima Sarr et M. Frank Martin. L'édition et la révision ont été réalisées par M. Christophe Marianne. La mise en forme du texte et le contrôle qualité ont été effectués par M. Christian Lasser et la réalisation graphique a été assurée par M. Doudou Ndiaye et M. Omar Tajmouati. Nos remerciements vont à toutes les autres personnes qui, bien que non citées ici, ont contribué à la réalisation de cette publication à travers leurs commentaires constructifs.

## VERSION ORIGINALE

La version française de ce document est la version originale. Ce document est appelé à être traduit dans les autres langues de la CEDEAO. En cas de contradiction entre les termes de la traduction et les termes de ce document, ce dernier prévaut. Ce document ne peut être reproduit pour la vente.

## CLAUSE DE NON-RESPONSABILITÉ:

*Ce document a été réalisé avec le soutien financier de l'Union européenne.*

*Son contenu relève de la seule responsabilité des auteurs et ne reflète pas nécessairement les vues de l'ONUDI, de l'Union européenne, de la commission de la CEDEAO ni de tout Etat membre impliqué dans le projet.*

© 2019 ONUDI - Tous droits réservés. Licence octroyée à l'Union européenne sous conditions.

## Table des matières

<b>1. Introduction</b> .....	<b>1</b>
<b>2. Objet et domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>3. Références documentaires</b> .....	<b>1</b>
<b>4. Termes et définitions</b> .....	<b>2</b>
<b>5. Aspects généraux</b> .....	<b>3</b>
5.1. Les différents types de thermomètres et capteurs de températures .....	3
5.1.1. Caractéristique des thermomètres à dilatation de liquides.....	3
5.1.2. Caractéristique des sondes à résistances .....	4
5.1.2.1. Thermomètres à résistance.....	4
5.1.2.2. Thermomètres à résistance métallique .....	4
5.1.2.3. Thermomètres standard à résistance de platine (SPRT) .....	4
5.1.2.4. Thermomètres industriels à résistance de platine (IPRT).....	5
5.1.2.5. Thermomètres à semi-conducteurs .....	5
5.1.2.6. Erreur d'origine thermique .....	5
5.1.2.7. Échanges thermiques .....	6
5.1.2.8. Fuites thermiques .....	6
5.1.2.9. Autoéchauffement.....	7
5.1.3. Caractéristique des Thermocouples .....	7
5.1.3.1. Prise en compte des hétérogénéités des couples thermoélectriques.....	7
5.1.3.2. Détection des zones du couple affectées par de fortes hétérogénéités.....	8
5.1.3.3. Jonction de référence.....	8
5.1.3.4. Câble de compensation et d'extension et connectique.....	8
5.2. Générateur de température (milieu de comparaison).....	9
5.3. Conditions de conservation et de manipulation .....	9
5.3.1. Thermomètre à dilatation.....	9
5.3.2. Thermomètre à résistance électrique .....	10
5.3.3. Thermocouple .....	10
5.4. Principes de la méthode d'étalonnage.....	10
5.5. Moyens d'étalonnage.....	11
<b>6. Procédure d'étalonnage des thermomètres</b> .....	<b>12</b>
6.1. Aspects généraux de la procédure d'étalonnage .....	12
6.1.1. Préparation du point de glace .....	12
6.1.2. Opérations Préliminaires .....	12
6.1.3. Caractérisation des milieux de comparaison .....	13
6.1.3.1. Les moyens de mesure.....	13

6.1.3.2.	Détermination de l'homogénéité du milieu de comparaison.....	13
6.1.3.3.	Détermination de la stabilité du générateur .....	14
6.1.4.	Conditions d'étalonnage .....	14
6.1.5.	Étalonnage à 0 °C .....	14
6.1.6.	Étalonnage des autres points .....	14
6.2.	Etalonnage des thermomètres à dilation de liquide .....	15
6.2.1.	Choix des températures d'étalonnage.....	15
6.2.2.	Détermination de la correction de la colonne émergente.....	15
6.3.	Etalonnage des thermomètres à résistance électrique .....	16
6.3.1.	Principes de base de l'étalonnage des thermomètres à résistance.....	16
6.3.2.	Systèmes de connexion .....	16
6.3.3.	Système de connexion à deux fils .....	16
6.3.4.	Système de connexion à trois fils .....	17
6.3.5.	Système de connexion à quatre fils.....	17
6.3.6.	Auto-échauffement.....	17
<b>7.</b>	<b>Evaluation et expression des Incertitudes et résultats de mesure .....</b>	<b>18</b>
7.1.	Estimation de l'incertitude due au milieu de comparaison .....	18
7.1.1.	Incetitudes liées à la stabilité des bains.....	18
7.1.2.	Incetitudes type liées à l'homogénéité des bains .....	19
7.2.	Estimation de l'incertitude d'étalonnage d'un thermomètre à dilatation.....	19
7.2.1.	L'incertitude-type liée à la répétabilité : $u_t$ .....	19
7.2.2.	L'incertitude-type d'étalonnage due au thermomètre étalon $u_{Ce}$ .....	20
7.2.3.	L'incertitude de pérennité due au thermomètre étalon de référence : $u_{pe}$ .....	20
7.2.4.	L'incertitude-type due au pas de quantification.....	21
7.2.5.	L'incertitude type due à la correction de la colonne émergente (thermomètre à dilatation) : $u_{Cci21}$	
7.2.6.	Incetitudes liées au générateur.....	22
7.2.7.	Incetitude-type combinée.....	23
7.2.8.	Incetitude élargie (k=2).....	23
7.3.	Estimation de l'incertitude d'étalonnage d'une chaine de température.....	23
7.3.1.	L'incertitude-type liée à la répétabilité : $u_t$ .....	23
7.3.2.	L'incertitude-type d'étalonnage due au thermomètre étalon $u_{Ce}$ .....	24
7.3.3.	L'incertitude-type de pérennité due au thermomètre étalon de référence : $u_{pe}$ .....	24
7.3.4.	L'incertitude-type due au pas de quantification .....	24
7.3.5.	Incetitudes liées au générateur .....	25
7.3.6.	Incetitudes-types liées aux fuites thermiques.....	25
7.3.7.	Budget ou bilan d'incertitude.....	25

7.3.8.	Incertitude-type combinée .....	26
7.3.9.	Incertitude élargie (k=2) .....	26
7.4.	Estimation de l'incertitude d'étalonnage des thermomètres à résistance électrique à partir d'un pont de mesure.....	26
7.4.1.	Détermination de la température de la sonde à étalonner .....	27
7.4.2.	Étalonnage d'un thermomètre à résistance de précision avec un pont de mesure en courant alternatif .....	29
7.4.3.	L'étalonnage d'un thermomètre à résistance de précision à l'aide un ohmmètre .....	31
7.4.4.	Etalonnage d'un thermomètre électrique connecté à son indicateur (Chaine de température).....	32
7.5.	Etalonnage d'un thermocouple de type N à 1000 ° C.....	33

## 1. Introduction

Presque tous les thermomètres utilisés dans la pratique appartiennent soit au groupe des thermomètres à radiation, soit à celui des thermomètres à contact. Le fonctionnement du thermomètre à contact repose sur un capteur qui, par contact thermique, est amené à la température de l'objet à mesurer et dont la température est ensuite déterminée par la mesure d'une autre grandeur (expansion, résistance électrique, etc.) montrant ou affichant la température.

Dans la mesure pratique de la température, l'écart de mesure le plus important est souvent dû au fait que la température du capteur et celle de l'objet à mesurer ne sont pas identiques. Un thermomètre à contact ne mesure toujours "que" sa propre température. En ce sens, l'étalonnage d'un thermomètre à contact a pour but la détermination métrologique de la relation entre la température du capteur et la sortie du thermomètre. Il incombe à l'utilisateur de s'assurer que la température du capteur correspond à la température à mesurer.

En générale, l'incertitude de mesure due à un mauvais couplage thermique lors de l'utilisation de l'instrument par l'utilisateur n'est pas pris en compte dans l'évaluation de l'incertitude de mesure liée à l'étalonnage du thermomètre.

## 2. Objet et domaine d'application

Le présent document a pour objet de fixer les règles essentielles destinées à la rédaction d'une procédure pour l'étalonnage des différents types de thermomètre de contact suivants :

- Thermomètres à dilatation de liquide ;
- Thermocouples normalisés.
- Thermomètres à résistance.

## 3. Références documentaires

[1] Échelle Internationale de température de 1990 (EIT-90), disponible sur le site web du BIPM : <https://www.bipm.org/utls/common/pdf/its-90/EIT-90.pdf>

[2] IEC 60751: 2008, Industrial platinum resistance thermometers and platinum temperature sensors

[3] IEC 60584-1: 2013, Thermocouples - Part 1: EMF specifications and tolerances

[4] IEC 60584-3: 2007, Thermocouples - Part 3: Extension and compensating cables - Tolerances and identification system

[5] IEC 62460: 2008, Temperature - Electromotive force (EMF) tables for pure-element thermocouple combinations

[6] JCGM 100: 2008, Évaluation des données de mesure — Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM 1995 avec corrections mineures)

[7] JCGM 200: 2012, Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM, 3e édition) (JCGM 200:2008 avec corrections mineures)

## 4. Termes et définitions

**Bain de glace fondante** : mélange d'eau à l'état liquide (*distillée*) et à l'état solide (glace) à l'équilibre thermique. Cet équilibre est vérifié en constatant la stabilisation de la température du bain dans le temps, à 0°C.

**Câbles de compensation** : Câbles utilisés pour augmenter la longueur du thermocouple. Ils sont faits dans des **alliages différents** de ceux du couple thermoélectrique. La relation f.é.m. température des câbles de compensation se situe à l'intérieur des tolérances définies dans la norme

**Câbles d'extension** : Câbles utilisés pour augmenter la longueur du thermocouple. Ils sont de **même nature** que ceux du thermocouple.

**Capteur à résistance thermométrique de platine** : dispositif sensible à la variation de température, constitué d'une résistance thermométrique placée dans une gaine de protection comportant des conducteurs internes de prolongation et des sorties externes pour permettre la liaison au dispositif électrique de mesure. Il peut comprendre un dispositif de fixation ou de raccordement (CEI 60751).

**Coefficient de sensibilité** : Ce facteur (utilisé pour les thermocouples) permet de convertir la valeur d'une température en °C en valeur de f.é.m. correspondante exprimée en  $\mu\text{V}$ , et inversement.

**Correction** : valeur ajoutée algébriquement au résultat brut d'un mesurage pour compenser une erreur systématique (NFX 07-001; 3.15).

*Note : La correction est égale à l'opposé de l'erreur systématique estimée.*

**Écrouissage** : Opération consistant à travailler (en le frappant, laminant, étirant) un métal à une température inférieure à sa température de recuit.

*Note : L'écrouissage d'un thermocouple peut générer des défauts d'homogénéité.*

**Erreur d'indication** : indication d'un instrument de mesure moins une valeur vraie de la grandeur d'entrée correspondante (NFX 07-001; 5.20).

**F.é.m. (E)** : Force électromotrice générée par effet thermoélectrique, fonction du gradient de température existant le long des conducteurs entre la jonction de mesure et la jonction de référence :  $E = f(t)$ .

*Note : Les températures sont exprimées en degrés Celsius (EIT 90), les f.é.m. en microvolts ( $\mu\text{V}$ ).*

**Générateur de température** : il permet de matérialiser les différents points de mesure nécessaires à l'étalonnage. Il peut être constitué d'un four, d'un bain thermostaté, d'un cryostat, etc.

**Jonction de mesure (Soudure chaude) T1** : Jonction obtenue en soudant sans apport de métal ou en torsadant les deux conducteurs du couple thermoélectrique entre eux. Cette jonction est placée à la température mesurée.

**Jonction de référence (Soudure froide) T2** : Jonction du thermocouple dont la température connue (température de référence) sert de référence pour la mesure.

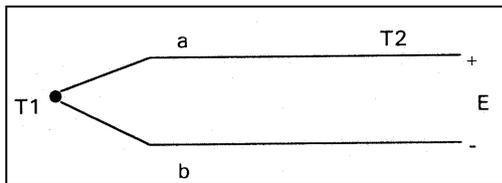
**Thermomètre** : Instrument de mesure de la température.

*Note* : Il existe différents types de thermomètres :

- thermomètres à dilatation de liquide
- thermomètres à résistance
- couples thermoélectriques associés à un voltmètre

**Traçabilité métrologique** : Propriété d'un **résultat de mesure** selon laquelle ce résultat peut être relié à une référence par l'intermédiaire d'une chaîne ininterrompue et documentée d'**étalonnages** dont chacun contribue à l'**incertitude de mesure**.

**Thermocouple (Couple thermoélectrique)** : Paire de conducteurs de matériaux différents assemblés à l'une de leurs extrémités, afin de former un ensemble utilisable pour la mesure de température par effet thermoélectrique.



