



# Points eutectiques métal-carbone appliqués à la thermométrie de contact au-dessus de 1100 °C

**Présentation: G.Failleau**

**Equipe: G.Failleau, N. Fleurence, T. Deuzé,  
M. Sadli, S. Briaudeau, J-O. Favreau, R. Morice**

# Points fixes métal-carbone

- Généralités
- Développements de cellules points fixes
- Thermocouples Pt/Pd
- Résultats au Co-C
- Conclusions & perspectives

# Contexte

- ❑ Incertitudes importantes aux étalonnages de thermocouples au-delà du point de cuivre (1084 °C) :
  - $> \pm 0,7$  °C au point de fusion du Pd (1554 °C)
  - $> \pm 4,5$  °C à 2000 °C par comparaison
  
- ❑ L'EIT-90 ne propose pas de point fixe dans le domaine pratique  $> 1100$  °C
  
- ❑ Nécessité d'une alternative à la *méthode du fil*
  - **$> \pm 0,7$  °C au point de fusion du Pd (1554 °C)**



**Méthode destructive**



## Vers de nouvelles références ...

- Nouveaux étalons « points fixes » haute température basés sur la fusion d'alliages métal-carbone ( $T > 1100\text{ °C}$ )

### ➤ Objectifs:

- Réduire les incertitudes d'un facteur 2 à 5
- Mettre en place des moyens d'étalonnage plus pratiques et pouvant être comparés aux autres laboratoires nationaux
- Etablir les caractéristiques métrologiques des thermocouples réfractaires

# Point fixes métal-carbone

- Généralités
- Développements de cellules points fixes
- Thermocouples Pt/Pd
- Résultats au Co-C
- Conclusions & perspectives

# Historique

## □ En 2002 : Le Projet Himert

- 1er lot de cellules eutectiques métal-carbone construit
- Application aux thermocouples W/Re > 1550 °C
- Application aux thermocouples à base de Pt < 1550°C
- Comparaison entre NMIJ (Jap), PTB (All), LNE (Fr)

