

LNE
Centre de Métrologie
Scientifique et Industrielle
Division Thermique & Optique
-
Trappes, France



La mesure par contact des hautes températures - Développements récents au LNE

Présentation : R. Morice (ronan.morice@lne.fr)
Equipe : R. Morice, J.O. Favreau, T. Deuzé, P. Ridoux

- § Généralités
- § Difficultés d'utilisation
- § Aperçu des études en cours au LNE
- § Conclusion

ü **Thermocouples Normalisés (Norme CEI 584)**

Type S: Platine Rhodium 10% / Platine.

Type B: Platine Rhodium 30% / Platine Rhodium 6%.

Type R: Platine Rhodium 13% / Platine.

Type K: Nickel Chrome / Nickel Aluminium.

Type N: Nickel Chrome Silicium / Nickel Silicium.

ü **Thermocouples Non Normalisés (ou en instance)**

Type G: W / W 26% Rhénium.

Type C: W 5% Rhénium / W 26% Rhénium

Type D: W 3% Rhénium/ W 26% Rhénium.

Type Pt/Pd: Platine 99.998 % / Palladium 99.97 %.

Généralités

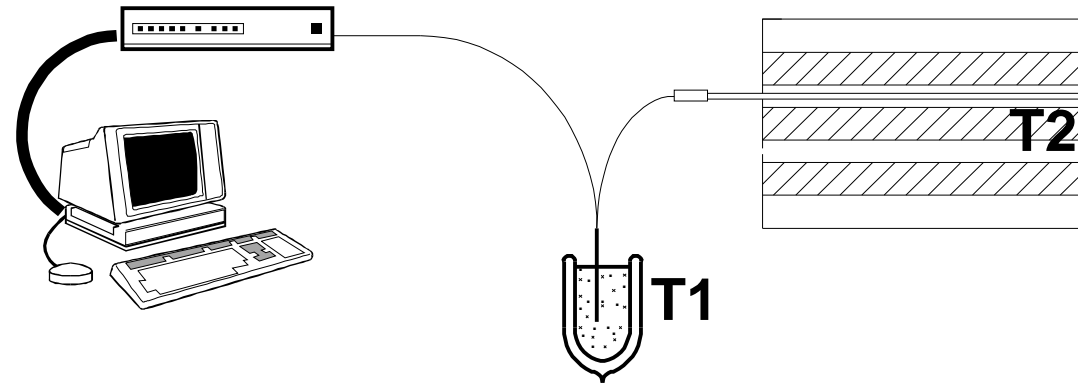
Quelques thermocouples hautes températures ...

Type	Sensibilité moyenne	Températures d'utilisation	Mise en garde
K	40 $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$	-180 à 1350 $^\circ\text{C}$	J atmosphères oxydante
N	40 $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$	-270 à 1300 $^\circ\text{C}$	J plus stable que le K
S	10 $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$	0 à 1600 $^\circ\text{C}$	J atmosphère oxydante
B	9 $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$	50 à 1750 $^\circ\text{C}$	J atmosphère oxydante
R	12 $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$	0 à 1700 $^\circ\text{C}$	J atmosphère oxydante
Pt/Pd	6 $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$ (*)	100 à 1500 $^\circ\text{C}$	J atmosphère oxydante
G (W)	21 $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$	400 à 2300 $^\circ\text{C}$	L atmosphère oxydante
C (W5)	18 $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$	400 à 2300 $^\circ\text{C}$	L atmosphère oxydante
D (W3)	20 $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$	400 à 2300 $^\circ\text{C}$	L atmosphère oxydante

(*) Erratum : sensibilité moyenne du couple Pt/Pd 20 $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$ au-delà de 1100 $^\circ\text{C}$

ATTENTION! *Influence de la gaine et des isolants*

Généralités



$$E = \int_{T_1}^{T_2} \sigma(T).dT$$

σ coefficient de Seebeck

Difficultés d'utilisation

Hypothèse de fonctionnement du thermocouple :

- ∅ *La fem générée ne dépend que de la température*
- ∅ *Les matériaux restent stables dans le temps quelle que soit T*
- ∅ *La mesure est ponctuelle*

Difficultés d'utilisation

Hypothèse de fonctionnement du thermocouple :

- ∅ ***La fem générée ne dépend que de la température***
- ∅ ***Les matériaux restent stables dans le temps quelque soit T***
- ∅ ***La mesure est ponctuelle***

La f.é.m ne dépend-elle que de T ?