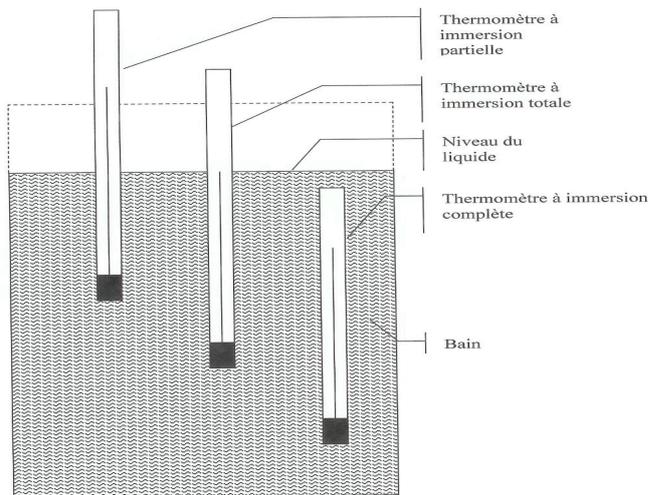
## 5. Aspects généraux

### 5.1. Les différents types de thermomètres et capteurs de températures

CAPTEUR	REPERE THERMOMETRIQUE	DOMAINE	ELEMENT SENSIBLE
<b>Thermomètres a dilatation de liquide</b>	Volume du liquide thermométrique	- 200°C à 650°C selon liquide	Liquide dans un verre
<b>Thermomètres a résistance de platine</b>	Résistance de l'élément sensible	13 k à 961°C selon type	Fil de platine éventuellement dopé
<b>Couples thermo-électriques</b>	Force électromotrice	-180°C à 2500°C selon type	2 fils de natures différentes
<b>Thermistances</b>	Résistance de l'élément sensible	0°C à 100°C	Matériaux fortement dopé

#### 5.1.1. Caractéristique des thermomètres à dilatation de liquides

Les thermomètres à dilatation de liquide peuvent être à immersion complète, immersion totale (immersion au degré lu), immersion partielle ou immersion spécifiée. L'étude de la reproductibilité du thermomètre au point de glace fondante permet de déterminer si les caractéristiques de l'instrument sont compatibles avec l'incertitude finale recherchée.



## 5.1.2. Caractéristique des sondes à résistances

### 5.1.2.1. Thermomètres à résistance

Le fonctionnement des thermomètres à résistance repose sur le fait que la résistance électrique des conducteurs métalliques et des semi-conducteurs dépend de la température. La mesure de la température est donc reliée à la mesure d'une résistance électrique. En pratique (abstraction faite de la plage de basses températures avec  $t < -200\text{ °C}$ ).

### 5.1.2.2. Thermomètres à résistance métallique

Physiquement, les métaux sont caractérisés par l'existence d'électrons librement mobiles en tant que porteurs du courant électrique. Le mouvement des électrons est entravé par des collisions avec et sans diffusion de "phonons", les quanta de la vibration thermique. À mesure que le nombre de phonons augmente avec la température, la résistance spécifique des métaux augmente avec la température.

Aujourd'hui, le platine est presque le seul métal utilisé comme matériau pour les thermomètres à résistance. Les types suivants sont distingués:

### 5.1.2.3. Thermomètres standard à résistance de platine (SPRT)

Les thermomètres SPRT sont constitués d'un fil de platine de qualité spectrale qui n'est soumis à aucune contrainte mécanique. Électriquement, ces thermomètres se distinguent par un

coefficient de température particulièrement élevé, exprimé par l'exigence de l'ITS-90 pour  $R(29,7646\text{ °C}) / R(0,01\text{ °C}) > 1.118\ 07$ . Cette exigence est à peu près équivalente à l'exigence  $R(100\text{ °C}) / R(0\text{ °C}) > 1,392$ .

Les SPRT permettent fondamentalement les mesures de température les plus précises et leur caractéristique inhérente dans la plage de température allant de 13,8 K à 962 °C définit par l'échelle de température internationale ITS-90. La caractéristique est bien reproductible car seul un métal pur, sans aucun composant d'alliage, est utilisé. Cependant en pratique, ils ne sont que rarement utilisés car seuls certains modèles peuvent être réalisés et ceux-ci ne sont pas très stables en cas de sollicitation mécanique.

#### **5.1.2.4. Thermomètres industriels à résistance de platine (IPRT)**

Les thermomètres IPRT "Industrial platinum resistance thermometer" utilisent comme matériau de capteur du platine qui, dans une faible mesure, contient d'autres composants d'alliage dans une composition garantissant le respect de la caractéristique indiquée dans les normes CEI 60751. Le coefficient de température des IPRT est inférieur à celui des SPRT;  $R(100\text{ °C}) / R(0\text{ °C}) \cong 1,385$  est valable. Les IPRT avec des types de capteurs de différentes conceptions sont les plus largement utilisés. Les capteurs bobinés se sont révélés particulièrement stables, mais les capteurs à couches minces sont néanmoins les plus largement utilisés dans le monde. Les mieux connus sont les thermomètres avec une résistance de 100  $\Omega$  à 0 °C, également appelés thermomètres Pt-100. La plage d'utilisation des IPRT s'étend de -200 °C à 600 °C.

Pour certaines applications, des résistances en Ni ou en Cu sont utilisées, mais elles ne peuvent être utilisées que dans une plage de température limitée.

#### **5.1.2.5. Thermomètres à semi-conducteurs**

Les semi-conducteurs sont physiquement caractérisés par la disponibilité limitée d'électrons libres (et de trous) en tant que porteurs de charge, car l'excitation thermique provoque le transfert d'électrons individuels de la bande de valence complètement remplie à la bande de conduction vide. À mesure que le nombre de paires électron-trou augmente avec l'augmentation de la température, la résistance électrique diminue en conséquence. En pratique, les capteurs avec des coefficients de température négative (CTN) sont fabriqués à partir d'un mélange complexe d'oxydes métalliques; la désignation "thermistors" est également utilisée. Avec  $3\% \text{ K}^{-1}$  à  $5\% \text{ K}^{-1}$ , le coefficient de température est nettement plus élevé que pour les métaux et permet donc une conception relativement simple pour les thermomètres à indication directe, même si la caractéristique montre une très forte non-linéarité.

#### **5.1.2.6. Erreur d'origine thermique**

En matière de mesure de température, Il ne faut pas croire que lorsque l'on effectue une mesure de température d'un milieu à l'aide d'un thermomètre placé dans ce milieu, on mesure

la température de ce milieu. Le thermomètre n'indique que la température qu'il voit, la température propre de l'élément sensible, fil de platine ou soudure du couple thermoélectrique. Afin que l'écart entre cette température mesurée et la température du milieu soit le plus faible possible, voir nul, on s'attachera à favoriser les échanges thermiques entre la sonde et le milieu, à rendre cette sonde ou couple thermoélectrique aussi discret que possible, et à effectuer la mesure aussi vite que possible pour s'affranchir des variations de température du milieu.

#### **5.1.2.7. Échanges thermiques**

L'énergie peut s'échapper sous forme de chaleur selon trois types : conduction, convection et rayonnement. Ces échanges réversibles qui s'opèrent dans une sonde sont :

les fuites thermiques :

- le long des parois, par conduction ;
- le long des câbles et connecteurs, par conduction ;
- par rayonnement, depuis une source ou vers une paroi ;

les barrières thermiques :

- par conduction, de l'élément sensible vers la surface du capteur ;
- par convection, à la surface du capteur vers le milieu ;
- par rayonnement, de la surface du capteur vers le milieu (surtout à moyenne , haute température)

#### **5.1.2.8. Fuites thermiques**

Pour favoriser les échanges thermiques entre la thermosonde ou le couple thermoélectrique et le milieu, il faut minimiser les fuites thermiques, notamment en :

- augmentant, quand c'est possible, la profondeur d'immersion ; la longueur de la zone sensible étant en général comprise entre 10 mm et 40 mm, une immersion de 12 à 15 cm dans un bain thermostaté est acceptable. Dans la mesure du possible, on immergera la thermosonde d'une profondeur d'au moins 10 fois son diamètre (règle empirique).
- diminuant la section des conducteurs ;
- évitant de placer le capteur devant une source lumineuse ou une paroi absorbante.

En négligeant l'influence des fuites thermiques, non seulement ce sont des erreurs de l'ordre du degré Celsius qui peuvent être commises, mais aussi, la température du milieu à mesurer peut être perturbée par absorption ou échange de chaleur.

### 5.1.2.9. Autoéchauffement

Lorsque l'on mesure la résistance électrique d'un thermomètre, en faisant circuler un courant dans le circuit électrique, de la puissance thermique est dissipée par effet Joule. Il en résulte donc une élévation de température de la sonde et de son entourage immédiat.

L'erreur ainsi introduite dépend évidemment de la vitesse avec laquelle l'énergie peut se dissiper dans le milieu contrôlé. Cette erreur, typique des thermomètres à résistance, est fonction de leurs caractéristiques (barrières thermiques) et de leurs coefficients d'échange thermique avec le milieu, dit coefficient d'autoéchauffement.

Pour s'affranchir de cette erreur d'autoéchauffement, on peut :

- soit en tenir compte lorsqu'on la connaît, c'est-à-dire en effectuant les mesures avec deux courants (en général, 1 mA et 2 mA) permettant d'extrapoler la valeur de la résistance pour un courant nul ;
- soit diminuer l'intensité  $i$  du courant de mesure, alors que le désir de tirer de la sonde un signal ( $U = R.i$ ) aussi élevé que possible incite au contraire à accroître  $i$ . Pour les sondes courantes, on admet au maximum des courants de l'ordre de 10 mA. Les erreurs ainsi introduites varient selon les circonstances de 0,05 à 1,5°C. Mais si l'on désire travailler à niveau de tension constant, il est possible d'utiliser un thermomètre de résistance plus élevée, 500  $\Omega$  ou 1000  $\Omega$ .

### 5.1.3. Caractéristique des Thermocouples

Un thermocouple est constitué de deux conducteurs différents connectés ensemble à la jonction « chaude », les autres extrémités à la jonction « froide », et aussi connectés directement, ou par un moyen approprié, à un dispositif de mesure de la force thermo-électromotrice (f.é.m.) généré dans le circuit.

La force électromotrice (f.é.m.) générée par un thermocouple est fonction de la différence de température entre les jonctions chaude et froide, mais plus précisément, elle est générée à la suite des gradients de température existant le long des conducteurs. Des mesures et des étalonnages efficaces ne sont possibles que si les jonctions chaudes et froides sont maintenues dans des régions isothermiques et à une profondeur suffisante pour surmonter les pertes (ou gains) de chaleur, garantissant ainsi que chaque jonction atteigne réellement la température de son environnement.

Avec le temps et l'utilisation, la dégradation du thermocouple et de son étalonnage est inévitable et, à long terme, un système d'étalonnage régulier et son remplacement éventuel devraient être établis et maintenus.

#### 5.1.3.1. Prise en compte des hétérogénéités des couples thermoélectriques

Pour des couples thermoélectriques ayant été soumis à des pollutions, des contraintes mécaniques (forte torsion par exemple) ou des transformations métallurgiques internes, l'incertitude liée aux hétérogénéités peut être prépondérante dans le bilan d'incertitude final. La prise en compte de cette incertitude permet de quantifier l'influence d'une hétérogénéité du couple thermoélectrique dans les conditions d'étalonnage.

### 5.1.3.2. Détection des zones du couple affectées par de fortes hétérogénéités

Pour détecter les zones du couple affectées de fortes hétérogénéités, il faut modifier localement le profil de température sur toute la longueur du thermocouple.

Pratiquement, si le couple est de faible longueur (moins de 2 m), l'opérateur pourra déplacer une source de chaleur ponctuelle sur toute sa longueur, tout en maintenant les jonctions de mesure et de référence à température constante. Les variations de la *f.é.m.* délivrée ( $V_E$ ) révéleront les zones du couple qui présentent des hétérogénéités.

Si le couple est de grande longueur, l'opérateur se limitera à réaliser ce test dans les zones qui sont soumises à un gradient de température important lors de l'étalonnage.

Les informations obtenues lors de ce test sont purement qualitatives, néanmoins elles permettent à l'opérateur d'éviter autant que possible que les zones détectées ne se situent dans une région de forte variation de température lors de l'étalonnage (sortie du four par exemple). Cette étude demande une disponibilité de l'opérateur et un équipement spécifique disponible dans peu de laboratoires, toutefois elle permet de réduire notablement la valeur de la composante d'incertitude liée à la présence d'hétérogénéités.

### 5.1.3.3. Jonction de référence

La jonction froide est normalement placée à 0 °C. Plusieurs méthodes peuvent être utilisées :

- glace fondante ;
- générateur de température de soudure froide :
  - o bain thermostaté avec sonde de référence de mesure de la température de la jonction,
  - o boîte de jonction de référence.

### 5.1.3.4. Câble de compensation et d'extension et connectique

Dans le cas où une connectique ou un câble appartenant au laboratoire est nécessaire pour raccorder le capteur à l'instrument de mesure, ceux-ci doivent être caractérisés ou étalonnés.

Les résultats de l'étalonnage correspondent à la somme des *f.é.m.* délivrées et tiennent compte des éléments suivants :

- par le couple thermoélectrique en étalonnage placé entre la température d'étalonnage et la température du connecteur faisant la liaison avec le câble d'extension ou de compensation ;
- par le câble d'extension ou de compensation, répondant aux normes, entre la température du connecteur et la température de jonction froide. Ainsi, le câble utilisé par le laboratoire d'étalonnage doit donc être préalablement étalonné pour que la *f.é.m.* qu'il délivre puisse être corrigée et ramenée à la *f.é.m.* donnée par la table normalisée.