## □ Depuis 2006 : Le Projet commun Euramet n°857 / Métrologie Française

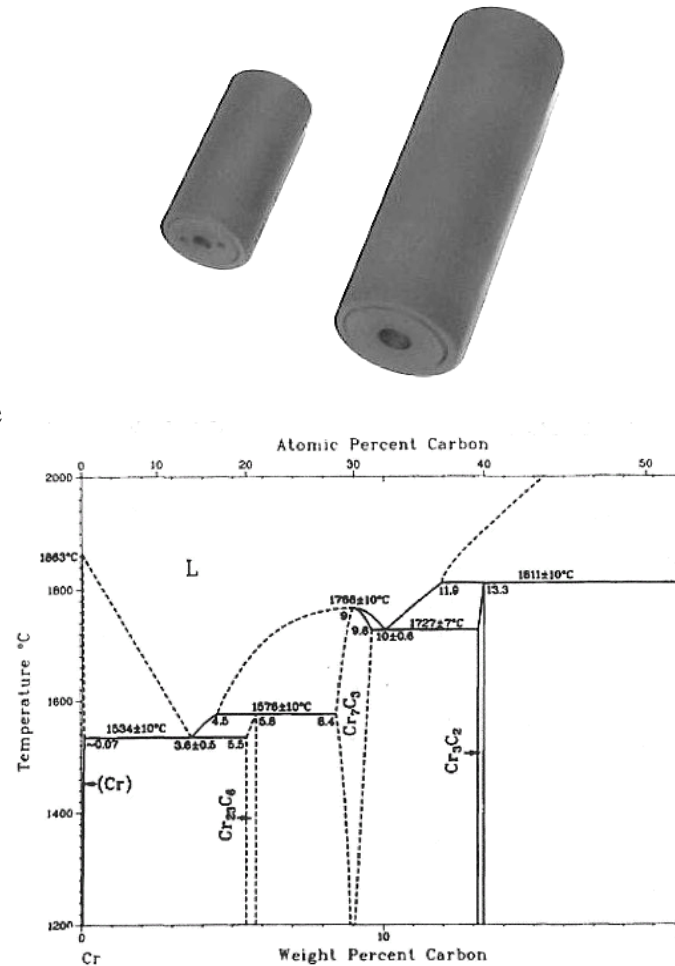
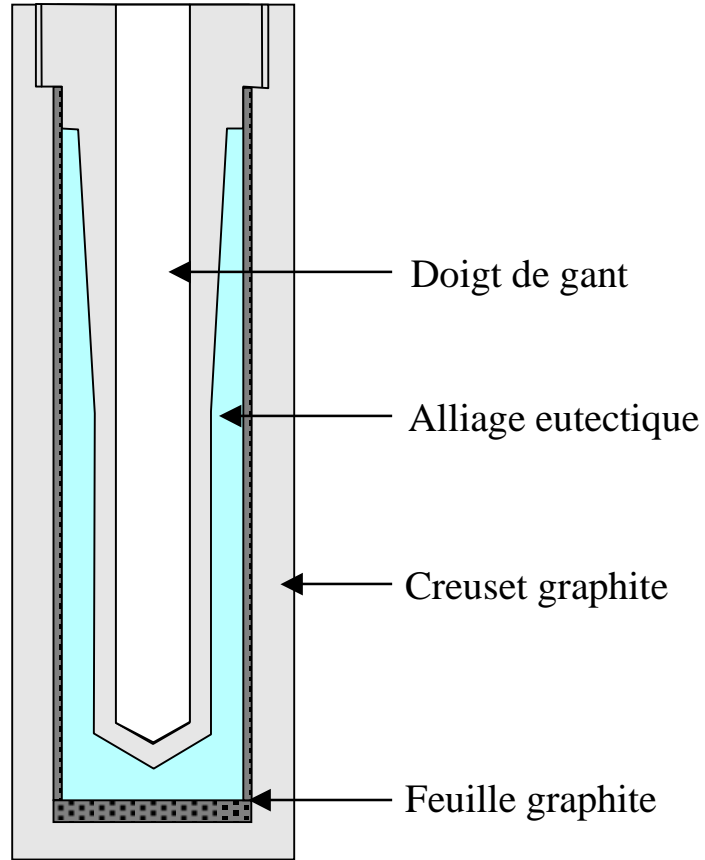
- Programme d'inter-comparaison entre NMIJ (Jap), PTB (All), LNE (Fr) et NPL (UK)

(cellules Co-C, Pd-C, par thermocouples Pt-Pd)