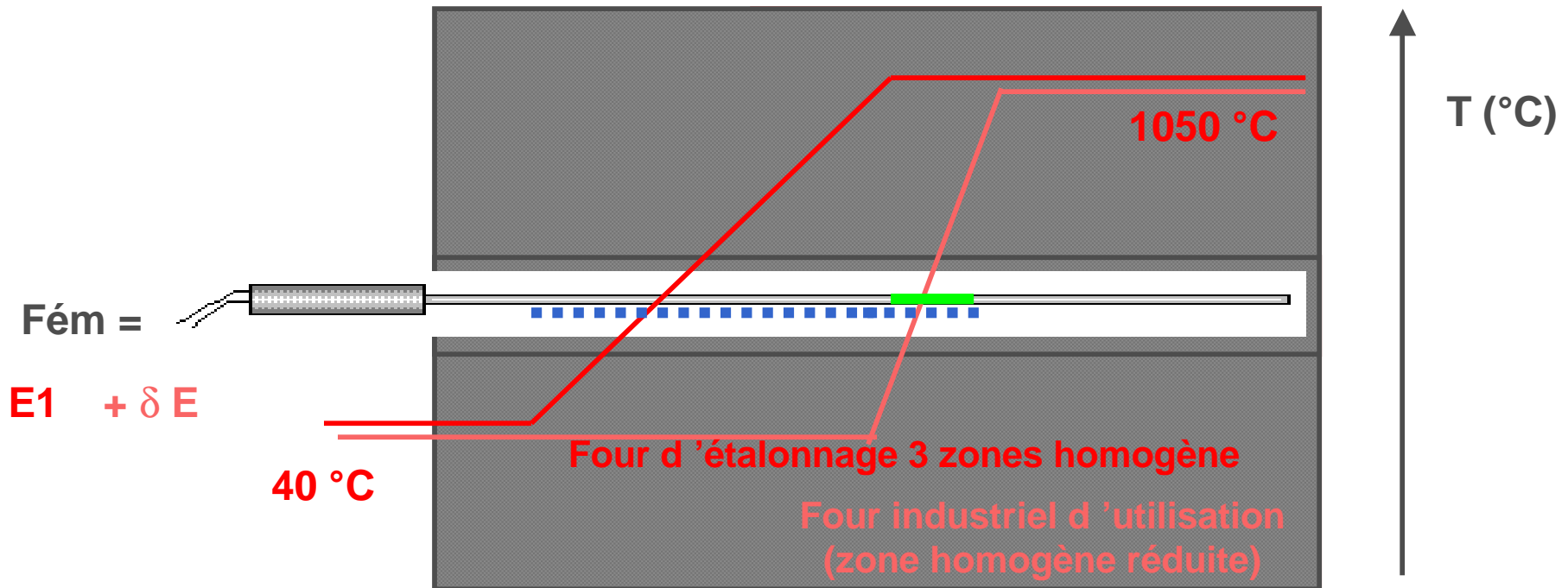
En fait :

∅ Influence de l'origine des métaux en présence ;

∅ Influence de l'homogénéité métallurgique des thermo-électrodes;

Difficultés d'utilisation

$$E = \int_{x=0}^{x=L} \sigma(T, x) \cdot \vec{\text{grad}}(T) \cdot \vec{dx}$$



— Zone hétérogène du couple

..... Zone du couple qui est physiquement le siège de l'effet Seebeck

Difficultés d'utilisation

Hypothèse de fonctionnement du thermocouple :

- ∅ *La fem générée ne dépend que de la température*
- ∅ ***Les matériaux restent stables dans le temps quelle que soit T***
- ∅ *La mesure est ponctuelle*

Les matériaux restent stables dans le temps ? Cas du thermocouple de type S « catalogue » ...

Origines des dérives et des hétérogénéités :

- Fluage
- Diffusion (oxydes volatils, diffusion à la soudure chaude)
- Oxydation des métaux et réduction de la céramique
- Influence de la céramique (diffusion du fer par exemple)
- Influence du traitement thermique (hétérogénéité de la structure cristalline)

Difficultés d'utilisation

Les matériaux restent stables dans le temps ? Cas du thermocouple de type W-Re...