Lors de l'utilisation du thermocouple étalonné, il convient que l'utilisateur de l'instrument de mesure étalonné soit en mesure de connaître à la lecture du certificat, la température à laquelle se trouvait le connecteur du couple au moment de l'étalonnage afin de :

- reproduire les mêmes conditions en utilisant son propre câble de compensation ou d'extension étalonné et ramené à la même table normalisée ;
- corriger, dans tous les autres cas, les f.é.m. mesurées.

## 5.2. Générateur de température (milieu de comparaison)

Le tableau ci-dessous indique le choix du générateur de température en fonction de la température de l'étalonnage (non-exhaustif).

Domaine de températures ( $\theta$ )	Générateur de température	Fluide
$\theta < 0\text{ °C}$	Bain thermostaté	Alcool ou eau glycolée
$4\text{ °C} < \theta \leq 10\text{ °C}$	Réfrigérateur, cryostat	Eau déminéralisée
$\theta \cong 0\text{ °C}$	Bain de glace fondante	Eau déminéralisée
$0\text{ °C} < \theta \leq 80\text{ °C}$	Bain thermostaté	Eau déminéralisée
$30\text{ °C} < \theta \leq 200\text{ °C}$	Étuve	Air
$80\text{ °C} < \theta \leq 200\text{ °C}$	Bain thermostaté	Huiles silicones
$200\text{ °C} < \theta$	Bain thermostaté	Air

NOTE : Les gradients de température au sein du générateur de température peuvent être réduits en y insérant des blocs d'égalisation servant à recevoir le thermomètre étalon et les thermomètres à étalonner.

## 5.3. Conditions de conservation et de manipulation

### 5.3.1. Thermomètre à dilatation

Les thermomètres à dilatation sont :

- conservés dans des coffrets afin de les préserver des chocs.
- conservés verticalement afin de ne pas provoquer la séparation de la colonne de liquide.
- manipulés avec une précaution adaptée.

Avant chaque utilisation, l'opérateur effectue un contrôle des points suivants :

- examen visuel de l'état du thermomètre (par ex. : fêlures du réservoir ou de la tige, discontinuité de la colonne de liquide) et de l'emballage ;
- examen de la lisibilité des graduations ;
- examen de la validité du certificat d'étalonnage.

Si possible, les défauts doivent être supprimés avant l'utilisation, mais généralement un thermomètre fêlé doit être mis hors service.

### 5.3.2. Thermomètre à résistance électrique

Un thermomètre à résistance électrique doit être stocké dans un endroit sec et non corrosif. Les thermomètres sont disponibles dans de nombreux modèles. Les chocs et les vibrations peuvent avoir un effet sur la structure du capteur et donc sur les propriétés électriques et doivent donc être évités. Un conduit métallique, ne peut non plus empêcher en toute sécurité les chocs d'affecter le capteur.

Les changements sont cependant assez faciles à détecter par des mesures au point de glace fondante ou au point triple de l'eau. Le transport du thermomètre est une opération extrêmement critique. Un bon emballage, par exemple dans des paquets bien rembourrés en mousse, est indispensable. Malgré un marquage approprié, il ne peut malheureusement pas toujours être tenu pour acquis que les transitaires commerciaux traitent les colis avec les soins nécessaires. Les éléments d'étalonnage très complexes, tels que les étalons de référence avec de petites incertitudes de mesure, doivent donc être transportés sous le contrôle permanent d'une personne.

### 5.3.3. Thermocouple

Lorsque cela est possible, un thermocouple filaire de grande longueur peut être stocké, enroulé. Un thermocouple à gaine de métal doit être enroulé avec soin sans provoquer de pliures, car cela risque de créer un défaut d'écrouissage générant des f.é.m. parasites.

Un thermocouple doit être stocké dans un endroit sec et non corrosif.

Aucun apport de métal (soudure supplémentaire) ne doit être effectué sur la jonction de mesure.

L'apparition d'une pliure et/ou d'un défaut de soudure entraînent une réforme définitive du thermocouple.

## 5.4. Principes de la méthode d'étalonnage

La méthode d'étalonnage employée est une **méthode par comparaison**. Elle consiste à **comparer les indications données** par le moyen de mesure à étalonner à celles d'un **étalon de référence**.

Les comparaisons s'effectuent dans des **bains liquides** ou des **fours**, selon le domaine des températures et l'exactitude nécessaire.

Remarque : Il existe une autre méthode dite des points fixes qui n'est pas pris en compte dans ce guide. Elle est utilisée par les laboratoires spécialisés et réservée à l'étalonnage des instruments de référence.

## 5.5. Moyens d'étalonnage

Les moyens d'étalonnage employés sont les suivants :

### Instruments de référence :

- Un thermomètre étalon de référence ayant fait l'objet de certificat d'étalonnage (métrologiquement traçable aux étalons internationaux) :
  - SPRT (Standard Platinum Resistance Thermometer) – Sonde à résistance de platine étalon
  - PRT (Platinum Resistance Thermometers) – Thermomètres à résistance de platine secondaire
  - IPRT (Industrial Platinum Resistance Thermometers) – Sonde à résistance de platine industrielle
  - Une chaîne de température
- Moyen de lecture des thermomètres ayant fait l'objet de certificat d'étalonnage (métrologiquement traçables aux étalons internationaux):
  - Pont de mesure
  - Multimètre
  - Ohmmètre
  - Résistance externe étalon

### Milieu de comparaison

- Le milieu de comparaison est un bain liquide thermostaté ou un four équipé d'un bloc d'égalisation caractérisé périodiquement en homogénéité et en stabilité.
- Etalonnage à 0 °C (point de glace fondante) : Le point de glace fondante est obtenu dans un vase de Dewar à partir de la glace pillée fabriquée avec de l'eau distillée ou déminéralisée.

Jonction froide : La température de référence est de 0°C.

- *Note*: Des appareils automatiques générant le 0°C peuvent être utilisés pour la jonction froide. Dans ce cas, il est nécessaire d'associer les incertitudes engendrées dans le calcul final d'incertitude.

### Instrument de mesure des grandeurs d'influence

Un instrument de mesure d'humidité relative et de température ayant fait l'objet de certificat d'étalonnage délivré par un laboratoire accrédité.

## **6. Procédure d'étalonnage des thermomètres**

### **6.1. Aspects généraux de la procédure d'étalonnage**

#### **6.1.1. Préparation du point de glace**

Pour réaliser un point de glace fondante avec une grande exactitude, il faut utiliser :

- 1) un vase Dewar ayant une grande ouverture (environ 70 ou 80 mm de diamètre intérieur) et assez long pour pouvoir contenir le thermomètre,
- 2) une source de glace pilée propre et pure,
- 3) un récipient propre pour contenir la glace,
- 4) un peu d'eau pure distillée ou déminéralisée,
- 5) un agitateur en aluminium ou en acier inoxydable.

La meilleure glace provient d'une machine à produire de la glace qui ne congèle pas toute l'eau. Le processus de congélation contribue à la purification en concentrant les impuretés dans le liquide non-gelé –si on recherche une incertitude inférieure à 1 mK.

#### **6.1.2. Opérations Préliminaires**

Elles ont pour but d'assurer la validité de l'étalonnage. Celles listées ci-après sont recommandées :

- s'assurer de l'identification du thermomètre à étalonner ;
- s'assurer de l'absence de défaut mécanique ou physique visible ;
- s'assurer de la propreté et du bon état du thermomètre ;
- l'environnement des essais doit être stable, si possible ;
- limiter l'influence des rayonnements directs (éloigné des fenêtres) ;
- dans le cas d'un thermocouple, s'assurer de l'absence de trace d'oxydation ou d'humidité autour des connexions des fils d'extension ou de compensation (par des mesures de résistance d'isolement par exemple) ;
- vérifier l'homogénéité du thermocouple. Par exemple, introduire le thermocouple dans le générateur de température à des profondeurs différentes. Relever les f.é.m. ou les températures à chaque profondeur. Ces f.é.m. ou températures doivent être identiques, aux incertitudes près ; dans le cas contraire, il est nécessaire de réformer le thermocouple.

#### **Étalon de Référence**

- vérifier la validité du certificat d'étalonnage ;
- vérifier que l'étalon ne présente pas de défaut mécanique ou physique ;
- tester le 0°C de l'étalon de référence en le plongeant dans un bain de glace fondante. Dans le cas où l'indication serait différente aux incertitudes près, l'étalon ne peut servir

à aucun essai tant que l'anomalie détectée n'est pas traitée. En attendant sa réparation, une étiquette "HORS SERVICE" est apposée sur le thermomètre afin d'informer les utilisateurs de son état et interdire son utilisation pour des opérations nécessitant sa surveillance. À la suite d'une réparation, un nouvel étalonnage sera effectué.

### 6.1.3. Caractérisation des milieux de comparaison

Les générateurs de température (bain, four, ...) doivent faire l'objet d'une caractérisation thermique (stabilité, homogénéité radiale et axiale, ...). Les fluctuations de température pendant la durée de la mesure induisent une incertitude sur le résultat du mesurage.

L'étalonnage par comparaison comprend de nombreuses contributions d'incertitude. Deux caractéristiques métrologiques importantes des bains d'étalonnage sont la stabilité temporelle et l'homogénéité, qui contribuent toutes les deux aux incertitudes de type B. Les données sur la stabilité et l'homogénéité ne sont pas définies avec exactitude dans les manuels d'utilisation des équipements de différents fabricants. Pour ce faire, les laboratoires d'étalonnage doivent donc effectuer leur propre évaluation.

Cette évaluation doit être faite périodiquement (périodicité à proposer par le laboratoire) pour tenir compte des modifications dans le temps des caractéristiques thermiques du générateur.

La caractérisation thermique doit être faite après chaque intervention qui modifierait les caractéristiques thermiques du générateur.

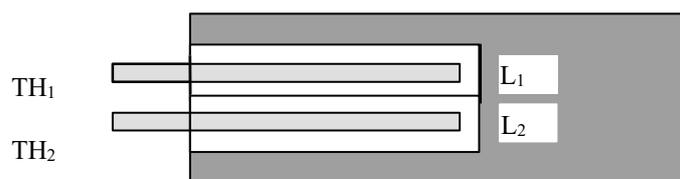
#### 6.1.3.1. Les moyens de mesure

Le générateur de température à évaluer (bain, four, etc).

Deux chaînes de mesure de température (indicateur et sondes de température associées).

#### 6.1.3.2. Détermination de l'homogénéité du milieu de comparaison

Cette opération consiste à mesurer les réponses des deux capteurs de nature identique placés dans deux logements d'un bloc d'égalisation d'un four ou dans deux puits thermiques d'un bain. Les réponses relevées permettent de calculer l'incertitude sur l'écart de température entre les 2 logements. La caractérisation du générateur sera effectuée pour chaque température d'étalonnage.



$L_1$  et  $L_2$  sont les deux logements utilisés dans lesquels on insère les capteurs. On relève les réponses corrigées des capteurs de la manière suivante :

- $r_1$  la réponse de TH<sub>1</sub> dans L<sub>1</sub>
- $r_2$  la réponse de TH<sub>2</sub> dans L<sub>2</sub>
- $r_3$  la réponse de TH<sub>2</sub> dans L<sub>1</sub>
- $r_4$  la réponse de TH<sub>1</sub> dans L<sub>2</sub>

et on calcule  $\varepsilon = [(r_2 - r_1) + (r_4 - r_3)] / 2$

### 6.1.3.3. Détermination de la stabilité du générateur

On relève "en continu" la température du générateur pour chaque logement du bloc ou du puits et pour chaque point d'étalonnage pendant 1 heure. On calcule l'écart entre les 2 valeurs extrêmes ( $\Delta T$ ). (Prélever le nombre de mesures nécessaires en régime établi). L'homogénéité verticale peut également être déterminée.

### 6.1.4. Conditions d'étalonnage

L'opérateur veille à ce que la profondeur d'immersion entre la référence et le thermomètre reste identique.

L'opérateur notera cette valeur sur la feuille de mesures et de calculs. Cependant, les thermocouples doivent être suffisamment introduits afin d'éviter les effets de la température ambiante sur la température du bain.

Les conditions environnementales en température et en hygrométrie doivent être enregistrées.

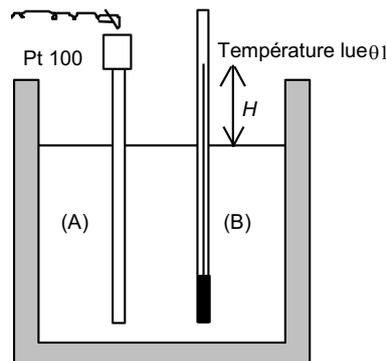
### 6.1.5. Étalonnage à 0 °C

- Plonger conjointement le thermomètre de référence avec le thermomètre à étalonner dans le récipient contenant de la glace fondante à l'équilibre thermique. Cet équilibre peut être obtenu rapidement (quelques secondes) en ajoutant dans le récipient environ un volume de glace pilée pour un demi-volume d'eau déminéralisée à température ambiante. Après stabilisation, la température du mélange se maintiendra à 0°C tant que le mélange comportera les deux phases liquide et solide ;
- Laisser stabiliser puis relever les températures lues sur le thermomètre de référence et sur le thermomètre à étalonner ;
- Pour les thermomètres à dilatation : noter le nombre de divisions en °C ( $H$ ) comprises entre la limite du niveau d'eau glacée du récipient et l'indication de température de la tige du thermomètre à étalonner.