# Développements techniques au LNE

## Première génération de cellules (Projet Himert)



Ru-C →  
1953 °C

Pt-C →  
1738 °C

Pd-C →  
1492 °C

Co-C →  
1324 °C

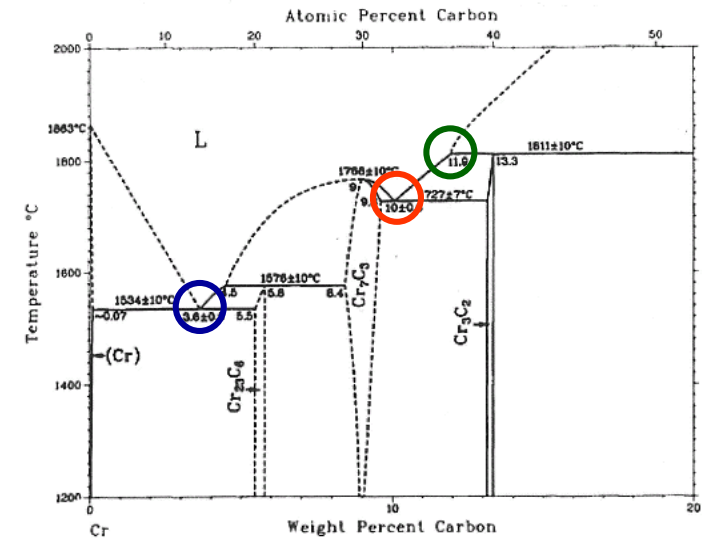
Cu →  
1084 °C



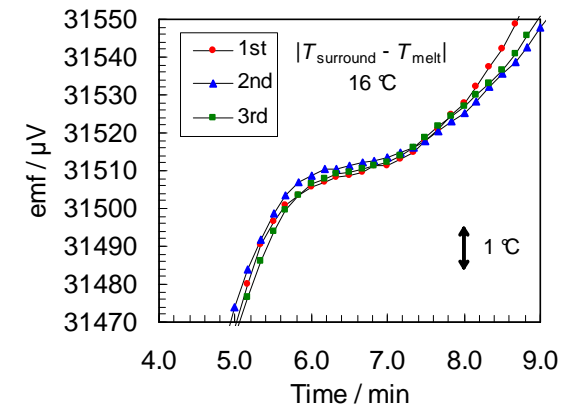
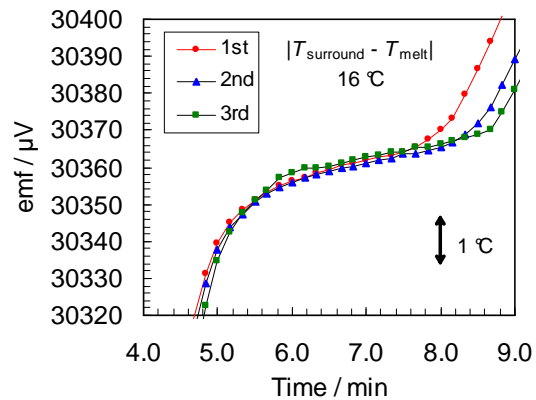
# Développements spécifiques

## Cellules Cr-C aux points eutectique & péritectique

- Collaboration internationale :
  - H. Ogura (NMIJ, Jap) Chercheur Invité
- Métal bon marché (Vs Platine)
- 1er point eutectique : alternative au Pd-C ?



### Point eutectique Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub>-Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> (1742°C)