Réactions chimiques des matériaux activées par la température



Carburation d'une tige en molybdène



Cas du Ta à 1800 °C

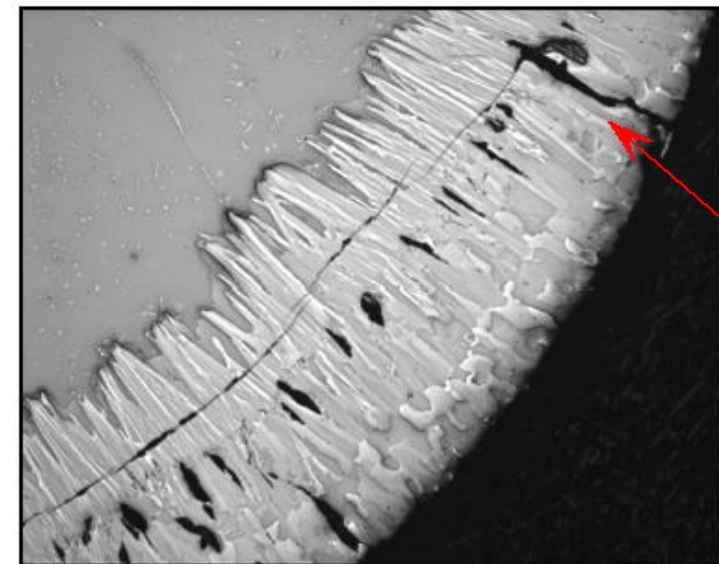


fig. 4

Ech : 79.5 : 1

Difficultés d'utilisation

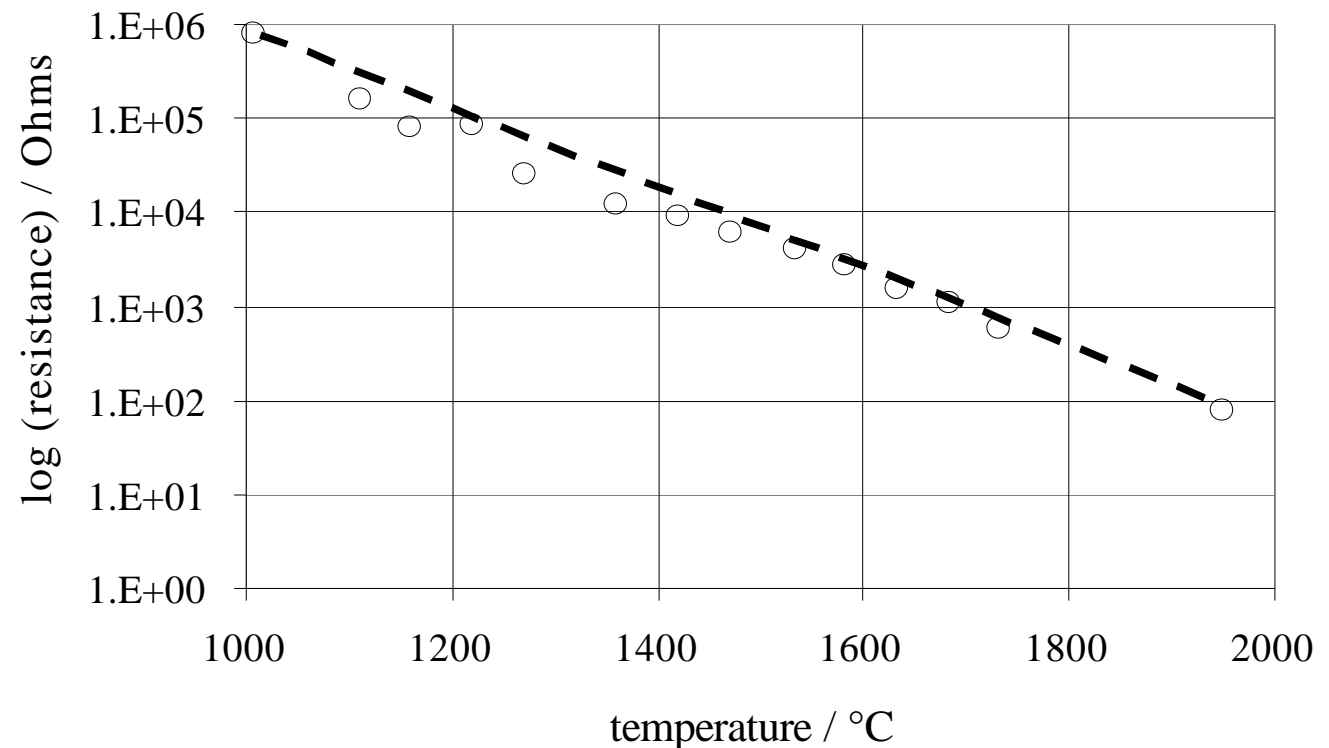
Hypothèse de fonctionnement du thermocouple :