### 6.1.6. Étalonnage des autres points

- Régler le générateur de température à la température désirée ;
- Laisser stabiliser puis relever les températures lues sur le thermomètre de référence et sur le thermomètre à étalonner ;
- Thermomètre à dilatation : noter la hauteur de la colonne émergeant du liquide ( $H$ ) comprise entre la limite du niveau du liquide du récipient ou du four et l'indication de température de la tige du thermomètre à étalonner.

## 6.2. Etalonnage des thermomètres à dilation de liquide



### 6.2.1. Choix des températures d'étalonnage

Les températures sont choisies de manière à permettre le relevé des valeurs réparties sur l'étendue de mesure comme suit :

- 0 °C ;
- température maximale d'utilisation du thermomètre à étalonner (valeur à reporter dans le certificat d'étalonnage) ;
- température minimale d'utilisation du thermomètre à étalonner (valeur à reporter dans le certificat d'étalonnage) ;
- 0 °C (valeur à reporter dans le certificat d'étalonnage).

Entre la température mini et maxi d'utilisation, l'opérateur choisira d'autres points de mesure correspondant à ses besoins.

L'expérience avec un type particulier de thermomètre fournit le guide le plus sûr pour le choix des températures, mais comme guide approximatif, on peut prendre cinq températures d'étalonnage ou des températures tous les 100 échelons couvrant au moins 80 % de l'étendue du thermomètre, ce qui donnerait une estimation de l'instrument.

### 6.2.2. Détermination de la correction de la colonne émergente

L'erreur due à la colonne émergente est corrigée ( $C_c$ ) en appliquant la formule suivante :

$$C_{ci} = A \cdot H_i \cdot (B_i - \theta_{ai}) \text{ avec :}$$

$B_i$  température lue sur le thermomètre

$\theta_{ai}$  température ambiante moyenne  $\left( \theta_{ai} = \frac{\theta_{début} + \theta_{fin}}{2} \right)$  autour de la colonne émergente pour chaque série de mesures

$H_i$  Hauteur de la colonne émergeant du liquide en °C

$A$  coefficient de dilatation cubique du liquide dans le verre

### **6.3. Etalonnage des thermomètres à résistance électrique**

#### **6.3.1. Principes de base de l'étalonnage des thermomètres à résistance**

Avant l'étalonnage, le thermomètre est amené à une température connue dans un environnement approprié et le paramètre de sortie (par exemple, la résistance électrique) est déterminé. Selon le type de thermostat utilisé, on distingue les méthodes à point fixe des méthodes de comparaison. Dans la méthode du point fixe, la température du point fixe respectif est réalisée, alors que dans le cas de la méthode de comparaison qui est traité dans le présent guide, l'élément d'étalonnage et un thermomètre étalon sont ajustés aussi précisément que possible à la même température à l'aide d'un thermostat et les indications des deux thermomètres sont comparées. La traçabilité métrologique des thermomètres étalons doit être assurée.

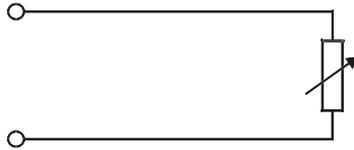
Pour la mesure avec l'élément à étalonner et/ou le thermomètre étalon, il faut utiliser des appareils de mesure électriques appropriés (ohmmètre, pont de mesure de résistance, résistances standard), lesquels doivent également avoir été étalonnés de manière traçable. Dans de nombreux cas, les exigences relatives aux conditions ambiantes - en particulier à la température ambiante - figurent dans les spécifications des appareils électriques. Ici, la résistance standard qui, pour les mesures avec de petites incertitudes de mesure est fréquemment maintenue à une température constante dans un thermostat séparé, est la plus critique. Un thermomètre calibré est également nécessaire pour la mesure de la température ambiante.

#### **6.3.2. Systèmes de connexion**

Des mesures trompeuses peuvent également survenir en raison de la résistance des conducteurs entrants qui doit être distinguée de la résistance du capteur. Dans la mesure de la résistance électrique, on distingue trois méthodes de connexion: les circuits à deux fils, les circuits à trois fils et les circuits à quatre fils.

#### **6.3.3. Système de connexion à deux fils**

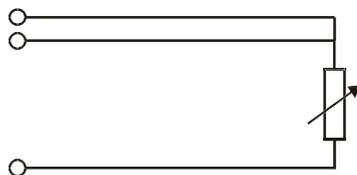
Dans le circuit bifilaire, la connexion entre l'élément capteur et l'instrument de mesure est assurée par un câble bifilaire. Comme tous les autres conducteurs électriques, celui-ci possède également une résistance connectée en série avec l'élément capteur. Les deux résistances s'ajoutent donc, conduisant à une indication de température systématiquement supérieure. Ceci est reflété dans la valeur d'étalonnage, mais il est omis de noter que pendant l'utilisation, la résistance électrique du fil varie également en raison d'influences de la température externe. Si le thermomètre à étalonner est muni d'une sonde, l'utilisateur doit prévoir d'autres écarts de mesure dépendant de la température de la sonde.



#### 6.3.4. Système de connexion à trois fils

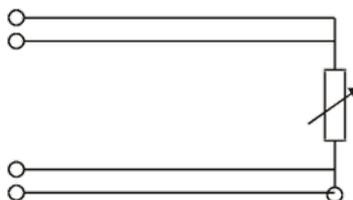
Pour la minimisation des influences des résistances de ligne et de leurs variations en fonction de la température, le système de connexion à trois fils est utilisé en métrologie industrielle. On obtient deux circuits de mesure dont l'un sert de référence. En raison du circuit utilisé, la résistance de ligne est compensée en ce qui concerne son intensité et sa dépendance à la température.

Comme les instruments de mesure utilisés pour l'étalonnage fonctionnent toutefois dans la technique à quatre fils, la résistance de boucle doit être mesurée séparément et compensée par des calculs.



#### 6.3.5. Système de connexion à quatre fils

La méthode de connexion optimale est le circuit à quatre fils. En raison de la connexion d'un trajet séparé de courant et de tension au capteur, le résultat de la mesure n'est affecté négativement ni par la résistance de la ligne elle-même ni par sa dépendance à la température. Il doit ainsi être assuré (par exemple, par les spécifications du fabricant) que le circuit à quatre fils est réalisé jusqu'à l'élément capteur. Cependant, si l'élément capteur à l'intérieur du thermomètre utilise la technique à deux fils, une résistance de ligne supplémentaire apparaît.



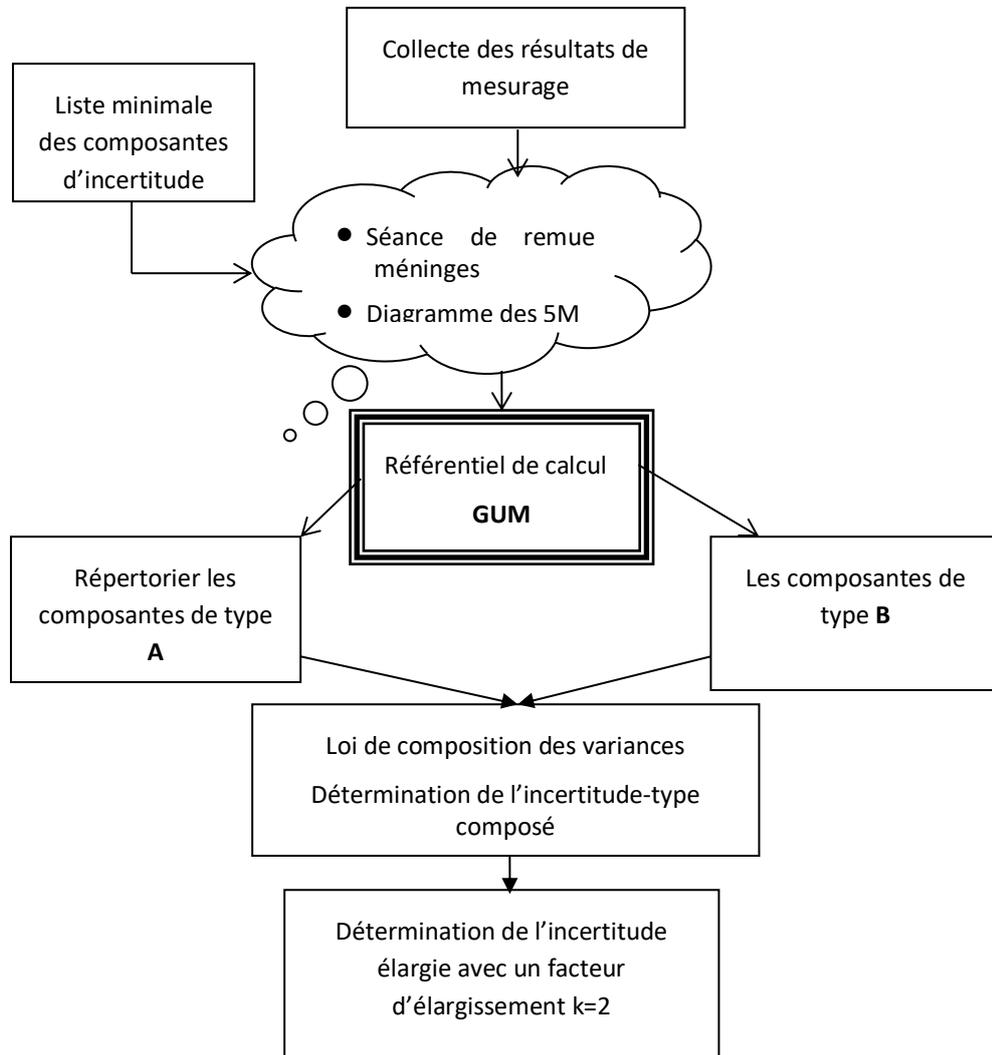
#### 6.3.6. Auto-échauffement

Pour la détermination de la résistance électrique, il faut effectuer une mesure électrique pour laquelle un courant de mesure doit être alimenté par le capteur. Le courant de mesure entraîne le chauffage du capteur (auto-échauffement) et donc la falsification du résultat de la mesure. Cet effet dépend non seulement de l'amplitude du courant de mesure, mais également des

conditions de mesure elles-mêmes. Lors de l'étalonnage, le mécanisme d'auto-échauffement doit être étudié ou un courant de mesure doit être choisi pour lequel cet effet est négligeable.

Si cela n'est pas possible, la valeur d'étalonnage doit être extrapolée à  $I = 0$  A par étalonnage pour différents courants de mesure.

## 7. Evaluation et expression des Incertitudes et résultats de mesure



### 7.1. Estimation de l'incertitude due au milieu de comparaison

#### 7.1.1. Incertitudes liées à la stabilité des bains

À la température d'étalonnage et pour une immersion donnée  $T_{moy} = (T_{max} + T_{min}) / 2$  est une indication de la température moyenne en un point. Soit  $\Delta_{max}$  la différence entre la plus forte et la plus faible des quatre valeurs de  $T_{moy}$  pour chaque immersion. Nous considérons cette

valeur comme la plus grande dispersion de la température à un instant donné à la profondeur d'immersion considérée.

L'incertitude-type associée est  $U_{st}$  :

$$u_{st}^2 = \frac{[Max(T_{max} - T_{min})]^2}{12}$$

### 7.1.2. Incertitudes type liées à l'homogénéité des bains

Après stabilisation, pour chaque température d'étalonnage, pour quatre positions en plan et deux profondeurs d'immersion dans le volume de travail, les valeurs minimales et maximales lues sur le thermomètre étalon de référence sont relevées.

À une température d'étalonnage donnée, nous avons 8 valeurs de l'excursion maximale de la température en un point donné. Si nous prenons la plus grande de ces valeurs comme dispersion maximale et l'incertitude associée est  $U_h$  :

$$u_h^2 = \frac{[Max(T_{max} - T_{min})]^2}{12}$$

## 7.2. Estimation de l'incertitude d'étalonnage d'un thermomètre à dilatation

### 7.2.1. L'incertitude-type liée à la répétabilité : $u_t$

L'incertitude-type  $u_{rep}$  liée à la répétabilité des mesures peut être estimée à partir du calcul de l'écart type ou de l'étendue maximale ( $W_{max}$ ) des valeurs lues, par l'expression :

Etendue maximale ( $W_{max}$ )

$$u_{rep} = \frac{W_{max}}{d_n}$$

Le tableau ci-dessous des valeurs de  $d_n$  pour  $n$  allant de 2 à 10. Exemple  $d_n = 2,06$  pour  $n = 4$  (nombre de mesures) :

<b><math>n</math></b>	2	3	<b>4</b>	5	6	7	8	9	10
$d_n$	1,13	1,69	<b>2,06</b>	2,33	2,53	2,70	2,85	2,97	3,08

Ecart-type de n observations individuelles :

$$\delta(q_k) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (q_k - \bar{q})^2}$$

L'écart-type expérimental de la moyenne  $\delta(\bar{q})$  :

$$\delta(\bar{q}) = \frac{\delta(q_k)}{\sqrt{n}}$$

### 7.2.2. L'incertitude-type d'étalonnage due au thermomètre étalon $u_{Ce}$

L'incertitude élargie du thermomètre étalon  $U_e$  (ex :  $\pm 0,5$  °C) et le facteur d'élargissement (ex :  $k = 2$ ) sont donnés dans son certificat d'étalonnage. On choisira la plus grande incertitude figurant dans le certificat aux alentours du point de mesure considéré.