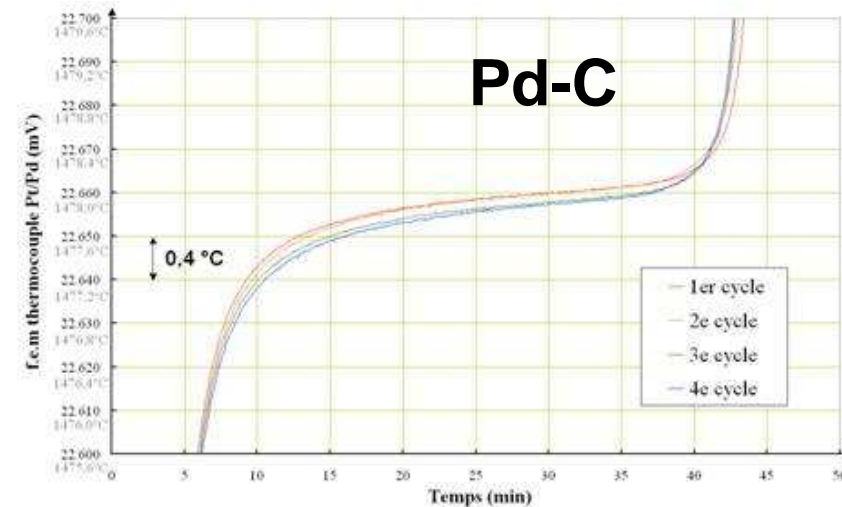
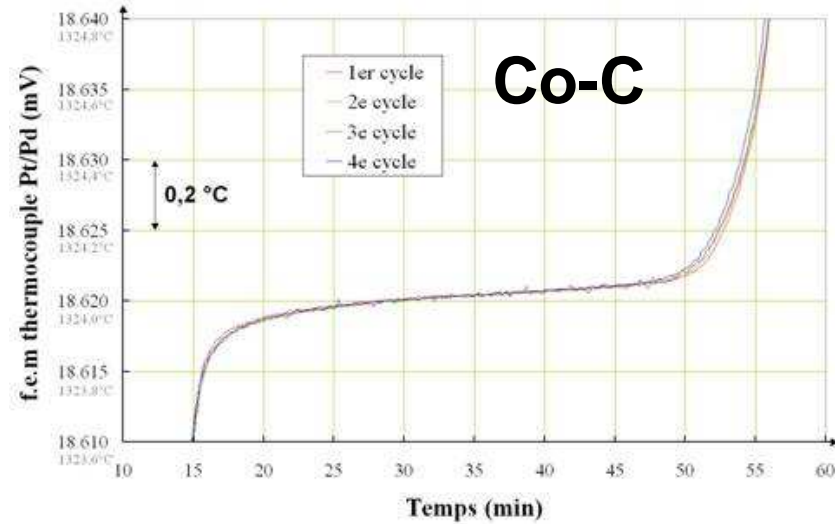
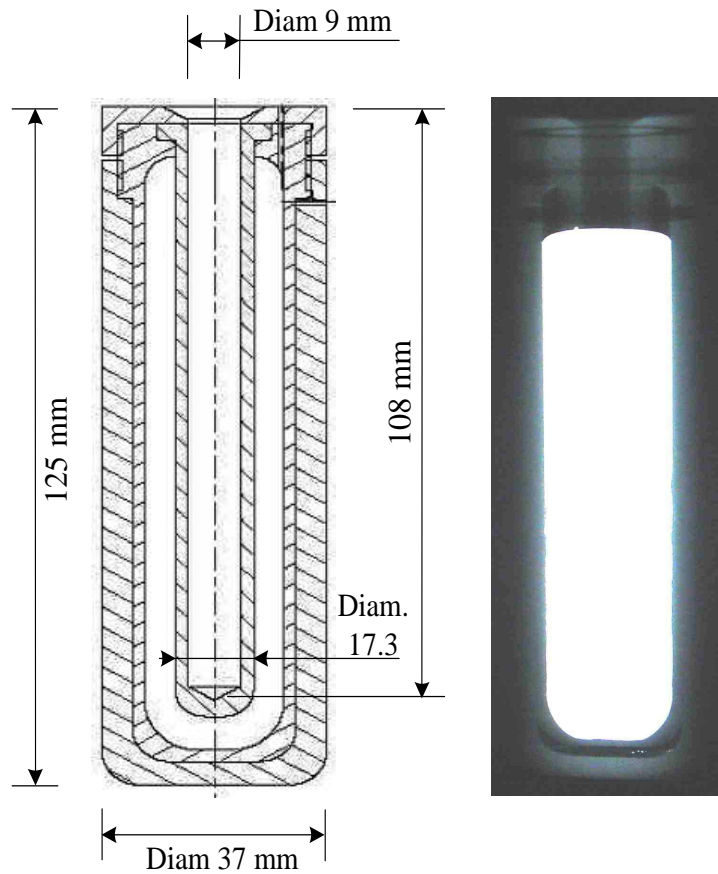
### Point péritectique Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-C (1826°C)





# Développements techniques au LNE

## Evolution des cellules (Projet Euramet 857)



# Remplissage des cellules

- Puretés des métaux : 4N+ to 5N
- Remplissage progressif
- Remplissage total : ~ 10 cycles fusions
- Recuit du creuset : ~15 °C au dessus de la température de fusion M-C

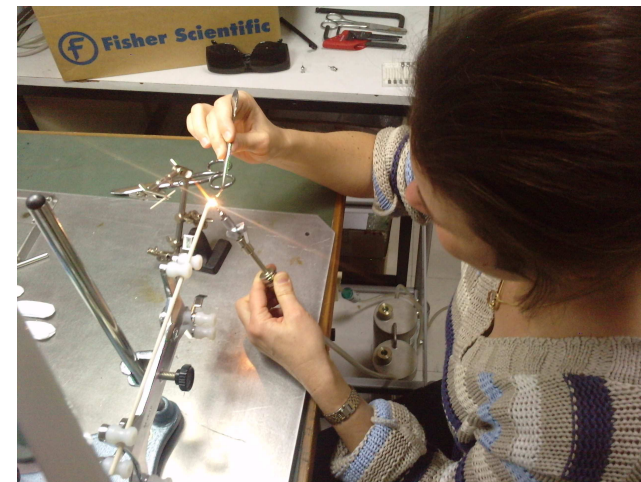


*Four HT2000 °C dédié au remplissage des cellules M-C*

# Point-fixes métal-carbone

- Généralités
- Développements de cellules points fixes
- Thermocouples Pt/Pd
- Résultats au Co-C
- Conclusions & perspectives

# Thermocouples Pt/Pd



- Haute sensibilité :
  - ~ 23  $\mu\text{V} / ^\circ\text{C}$  à 1300  $^\circ\text{C}$
  - ~12  $\mu\text{V} / ^\circ\text{C}$  pour un thermocouple type S
- Optimisation des propriétés en stabilité :
  - Recuits électriques & thermiques**
  - des thermo-éléments**

# Point-fixes métal-carbone

- Généralités
- Développements de cellules points fixes
- Thermocouples Pt/Pd
- Résultats au Co-C
- Conclusions & perspectives



# Inter-comparaison Co-C

## Projet Euramet 857 (4 laboratoires associés)



### □ 1<sup>ère</sup> phase :

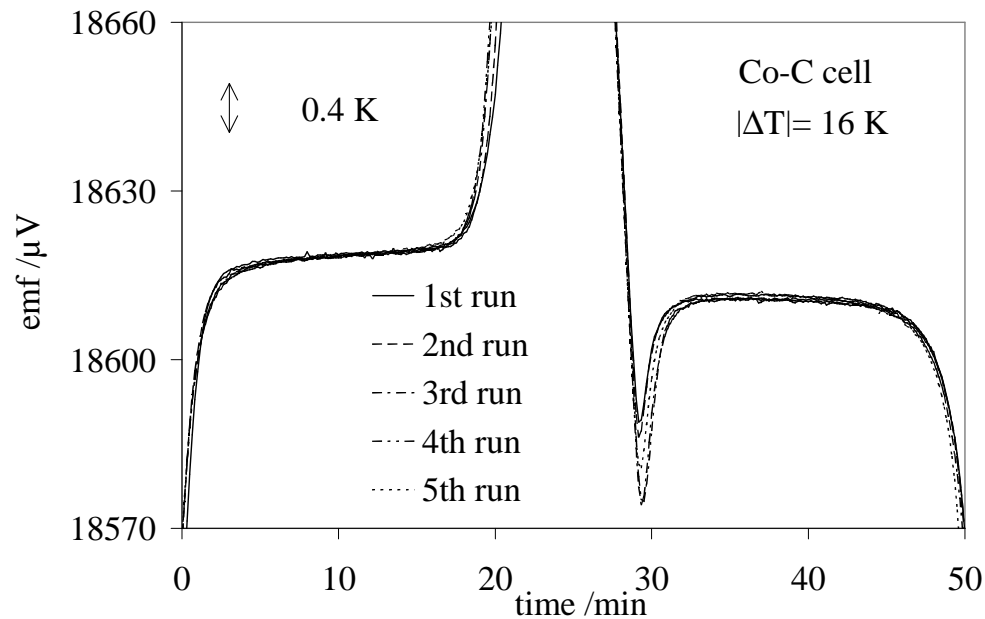
- 4 cellules en circulation
- Comparaison systématique à la cellule locale

### □ 2<sup>nde</sup> phase :

- 2 thermocouples Pt/Pd en circulation
- Comparaison entre les cellules locales et ayant circulé



# Principaux résultats



- Dispersion du niveau des paliers de 3 cellules Co-C LNE  $< 50 \text{ mK}$
- Comparaison de cellules Co-C LNE, PTB, NPL, NMIJ  $< 60 \text{ mK}$

*Metrologia* 47:1 (2010) 90-95



Incertitude élargie :  $U(k=2) = 1,38\mu\text{V}$  soit  $60 \text{ mK}$

# Point-fixes métal-carbone

- Généralités
- Développements de cellules points fixes
- Thermocouples Pt/Pd
- Résultats au Co-C
- Conclusions & perspectives



# Conclusions et perspectives

✓ Références points fixes disponibles entre 1084 °C et 1554 °C :

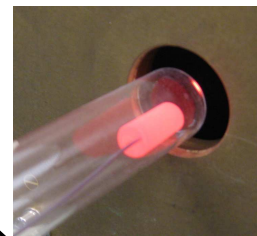
- Co-C (1324 °C)
- Pd-C (1492 °C)