L'incertitude-type  $u_{Ce}$  liée au thermomètre étalon correspond à :

$$u_{Ce} = \frac{U_e}{2}$$

### 7.2.3. L'incertitude de pérennité due au thermomètre étalon de référence : $u_{pe}$

S'il s'agit d'un premier étalonnage, on prend la valeur  $u_{pe}$  égale à l'incertitude-type  $u_{Ce}$  :

$$u_{pe} = u_{Ce} = \frac{U_e}{2}$$

On choisira la plus grande incertitude figurant dans le certificat aux alentours du point de mesure considéré.

À long terme, la pérennité correspondra à la plus grande variation de température entre 2 étalonnages, sur la base d'au moins 3 certificats d'étalonnage.

Si l'on dispose d'information sur les étalonnages antérieurs, l'incertitude de pérennité peut aussi être calculé à partir du plus grand écart de température entre deux étalonnages  $\Delta E$ .

$$u_{pe} = \frac{|\Delta E|}{\sqrt{3}}$$

l'incertitude-type de pérennité à retenir est :

$$u_{pe} = \max(u_{Ce}, u_{pe})$$

### 7.2.4. L'incertitude-type due au pas de quantification

#### Thermomètre à étalonner

Le pas de quantification correspond à la plus petite subdivision, notée  $d$ .

Pour les thermomètres à échelle graduée, cette petite subdivision (ou interpolation) peut être égale à la largeur de l'intervalle divisé par 2, 4, 5 ou 10 selon la largeur de l'intervalle. La composante d'incertitude-type pour les thermomètres à échelle graduée est prise égale à l'interpolation :

$$u_q = \frac{d}{2\sqrt{3}}$$

#### Thermomètre étalon de référence

Pour les thermomètres à affichage numérique, le pas de quantification est égal à la valeur ( $r$ ) d'incrément de l'affichage (résolution). La composante d'incertitude-type due au pas de quantification est égale à :

$$u_{res} = \frac{d}{2\sqrt{3}}$$

### 7.2.5. L'incertitude type due à la correction de la colonne émergente (thermomètre à dilatation) : $u_{Cci}$

Elle peut être prise en compte sous la forme d'une incertitude type en faisant l'hypothèse d'une loi de distribution rectangulaire soit :

$C_{ci} = A \cdot H_i \cdot (B_i - \theta_{ai})$  avec :

$B_i$  température lue sur le thermomètre ;

$\theta_{ai}$  température ambiante moyenne  $\left( \theta_{ai} = \frac{\theta_{début} + \theta_{fin}}{2} \right)$  autour de la colonne émergente pour chaque série de mesures ;

$H_i$  Hauteur de la colonne émergeant du liquide en °C ;

$A$  coefficient de dilatation cubique du liquide dans le verre

$$u_{Cci} = \frac{A \cdot H_i (B_i - \theta_{ai})}{2\sqrt{3}}$$

$A$  Coefficient de dilatation cubique du liquide dans le verre

Valeurs caractéristiques de A	Liquide
$1,6 \cdot 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	Mercure et alliage Mercure-Thallium
$10,4 \cdot 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	Éthanol
$10,3 \cdot 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	Toluène
$14,5 \cdot 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$	Pentane

### 7.2.6. Incertitudes liées au générateur

Incertitudes-types liées due à l'homogénéité du générateur :  $u_h$

Incertitudes-types liées due à la stabilité du générateur :  $u_{st}$

Composantes d'incertitude	Incertitude-type
Répétition des observations (répétabilité)	$u_{rep} = \frac{W_{max}}{d_n}$
	$\delta(q_k) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{K=1}^n (q_k - \bar{q})^2}$
	$\delta(\bar{q}) = \frac{\delta(q_k)}{\sqrt{n}}$
Etalonnage du thermomètre étalon de référence	$u_{Ce} = \frac{U_e}{2}$
Pérennité du thermomètre étalon de référence	$u_{pe} = u_{Ce} = \frac{U_e}{2}$
	$u_{pe} = \frac{ \Delta E }{\sqrt{3}}$
Pas de quantification	$u_q = \frac{d}{2\sqrt{3}}$

Résolution du thermomètre étalon de référence	$u_{res} = \frac{d}{2\sqrt{3}}$
Correction colonne émergente	$u_{Cci} = \frac{A \cdot N(B_i - \theta_{ai})}{2\sqrt{3}}$
Homogénéité du générateur	$u_h = \frac{Max(T_{max} - T_{min})}{2\sqrt{3}}$
Stabilité du générateur	$u_{st} = \frac{Max(T_{max} - T_{min})}{2\sqrt{3}}$

**7.2.7. Incertitude-type combinée**

$$u_c = \sqrt{u_{rep}^2 + u_{Ce}^2 + u_{pe}^2 + u_q^2 + u_{res}^2 + u_{Cci}^2 + u_h^2 + u_{st}^2}$$

**7.2.8. Incertitude élargie (k=2)**

$$U = \pm 2 \cdot u_c$$

**7.3. Estimation de l'incertitude d'étalonnage d'une chaîne de température**

**7.3.1. L'incertitude-type liée à la répétabilité :  $u_t$**

L'incertitude-type  $u_{rep}$  liée à la répétabilité des mesures peut être estimée à partir du calcul de l'écart type ou de l'étendue maximale ( $W_{max}$ ) des valeurs lues, par l'expression :

Etendue maximale ( $W_{max}$ )

$$u_{rep} = \frac{W_{max}}{d_n}$$

Le tableau ci-dessous des valeurs de  $d_n$  pour n allant de 2 à 10. Exemple  $d_n = 2,06$  pour n = 4 (nombre de mesures) :

<b>n</b>	2	3	<b>4</b>	5	6	7	8	9	10
<b><math>d_n</math></b>	1,13	1,69	<b>2,06</b>	2,33	2,53	2,70	2,85	2,97	3,08

Ecart-type de n observations individuelles :

$$\delta(q_k) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{k=1}^n (q_k - \bar{q})^2}$$

l'écart-type expérimental de la moyenne  $\delta(\bar{q})$  :

$$\delta(\bar{q}) = \frac{\delta(q_k)}{\sqrt{n}}$$

### 7.3.2. L'incertitude-type d'étalonnage due au thermomètre étalon $u_{Ce}$

L'incertitude-type  $u_{Ce}$  liée au thermomètre étalon correspond à :

$$u_{Ce} = \frac{U_e}{2}$$

### 7.3.3. L'incertitude-type de pérennité due au thermomètre étalon de référence :

$u_{pe}$

S'il s'agit d'un premier étalonnage, on prend la valeur,  $u_{pe}$  égale à l'incertitude type  $u_{Ce}$  :

$$u_{pe} = u_{Ce} = \frac{U_e}{2}$$

On choisira la plus grande incertitude figurant dans le certificat aux alentours du point de mesure considéré.

À long terme, la pérennité correspondra à la plus grande variation de température entre 2 étalonnages, sur la base d'au moins 3 certificats d'étalonnage.

Si l'on dispose d'information sur les étalonnages antérieurs, l'incertitude de pérennité peut aussi être calculé à partir du plus grand écart de température entre deux étalonnages  $\Delta E$ .

$$u_{pe} = \frac{|\Delta E|}{\sqrt{3}}$$

l'incertitude-type de pérennité à retenir est :

$$u_{pe} = \max(u_{Ce}, u_{pe})$$

### 7.3.4. L'incertitude-type due au pas de quantification

L'incertitude type due au pas de quantification du thermomètre étalon de référence :

$$u_{res1} = \frac{d}{2\sqrt{3}}$$

L'incertitude type due au pas de quantification du thermomètre à étalonner:

$$u_{res2} = \frac{d}{2\sqrt{3}}$$

### 7.3.5. Incertitudes liées au générateur

Incertitudes-types liées due à l'homogénéité du générateur :  $u_h$

Incertitudes-types liées due à la stabilité du générateur :  $u_{st}$

### 7.3.6. Incertitudes-types liées aux fuites thermiques

Retirer les sondes sur une distance d'au moins 3 cm et relever la variation de température :

$\Delta\theta$

$$u_f = \frac{\Delta\theta}{2\sqrt{3}}$$

### 7.3.7. Budget ou bilan d'incertitude

Composantes d'incertitude	Incertitude type
Répétition des observations (répétabilité)	$u_{rep} = \frac{W_{max}}{d_n}$
	$\delta(q_k) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{K=1}^n (q_k - \bar{q})^2}$
	$\delta(\bar{q}) = \frac{\delta(q_k)}{\sqrt{n}}$
Thermomètre étalon de référence	$u_{Ce} = \frac{U_e}{2}$
Pérennité du Thermomètre étalon de référence	$u_{pe} = u_{Ce} = \frac{U_e}{2}$
	$u_{pe} = \frac{ \Delta E }{\sqrt{3}}$
Pas de quantification du thermomètre étalon de référence	$u_{res1} = \frac{d}{2\sqrt{3}}$

Fuites thermiques du thermomètre à étalonner	$u_f = \frac{\Delta\theta}{2\sqrt{3}}$
Pas de quantification du thermomètre à étalonner	$u_{res2} = \frac{d}{2\sqrt{3}}$
Homogénéité du générateur	$u_h = \frac{Max(T_{max} - T_{min})}{2\sqrt{3}}$
Stabilité du générateur	$u_{st} = \frac{Max(T_{max} - T_{min})}{2\sqrt{3}}$

### 7.3.8. Incertitude-type combinée

$$u_c = \sqrt{u_{rep}^2 + u_{ce}^2 + u_{pe}^2 + u_{res1}^2 + u_{res2}^2 + u_f^2 + u_h^2 + u_{st}^2}$$

### 7.3.9. Incertitude élargie (k=2)

$$U = \pm 2 \cdot u_c$$

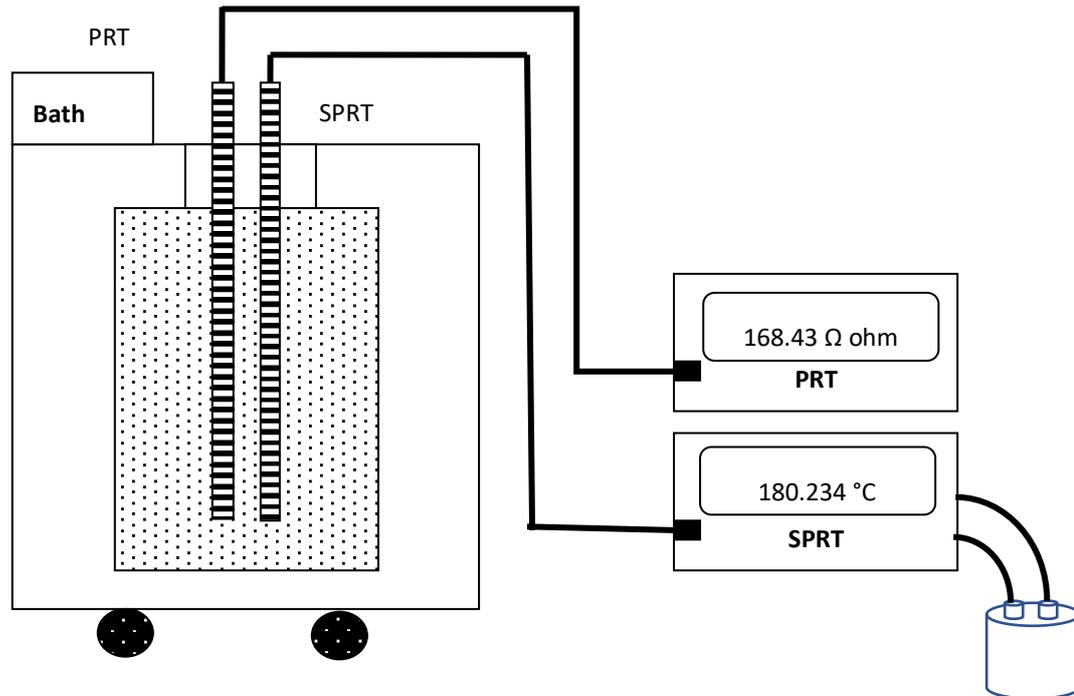
## 7.4. Estimation de l'incertitude d'étalonnage des thermomètres à résistance électrique à partir d'un pont de mesure

L'incertitude de mesure dans l'étalonnage d'un thermomètre dépend de la méthode d'étalonnage utilisée, de l'incertitude liée à l'étalonnage des étalons, des caractéristiques de l'appareil de mesure utilisé et des caractéristiques de l'équipement à étalonner. Aucune instruction générale sur l'incertitude de mesure de certains types de thermomètres ne peut donc être donnée. Les exemples de calcul de l'incertitude de mesure lors de l'étalonnage abordés dans cette section ne peuvent donc pas être transposés à un étalonnage réel ; les contributions en termes d'incertitude de mesure lors de l'étalonnage doivent plutôt être déterminées dans chaque cas particulier.