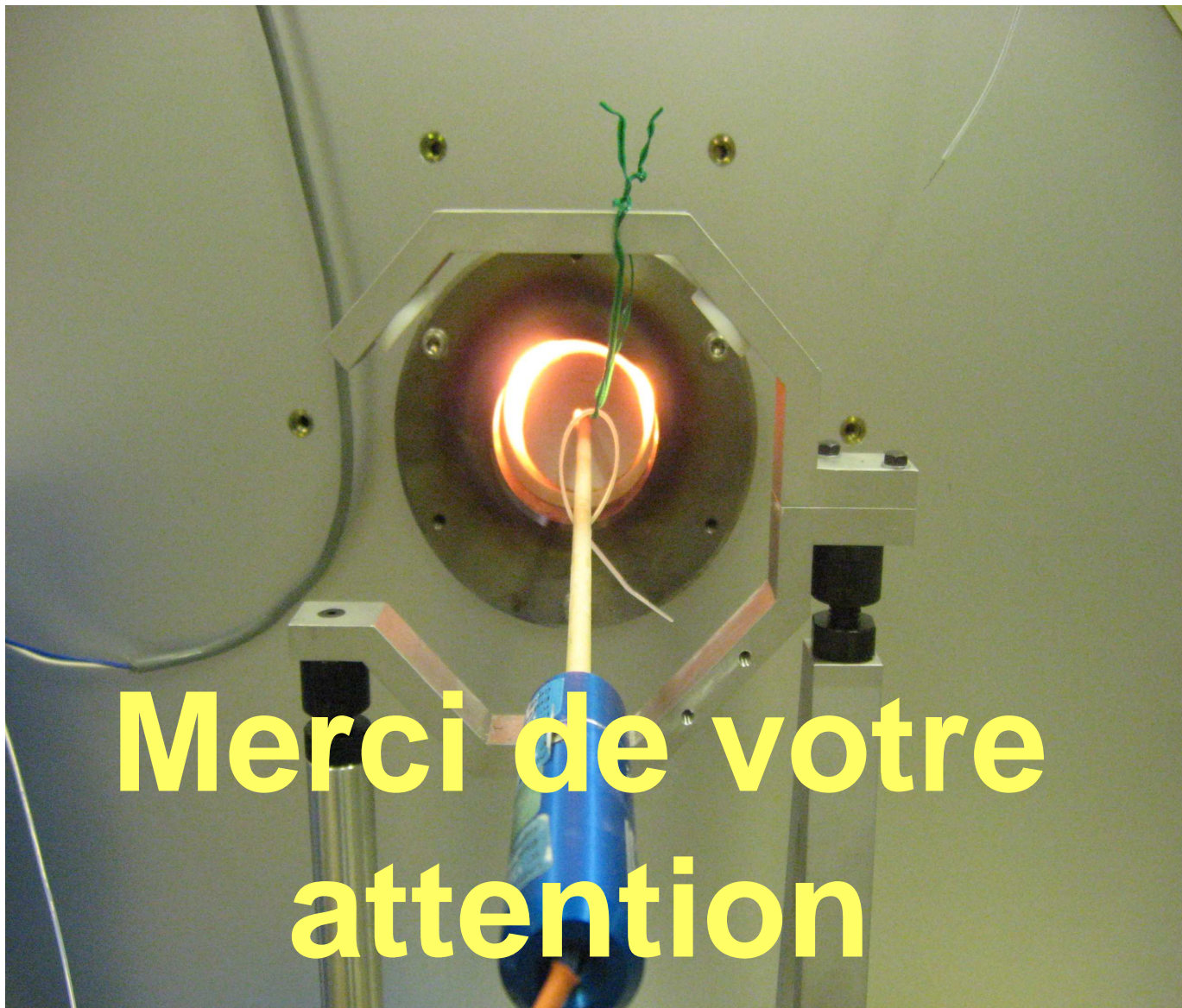
✓ Incertitudes réduites d'un facteur de 5 à 8

✓ Thermocouple Pt/Pd défini comme instrument de référence pour le transfert

□ Transfert des cellules Co-C de la R&D vers les étalonnages pour l'industrie

□ Développement de moyens d'étalonnages *in situ* et d'auto-validation ( $\mu$ -cellules)





**Merci de votre  
attention**