Ci-après, des exemples d'étalonnage de quatre types de thermomètres différents :

- étalonnage d'un thermomètre à résistance étalon (PRT) à l'aide d'un pont de mesure alternatif
- étalonnage d'un IPRT à l'aide d'un ohmmètre
- étalonnage d'un thermomètre électrique connecté à un indicateur (chaîne de mesure

Dans tous les exemples de ce chapitre, l'étalonnage de l'élément d'étalonnage est effectué selon la méthode de comparaison à une température nominale quelconque. Les mesures sont effectuées dans un milieu de comparaison agitée sans bloc de compensation. Le thermomètre étalon est une SPRT de 25 Ω.



#### 7.4.1. Détermination de la température de la sonde à étalonner

La température d'étalonnage de la sonde à étalonner est déterminée par la température mesurée par un thermomètre étalon (SPRT) et par des corrections supplémentaires suivantes :

$$t_x = t_N + \delta t_{Kal} + \delta t_{Drift} + c_R \delta R_R + \delta t_{Br} + \delta t_{WaN} + \delta t_{EWN} + \delta t_{WAP} + \delta t_{Hom} + \delta t_{Stab}$$

avec

$t_x$  température de la sonde à étalonner selon EIT-90

$t_N$  valeur moyenne de la température du SPRT

$\delta t_{Kal}$  correction due à l'incertitude d'étalonnage de la SPRT

$\delta t_{Drift}$  correction due à une dérive possible de la sonde SPRT depuis son dernier étalonnage

$\delta R_R$  correction due à l'incertitude d'étalonnage de la résistance étalon

$\delta t_{Br}$  correction due à l'incertitude d'étalonnage du pont de mesure

$\delta t_{WaN}$  correction due à une possible fuite thermique par le SPRT

$\delta t_{EWN}$  correction due à l'auto-échauffement du SPRT

$\delta t_{WAP}$  correction due à une possible fuite thermique par la sonde à étalonner

$\delta t_{Hom}$  correction due à des inhomogénéités dans le milieu de comparaison

$\delta t_{Stab}$  correction due à une raison d'instabilités temporelles dans le milieu de comparaison

$c_R$  sensibilité du pont de mesure; dans la gamme choisie,  $c_R = 10 \text{ K}/\Omega$  peut être utilisé.

Les corrections figurant dans cette liste sont dans la plupart des cas inconnues et vraisemblablement très faible.

Les contributions ont été déterminées comme suit:

- $t_N$  valeur moyenne de la température du thermomètre standard (SPRT): le pont de mesure calcule la température à partir des coefficients saisis de la fonction de déviation qui ont été déterminés lors de l'étalonnage, et calcule la valeur moyenne de dix mesures individuelles et l'écart type de cette valeur moyenne. Il en résulte une température moyenne de 180,234 °C avec un écart type de la valeur moyenne de 1,2 mK.
- $\delta t_{\text{Kal}}$  correction due à l'incertitude d'étalonnage du SPRT: Selon le certificat d'étalonnage, l'incertitude d'étalonnage du SPRT à 180 °C est de 15 mK ( $k = 2$ ), donc l'incertitude-type d'étalonnage est de 7,5 mK.
- $\delta t_{\text{Drift}}$  correction due à une éventuelle dérive du thermomètre depuis le dernier étalonnage: L'historique connu du thermomètre permet de conclure que la dérive depuis le dernier étalonnage ne sera pas supérieure à  $\pm 6$  mK. Il en résulte une incertitude-type de dérive de  $6 \text{ mK} / \sqrt{3} = 3,5 \text{ mK}$ .
- $\delta R_R$  correction due à l'incertitude de mesure lors de l'étalonnage de la résistance étalon: L'incertitude d'étalonnage relative de la résistance étalon est indiquée dans le certificat d'étalonnage sous la forme  $3 \cdot 10^{-6}$  ( $k=2$ ). Pour une valeur de résistance de la SPRT d'environ 43  $\Omega$ , cela correspond à une incertitude de 0,13 m $\Omega$  ( $k=2$ ) et à une incertitude type de 0,07 m $\Omega$ . L'expérience a montré que la dérive de la résistance depuis le dernier étalonnage peut être négligée.
- $\delta t_{\text{Br}}$  Correction due à l'incertitude du pont de mesure de résistance. Le certificat d'étalonnage indique pour la plage de mesure utilisée une incertitude élargie ( $k=2$ ) de 3 mK. L'indication du pont contient six chiffres, mais à l'interface avec l'acquisition des données, sept chiffres sont disponibles, sur lesquels une moyenne temporelle est effectuée. Ainsi, les incertitudes de mesure dues à la résolution limitée peuvent être négligées contrairement aux autres contributions à l'incertitude de mesure.
- $\delta t_{\text{WaN}}$  Correction due à une possible fuite thermique au niveau de la sonde SPRT: Le retrait du SPRT de 20 mm du bain a entraîné une variation de température de 2 mK (qui, en raison des variations de température du bain, n'a pu être estimée de manière imprécise). Il en résulte une incertitude type de  $2 \text{ mK} / \sqrt{3} = 1,2 \text{ mK}$ .
- $\delta t_{\text{EWN}}$  correction d'auto-échauffement du SPRT: le certificat d'étalonnage indique qu'un courant de mesure de 1 mA dans une cellule à triple point d'eau a entraîné un échauffement de 2,1 mK. Cette contribution est négligée par la suite, car le thermomètre est à la fois étalonné et utilisé avec un courant de mesure de 1 mA.
- $\delta t_{\text{WAP}}$  correction due à une possible fuite thermique au niveau de la sonde à étalonner: extraction de la sonde à étalonner de 20 mm du bain a provoqué une variation de température de 1 mK, mesurée avec pont de mesure. Cette contribution est négligée. Dans la plupart des exemples, il n'aurait pas été possible de détecter un effet en raison de la faible résolution des éléments d'étalonnage.
- $t_{\text{Hom}}$  correction due à des inhomogénéités dans le milieu de comparaison: des évaluations précédentes du milieu de comparaison ont montré que la différence de température entre la sonde à étalonner et les thermomètres étalons due à des inhomogénéités dans le bain pouvait atteindre au maximum  $\pm 8$  mK. Il en résulte une incertitude type de  $8 \text{ mK} / \sqrt{3} = 4,6 \text{ mK}$ .
- $\delta t_{\text{stab}}$  correction due aux instabilités temporelles dans le milieu de comparaison: il a été démontré par des évaluations antérieures que la stabilité du thermomètre étalon, a engendré des instabilités temporelles pouvant atteindre au plus  $\pm 6$  mK. Il en résulte une incertitude type de  $6 \text{ mK} / \sqrt{3} = 3,5 \text{ mK}$ .

Les contributions individuelles à l'incertitude de la température de la sonde à étalonner sont résumées ci-dessous : **Incertitude sur la température de la sonde à étalonner**

Quantité	Brève description	Estimation	Incertitude-type $u(x_i)$	Loi de probabilité	Coefficient de sensibilité $C_i$	Contribution en terme d'incertitude $u_i(y)= C_i  \cdot u(x_i)$
$t_N$	Dispersion des mesures de la SPRT	180.234 °C	1.2 mK	normale	1	1.2 mK
$\delta t_{Kal}$	Étalonnage - SPRT	0 K	7.5 mK	normale	1	7.5 mK
$\delta t_{Drift}$	Dérive de la sonde étalon-SPRT	0 K	3.5 mK	rectangulaire	1	3.5 mK
$\delta R_R$	Résistance étalon	0 $\Omega$	0.07 m $\Omega$	normale	10 K/ $\Omega$	0.7 mK
$\delta t_{Br}$	Pont de mesure	0 K	1.5 mK	normale	1	1.5 mK
$\delta t_{WaN}$	Fuite thermiques - SPRT	0 K	1.2 mK	rectangulaire	1	1.2 mK
$\delta t_{Hom}$	Homogénéité du milieu de comparaison	0 K	4.6 mK	rectangulaire	1	4.6 mK
$\delta t_{Stab}$	Stabilité du milieu de comparaison	0 K	3.5 mK	rectangulaire	1	3.5 mK
$t_x$	Température de la sonde à étalonner	180.234 °C	10 mK			

#### 7.4.2. Étalonnage d'un thermomètre à résistance de précision avec un pont de mesure en courant alternatif

La résistance de la sonde à étalonner (thermomètre de précision Pt100) est mesurée à la température  $t_x$ . Pour la mesure, on utilise le pont de mesure de résistance et la résistance étalon déjà utilisés pour la mesure avec l'étalon de référence; dans ce cas, la résistance est mesurée directement à l'aide du pont de mesure.

Le modèle de la mesure se présente comme suit :

$$t_x = t_N + \delta t_{Kal} + \delta t_{Drift} + C_R \delta R_R + \delta t_{Br} + \delta t_{WaN} + \delta t_{EWN} + \delta t_{WAP} + \delta t_{Hom} + \delta t_{Stab}$$

avec

$R_{MB}$  indication du pont de mesure

$\delta R_R$  correction due à l'incertitude d'étalonnage de la résistance étalon

$\delta R_{Br}$  correction due à l'incertitude d'étalonnage du pont de mesure

$\delta R_{Par}$  correction due aux tensions thermiques parasites

$\delta T$  correction due à l'incertitude de la température de la sonde à étalonner

$C_t$  sensibilité du thermomètre, ici 0,4  $\Omega$ / K

Les contributions ont été déterminées comme suit:

$R_{MB}$  : indication du pont de mesure: Le pont de mesure utilisé calcule la valeur moyenne à partir de 10 mesures individuelles de la résistance. Le résultat obtenu est une résistance de 168,432  $\Omega$  avec un écart type de la valeur moyenne de 2,2 m $\Omega$ .

$\delta R_R$  : correction due à l'incertitude de mesure lors de l'étalonnage de la résistance étalon: L'incertitude relative de la résistance étalon est indiquée dans le certificat d'étalonnage et vaut  $3 \cdot 10^{-6}$  ( $k = 2$ ); cela signifie pour une résistance de 170  $\Omega$  cela équivaut à une incertitude de 0,5 m $\Omega$  ( $k=2$ ) soit une incertitude-type de 0,25 m $\Omega$ . En raison de l'expérience acquise avec la résistance, la dérive de la résistance depuis le dernier étalonnage peut être négligée.

$\delta R_{Br}$  : correction due à l'incertitude d'étalonnage du pont de mesure: L'incertitude relative du pont de mesure est donnée dans le certificat d'étalonnage avec  $3 \cdot 10^{-6}$  ( $k=2$ ), à partir duquel une incertitude standard de 0,15 m $\Omega$  (liés à la résistance étalon). L'indication du pont de mesure contient six (6) chiffres, mais à l'interface avec l'acquisition des données, plus de chiffres, sur lesquels une moyenne temporelle est effectuée. Par rapport aux autres contributions en terme d'incertitude de mesure, les incertitudes de mesure dues à la résolution limitée peuvent donc être négligées.

$\delta R_{Par}$ ). Correction due à des tensions thermiques parasites : L'influence des tensions thermiques parasites peut être négligée si les mesures sont effectuées avec un pont alternatif. Si le thermomètre à résistance est destiné à être utilisé avec un instrument de mesure en courant continu, la détermination des erreurs de mesure dues à des tensions thermiques parasites nécessite des mesures supplémentaires (après accord du client).

$\delta T$  : Correction due à l'incertitude de la température de l'élément d'étalonnage: Dans le Tableau ci-dessus, l'incertitude de la température de l'élément d'étalonnage a été déterminée à 10,3 mK.

Ces contributions en termes d'incertitudes de mesure sont résumées dans le tableau ci-dessous : L'Incertitude de mesure de la résistance de la sonde à étalonner.

Quantité	Brève description	Estimation	Incertain-tude-type $u(x_i)$	Loi de probabilité	Coefficient de sensibilité $C_i$	Contribution en terme d'incertitude $u_i(y) =  C_i  \cdot u(x_i)$
$R_{MB}$	Lecture du pont de mesure	168.432 $\Omega$	2.2 m $\Omega$	normale	1	2.2 m $\Omega$
$\delta R_R$	Resistance étalon	0 $\Omega$	0.25 m $\Omega$	normale	1	0.25 m $\Omega$
$\delta R_{Br}$	Pont de mesure	0 $\Omega$	0.15 m $\Omega$	normale	1	0.15 m $\Omega$
$\delta T$	Temperature de la sonde à étalonner	0 K	10.3 mK	normale	0.4 $\Omega/K$	4.1 m $\Omega$
$R(t_x)$		168.432 $\Omega$	4.66 m $\Omega$			
$R(t_x)$					$k = 2$	9.32 m $\Omega$

**Résultats de mesure :** La résistance de l'IPRT à la température de 180,234 ° C est de 168,432 Ω. L'incertitude de mesure est de 9,4 mΩ. Cela correspond à une incertitude de la mesure en température de 24 mK.

L'incertitude indiquée est l'incertitude élargie obtenue à partir de l'incertitude type, combinée multipliée par le facteur d'élargissement  $k=2$ . La valeur de la grandeur à mesurer se situe avec une probabilité de 95% dans l'intervalle des valeurs attribuées.

#### 7.4.3. L'étalonnage d'un thermomètre à résistance de précision à l'aide un ohmmètre

À la température  $t_x$ , la résistance de la sonde à étalonner (*Pt100*) est mesurée. La mesure de la résistance de la sonde à étalonner est effectuée avec un instrument de mesure de la résistance étalonné à cinq chiffres (ohmmètre) pour lequel un certificat d'étalonnage est disponible.

Le modèle de cette mesure se présente comme suit:

$$R(t_x) = R_W + \delta R_{\text{Ohm}} + \delta R_{\text{Drift}} + \delta R_{\text{Auf}} + \delta R_{\text{Par}} + c_t \cdot \delta T + \delta R_{\text{Hys}}$$

Avec

$R_W$  indication de l'ohmmètre

$\delta R_{\text{Ohm}}$  correction due à l'incertitude d'étalonnage de l'ohmmètre

$\delta R_{\text{Drift}}$  correction due à la dérive de l'ohmmètre depuis son dernier étalonnage

$\delta R_{\text{Auf}}$  correction due à la résolution de l'ohmmètre

$\delta R_{\text{Par}}$  correction due aux tensions thermiques parasites

$\delta T$  correction due à l'incertitude de la température de la sonde à étalonner

$c_t$  sensibilité du thermomètre, 0.4 Ω/K

$R_W$  indication de l'ohmmètre : l'ohmmètre affiche une valeur de 168,43 Ω. L'écart-type de la valeur moyenne de plusieurs mesures est déterminée comme étant de 0,005 Ω.

$\delta R_{\text{Ohm}}$  correction due à l'incertitude d'étalonnage de l'ohmmètre: selon le certificat d'étalonnage, l'incertitude de mesure de l'ohmmètre est de 0,020 Ω ( $k = 2$ ) et l'incertitude type est donc de 10 mΩ

$\delta R_{\text{Drift}}$  correction due à la dérive de l'ohmmètre depuis le dernier étalonnage: En raison de l'historique connu de l'ohmmètre, il est garanti que la dérive depuis le dernier étalonnage est de  $\pm 20$  mΩ au maximum. Il en résulte une incertitude standard de  $20 \text{ m}\Omega / \sqrt{3} = 11,5 \text{ m}\Omega$ .

$\delta R_{\text{Auf}}$  correction due à la résolution de l'ohmmètre: La résolution de l'ohmmètre de 0,01 Ω permet une lecture à l'intérieur de  $\pm 0,005$  Ω. Il en découle une incertitude type de  $5 \text{ m}\Omega / \sqrt{3} = 2,9 \text{ m}\Omega$ .

$\delta R_{\text{Par}}$  Correction due à des tensions thermiques parasites. L'influence des tensions thermiques parasites a été déterminée par inversion de l'ohmmètre. En raison des limites de la résolution de l'ohmmètre, un effet n'a pas pu être détecté et peut donc être négligé.

$\delta T$  correction due à l'incertitude de la sonde à étalonner: Dans le tableau ci-dessus, l'incertitude de la température de la sonde à étalonner a été déterminée et vaut : 10,3 mK.

$\delta R_{Hys}$  correction due aux effets d'hystérésis: Deux mesures ont été effectuées. Pour une mesure, le thermomètre était auparavant dans un bain de sel à 250 °C et pour l'autre mesure à 0 °C. Les résultats ont différé de 22 mΩ. Il en résulte une contribution à l'incertitude de mesure de  $22 \text{ m}\Omega / 2\sqrt{3} = 6,4 \text{ m}\Omega$ .

Ces contributions en termes d'incertitude de mesure sont résumées au tableau ci-dessous : Incertitude de mesure de la résistance de la sonde à étalonner.

Quantité	Brève description	Estimation	Incertitude-type $u(x_i)$	Loi de probabilité	Coefficient de sensibilité $C_i$	Contribution en terme d'incertitude $u_i(y) =  C_i  \cdot u(x_i)$
$R_w$	Lecture de ohmmètre	168.43 Ω	5 mΩ	normale	1	5 mΩ
$\delta R_{Ohm}$	Etalonnage de ohmmetre	0 Ω	10 mΩ	normale	1	10.0 mΩ
$\delta R_{Drift}$	Dérive - ohmmètre	0 Ω	11.5 mΩ	rectangulaire	1	11.5 mΩ
$\delta R_{Auf}$	Resolution de ohmmètre	0 Ω	2.9 mΩ	rectangulaire	1	2.9 mΩ
$\delta R_{Hys}$	Effet d'hysteresis	0 Ω	6.4 mΩ	rectangulaire	1	6.4 mΩ
$\delta T$	Température de la sonde à étalonner	0 K	10.3 mK	normale	0.4 Ω/K	4.1 mΩ
$R(t_x)$		168.43 Ω	18.0 mΩ			
$R(t_x)$					$k = 2$	33.6 mΩ

**Résultat de mesure :** La résistance de l'IPRT à la température de 180,234 °C est de 168,43 Ω. L'incertitude de mesure est 0.04 Ω. Cela correspond à une incertitude de mesure de la température de 0,09 °C.

L'incertitude indiquée est l'incertitude élargie obtenue à partir de l'incertitude type, multipliée par le facteur de dilatation  $k=2$ . La valeur de la grandeur à mesurer est avec une probabilité de 95% dans l'intervalle des valeurs attribuées.

#### 7.4.4. Etalonnage d'un thermomètre électrique connecté à son indicateur (Chaîne de température)

A la température  $t_x$ , l'indication  $A(t_x)$  d'un thermomètre électrique à indication directe est lue. C'est un thermomètre Pt100 avec un dispositif indicateur associé avec une résolution de 0,01 °C. Ce qui est recherché est la correction  $K(t_x)$  qui doit être ajoutée à l'indication pour obtenir la bonne température. Le modèle de cette mesure est obtenu comme suit :

$$K(t_x) = t_x + \delta t_{\text{Auf}} - A(t_x)$$

Avec

$K(t_x)$  la correction du thermomètre

$t_x$  température du thermomètre étalon

$A(t_x)$  la lecture du thermomètre à étalonner

$\delta t_{\text{Auf}}$  la correction due à la résolution du thermomètre à étalonner

$t_x$  température du thermomètre étalon: selon le tableau ci-dessus, la température du thermomètre est de 180,234 °C avec une incertitude type de 10,3 mK.

$A(t_x)$  lecture du thermomètre à étalonner : Le thermomètre affiche une température de 180,25 °C. Pendant une durée de mesure de 5 min, cette température était constamment indiquée ; la variation statistique peut donc être négligée.

$\delta t_{\text{Auf}}$  correction due à la résolution du thermomètre: Avec une résolution de 10 mK, la lecture est possible uniquement dans les  $\pm 5$  mK. Il en résulte une incertitude type de  $5 \text{ mK} / 2\sqrt{3} = 2,9 \text{ mK}$ .

Ces contributions en terme d'incertitudes de mesure sont données dans le tableau ci-dessous :

Quantité	Brève description	Estimation	Incertitude-type $u(x_i)$	Loi de probabilité	Coefficient de sensibilité $C_i$	Contribution en termes d'incertitude $u_i(y)= C_i  \cdot u(x_i)$
$t_x$	Température de la sonde étalon	180.234 °C	10.3 mK	normal	1	10.3 mK
$A(t_x)$	Lecture de la sonde à étalonner	180.25 °C	0 mK	normal	1	0 mK
$\delta t_{\text{Auf}}$	Résolution de la sonde à étalonner	0 K	2.9 mK	rectangulaire	1	2.9 mK
$K(t_x)$	Correction	-16 mK	10.7 mK			
$K(t_x)$					$k = 2$	21 mK

Incertitude de mesure de l'indication de la sonde à étalonner.

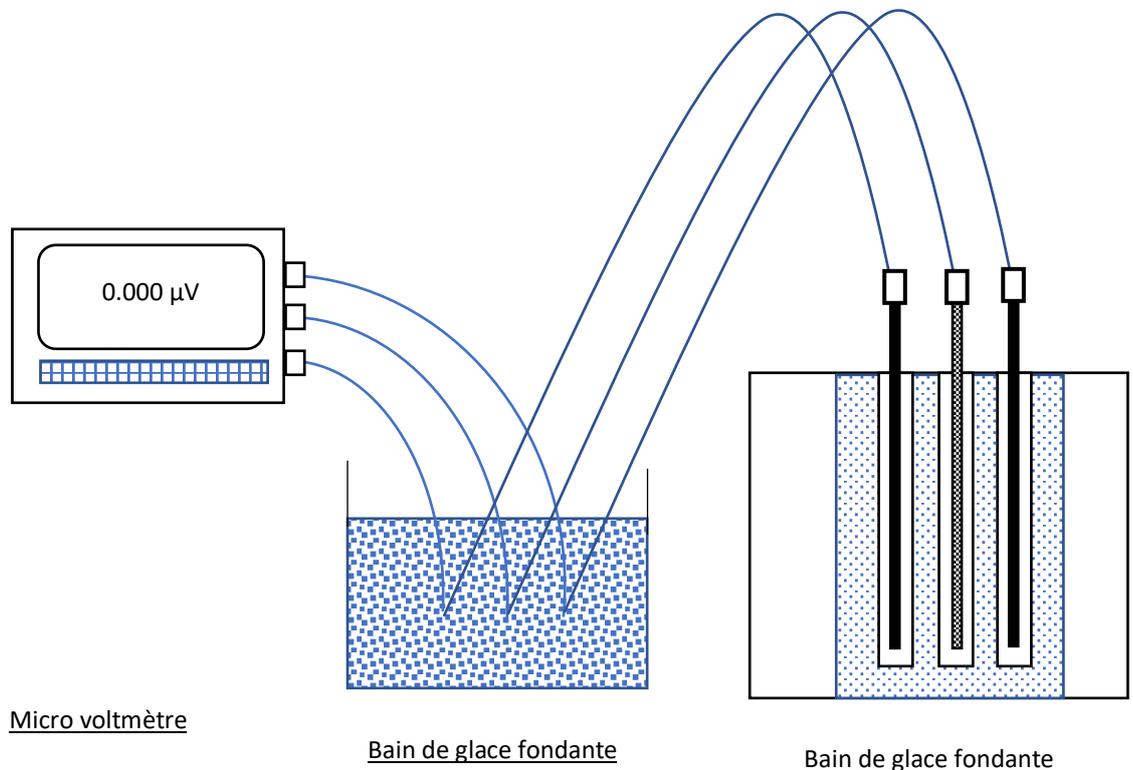
### 7.5. Etalonnage d'un thermocouple de type N à 1000 ° C

L'exemple qui suit correspond à l'étalonnage d'un couple thermoélectrique de type N par comparaison avec deux (2) thermocouples de référence de type R étalonné par comparaison par un laboratoire d'étalonnage accrédité en température, à une température de 1000 °C en vue d'effectuer une vérification.

Les f.é.m. générées par les thermocouples sont mesurées à l'aide d'un microvoltmètre numérique (étalonnés périodiquement par un laboratoire accrédité en électricité) au moyen d'un sélecteur/inverseur. Tous les thermocouples ont leurs jonctions de référence à 0 °C à l'aide d'un point de glace fondante.

La jonction de référence du couple est maintenue à 0 °C à l'aide d'un point de glace fondante.

**Générateur de température :** Le générateur de température est un four tubulaire thermostaté muni d'un bloc d'égalisation thermique.



La température de la jonction chaude du thermocouple à étalonner est :

$$t_x = t_s(V_{is} + \delta V_{is1} + \delta V_{is2} + \delta V_R - \frac{\delta t_{0s}}{C_{s0}}) + \delta t_D + \delta t_F$$

$$\cong t_s(V_{is}) + C_s \cdot \delta V_{is1} + C_s \cdot \delta V_{is2} + C_s \cdot \delta V_R - \frac{C_s}{C_{s0}} \delta t_{0s} + \delta t_D + \delta t_F$$

La tension entre les fils du thermocouple à étalonner et la soudure froide à 0 °C pendant l'étalonnage est :

$$V_x(t) \cong V_x(t_x) + \frac{\Delta t}{C_x} - \frac{\delta t_{0x}}{C_{x0}} = V_{ix} + \delta V_{ix1} + \delta V_{ix2} + \delta V_R + \delta V_{Lx} + \frac{\Delta t}{C_x} - \frac{\delta t_{0x}}{C_{x0}}$$

Où

$t_s(V)$  température du thermomètre de référence en tension avec la soudure froide à 0 °C.  
La fonction est indiquée dans le certificat d'étalonnage.

$V_{iS}, V_{iX}$  indications du voltmètre ;

$\delta V_{iS1}, \delta V_{iX1}$  corrections de tension dues à l'étalonnage du voltmètre;

$\delta V_{iS2}, \delta V_{iX2}$  corrections de tension dues à la résolution du voltmètre

$\delta V_R$  correction de tension due aux effets de contact du commutateur inverseur;

$\delta t_{0S}, \delta t_{0X}$  corrections de température dues aux températures de référence ;

$C_S, C_X$  coefficient de sensibilité des thermocouples pour la tension à la température de mesure de 1000 °C

$C_{S0}, C_{X0}$  coefficient de sensibilité des thermocouples pour la tension à la température de référence de 0 °C;

$\alpha_D$  dérive des thermomètres de référence depuis le dernier étalonnage;

$\delta t_F$  correction de température due à la non uniformité du four

$t$  température à laquelle le thermocouple doit être étalonné (point d'étalonnage);

$\Delta t = t - t_X$  écart de la température du point d'étalonnage par rapport à la température du four;

$\delta V_{LX}$  correction de tension due aux fils de compensation.

Le résultat indiqué correspond à la f.é.m. de sortie du thermocouple à étalonner à la température de sa jonction chaude.

Étant donné que le processus de mesure comprend deux (2) étapes :

- détermination de la température du four ;
- détermination de la force électromotrice (f.é.m.) du thermocouple à étalonner
- L'évaluation de l'incertitude de mesure est divisée également en deux (2) parties.
  - Incertitude sur la détermination de la température du four ;
  - Incertitude sur la détermination de f.é.m. du thermocouple à étalonner.

**Étalons de référence:** Les thermocouples de référence de type R sont fournis avec des certificats d'étalonnage qui indiquent la température à leurs jonctions chaudes avec leur jonction froide à 0 °C de la tension à travers leurs fils. L'incertitude élargie de la mesure à 1000 °C est  $U = 0,3 \text{ °C}$  (facteur d'élargissement  $k=2$ ).

D'après les étalonnages précédents, la dérive des valeurs des étalons de référence est estimée à zéro dans la limite de 0,3 °C.

**Coefficients de sensibilité en tension :** Les coefficients de sensibilité en tension des thermocouples de référence et le thermocouple à étalonner selon les tables de référence.

	1000 °C	0 °C
Thermocouple de référence	$C_S = 0,077 \text{ °C}/\mu\text{V}$	$C_{S0} = 0,189 \text{ °C}/\mu\text{V}$
Thermocouple à étalonner	$C_X = 0,026 \text{ °C}/\mu\text{V}$	$C_{S0} = 0,039 \text{ °C}/\mu\text{V}$

**Résolution et étalonnage du voltmètre :** Un microvoltmètre d'affichage à 4½ chiffres a été utilisé dans sa plage de 10 mV, entraînant une résolution maximale de 0,5 V pour chaque indication.

Le certificat d'étalonnage indique une incertitude élargie constante de la mesure de  $U = 2,0 \mu\text{V}$  (facteur d'élargissement  $k=2$ ) pour des tensions inférieures à 50 mV. L'opérateur effectue une correction des résultats.

**Tensions parasites:** des « tensions offset » parasites résiduelles en raison des contacts de commutation ont été estimés à zéro à  $\pm 2 \text{ mV}$ .

**Températures de référence:** La température du point de référence de chaque thermocouple est connue comme 0 °C dans une plage de  $\pm 0,1 \text{ °C}$ .

**Gradients de température:** Les gradients de température à l'intérieur du four ont été mesurés. À 1000 °C, les écarts par rapport à la non-uniformité de la température dans la zone de mesure sont compris entre  $\pm 1,5 \text{ °C}$

**Câbles de compensation:** Les câbles de compensation ont été testés dans la plage de 0 °C à 40 °C. Les différences de tension entre les câbles et les fils du thermocouple sont estimées inférieures à 5  $\mu\text{V}$ .

**Observations:** La méthode de mesure utilisée pour les thermocouples permet une réduction des effets de dérive en température au niveau de la source thermique et des tensions parasites dans le circuit de mesure:

La méthode de mesure utilisée s'apparente à la Méthode ABBA ou la double pesée de Borda qui permet de s'affranchir des effets de dérive des mesures réalisées au niveau des instruments de mesure.

1<sup>er</sup> cycle:

1<sup>er</sup> étalon, thermocouple à étalonner, 2<sup>ème</sup> étalon, 2<sup>ème</sup> étalon, thermocouple à étalonner,

1<sup>er</sup> étalon.

Inversion de polarité.

2<sup>ème</sup> cycle:

1<sup>er</sup> étalon, thermocouple à étalonner, 2<sup>ème</sup> étalon, 2<sup>ème</sup> étalon, thermocouple à étalonner,

1<sup>er</sup> étalon.

Les résultats de mesure sont consignés dans le tableau ci-dessous :

Thermocouple	N°	1 <sup>ère</sup> référence ( $\mu\text{V}$ )	A étalonner ( $\mu\text{V}$ )	2 <sup>ème</sup> référence ( $\mu\text{V}$ )
<b>Tension indiquée, corrigée</b>	1	10500	36248	10505
	2	10503	36249	10503
	3	10503	36248	10505
	4	10504	36251	10505
	5	10504	36252	10503
<b>Tension moyenne</b>		<b>10503</b>	<b>36249,6</b>	<b>10504</b>
<b>Température de la jonction chaude</b>		1000,5 °C		1000,6 °C
<b>Température du four</b>			<b>1000,55 °C</b>	

Les lectures de chaque thermocouple de référence sont converties en observations de température au moyen des relations tension-température indiquées dans leurs certificats d'étalonnage.

En prenant la moyenne, cela correspond à une observation de la température du four à l'emplacement du thermocouple à étalonner.

De manière similaire, une observation de la tension du thermocouple à étalonner est extraite.

Une série de cinq (05) mesures a déjà été réalisée à la même température de fonctionnement, donnant des estimations de l'écart type de la température du four  $t_s$  et de la tension du thermocouple à étalonner  $V_{ix}$ .

Les incertitudes-types de mesure résultantes sont les suivantes :

Estimation globale de l'écart-type (Référence n°1) :  $s_p(t_s) = 1,64 \text{ °C}$

Incertitude-type :  $u(t_s) = \frac{s_p(t_s)}{\sqrt{5}} = 0,73 \text{ °C}$

Estimation globale de l'écart-type (Référence n°2) :  $s_p(t_s) = 1,10 \text{ °C}$

Incertitude-type :  $u(t_s) = \frac{s_p(t_s)}{\sqrt{5}} = 0,49 \text{ °C}$

### Ecart type de répétabilité global $S_g$

Si les écarts types  $S_j$  ne sont pas significativement différents, l'écart type de répétabilité est estimé selon la formule :

$$S_g = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{j=1}^N S_j^2}$$

avec :

$S_j$ : défini ci-dessus

$N$  : nombre de thermocouple de référence

Si les écarts types  $S_j$  sont significativement différents, l'écart type de répétabilité devient :

$$S_g = \max.(S_j)$$

Estimation globale de l'écart-type:

$$s_p(V_{ix}) = 1,82 \mu\text{V}$$

Incertitude-type :

$$u(V_{ix}) = \frac{s_p(V_{ix})}{\sqrt{5}} = 0,81 \mu\text{V}$$

### Budget d'incertitude de la Température du four:

Quantité $X_i$	Estimation $x_i$	Incertitude- type $u(x_i)$	Loi de probabilité	Coefficient de sensibilité $C_i$	Contribution en terme d'incertitude $u_i(y) =  C_i  \cdot u(x_i)$
$t_s$	1000,55 °C	0,05 °C	normale	1,0	0,05 °C
$\delta V_{IS1}$	0 $\mu\text{V}$	1,00 $\mu\text{V}$	normale	0,077 °C/ $\mu\text{V}$	0,077 °C
$\delta V_{IS2}$	0 $\mu\text{V}$	0,29 $\mu\text{V}$	rectangulaire	0,077 °C/ $\mu\text{V}$	0,022 °C
$\delta V_R$	0 $\mu\text{V}$	1,15 $\mu\text{V}$	rectangulaire	0,077 °C/ $\mu\text{V}$	0,089 °C
$\delta t_{OS}$	0 °C	0,058 °C	rectangulaire	-0,407	-0,024 °C
$\delta t_s$	0 C	0,15 °C	normale	1,0	0,15 °C
$\delta t_D$	0 °C	0,173 °C	rectangulaire	1,0	0,173 °C
$\delta t_F$	0 °C	0,577 °C	rectangulaire	1,0	0,577 °C
$t_x$	1000,55 °C				0,635 °C

**Budget d'incertitude (f.é.m. du thermocouple à étalonner):**

Quantité $X_i$	Estimation $x_i$	Incertitude- type $u(x_i)$	Loi de probabilité	Coefficient de sensibilité $c_i$	Contribution en terme d'incertitude $u_i(y)= c_i  \cdot u(x_i)$
$V_{ix}$	36249,6 $\mu\text{V}$	1,60 $\mu\text{V}$	normale	1,0	1,60 $\mu\text{V}$
$\delta V_{ix1}$	0 $\mu\text{V}$	1,00 $\mu\text{V}$	normale	1,0	1,00 $\mu\text{V}$
$\delta V_{ix2}$	0 $\mu\text{V}$	0,29 $\mu\text{V}$	rectangulaire	1,0	0,29 $\mu\text{V}$
$\delta V_R$	0 $\mu\text{V}$	1,15 $\mu\text{V}$	rectangulaire	1,0	1,15 $\mu\text{V}$
$\delta V_{Lx}$	0 $\mu\text{V}$	2,9 $\mu\text{V}$	rectangulaire	1,0	2,9 $\mu\text{V}$
$\Delta t_x$	0,5 $^{\circ}\text{C}$	0,641 $^{\circ}\text{C}$	normale	38,5 $\mu\text{V}/^{\circ}\text{C}$	24,5 $\mu\text{V}$
$\delta t_{0x}$	0 $^{\circ}\text{C}$	0,058 $^{\circ}\text{C}$	rectangulaire	-25,6 $\mu\text{V}/^{\circ}\text{C}$	-1,48 $\mu\text{V}$
$V_x$	36249,6 $\mu\text{V}$				25,0 $\mu\text{V}$

L'incertitude élargie associée à la mesure de la température du four est :

$$U = k \times u(t_x) = 2 \times 0,641 \text{ } ^{\circ}\text{C} = 1,3 \text{ } ^{\circ}\text{C}$$

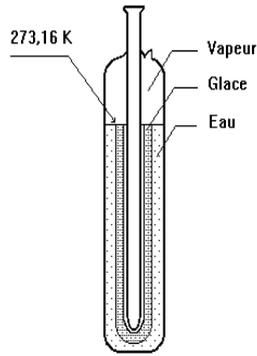
L'incertitude élargie associée à la valeur de la force électromotrice (f.é.m.) du thermocouple à étalonner est :

$$U = k \times u(V_x) = 2 \times 25,0 \text{ } \mu\text{V} = 50 \text{ } \mu\text{V}$$

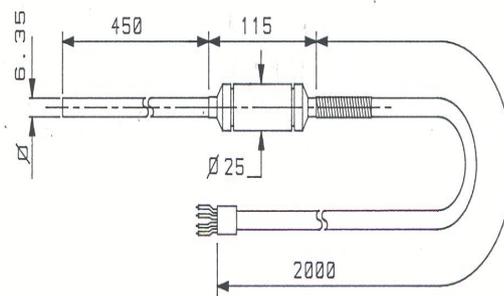
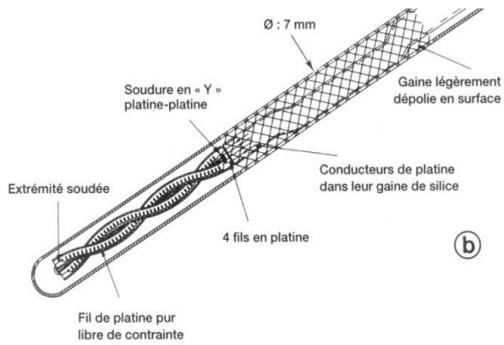
**Résultat de mesure**

Le thermocouple de type N, à la température de 1000,0  $^{\circ}\text{C}$ , avec sa soudure froide à la température de 0  $^{\circ}\text{C}$ , a une f.é.m. de 36 230  $\mu\text{V} \pm 50 \text{ } \mu\text{V}$ .

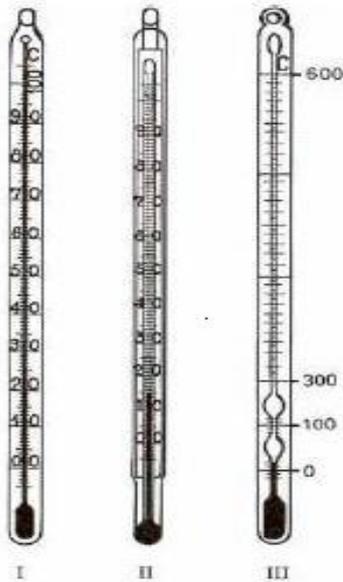
L'incertitude élargie de mesure communiquée est exprimée avec un facteur d'élargissement  $k=2$ , qui correspond à une probabilité d'environ 95%.



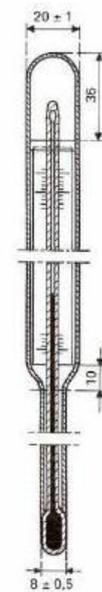
Point triple de l'eau



Thermomètre à résistance



Thermomètres de laboratoire



Thermomètre industriel

PROGRAMME SYSTÈME QUALITÉ DE L'AFRIQUE DE L'OUEST (PSQAO)  
APPUI À LA MISE EN ŒUVRE DE LA POLITIQUE QUALITÉ DE LA CEDEAO (ECOQUAL)  
FINANCÉ PAR L'UNION EUROPÉENNE  
EXÉCUTÉ PAR L'ONUDI



Département du commerce, des investissements  
et de l'innovation (TII)  
Centre international de Vienne B.P. 300,  
1400 Vienne, Autriche  
Email: [tii@unido.org](mailto:tii@unido.org)  
[www.unido.org](http://www.unido.org)

Programme Système Qualité de l'Afrique  
de l'Ouest  
ECOWAS Building River Mall & Plaza Central Area,  
Abuja FCT Nigeria  
Email: [contact@ecowaq.org](mailto:contact@ecowaq.org)  
[www.ecowaq.org](http://www.ecowaq.org)

EXÉCUTÉ PAR