- ∅ *La fem générée ne dépend que de la température*
- ∅ *Les matériaux restent stables dans le temps quelle que soit T*
- ∅ ***La mesure est ponctuelle***

Difficultés d'utilisation

« **Mesure ponctuelle** » : La mesure est-elle faite au niveau de la soudure chaude ou en amont ?

*Résistance d'isolement
d'un W-Re type C isolé
HfO₂*

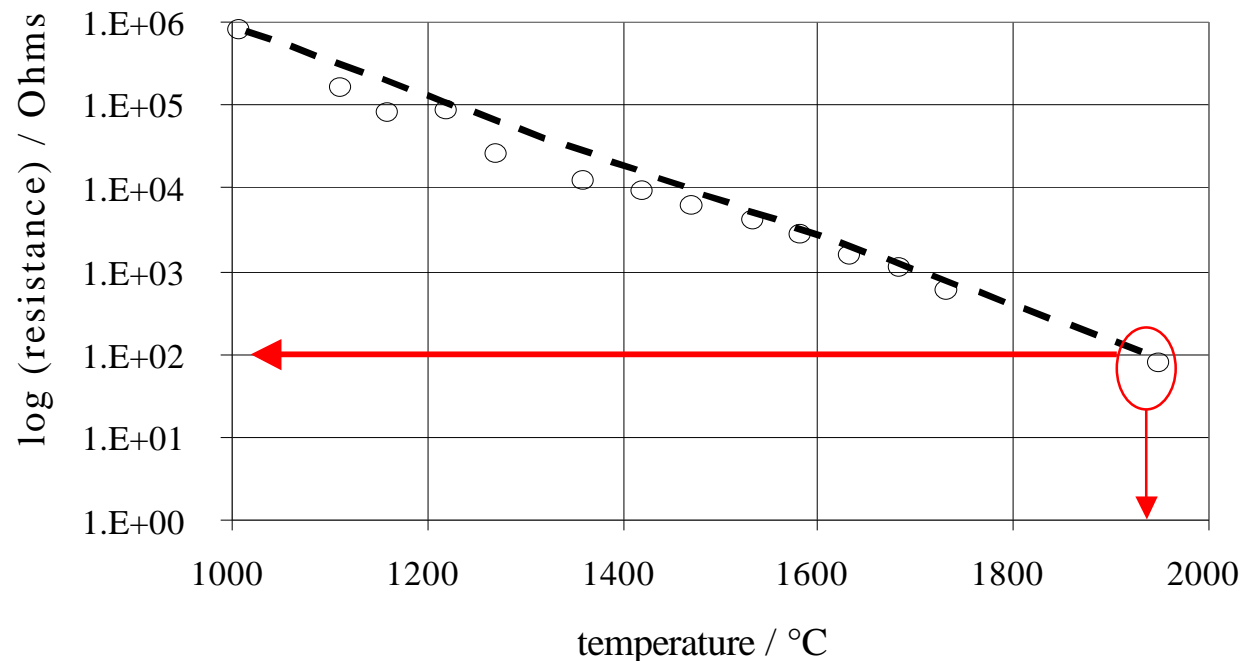


Aperçu des études en cours au LNE

- Etude de l'influence de la résistance d'isolement sur la mesure
- Stabilité des matériaux HT ($T > 1500^{\circ}\text{C}$)
- Amélioration des incertitudes d'étalonnage

Etude de l'influence de la résistance d'isolement

Résistance d'isolement
d'un W-Re type C isolé
 HfO_2



Soudure chaude du thermocouple insérée dans une référence
(température de fusion d'un alliage métallique) à 1953 °C :

○ fusion visualisée

○ force électromotrice compatible avec la table de référence existante
/ASTM (écart équivalent à 5°C)

À **Mesure peu altérée malgré la chute d'isolement**

Stabilité des matériaux

Thermocouple W-Re: problème de carburation

Ta et SiC



Ta et C



ü Résultats après 50 h à 1950 °C

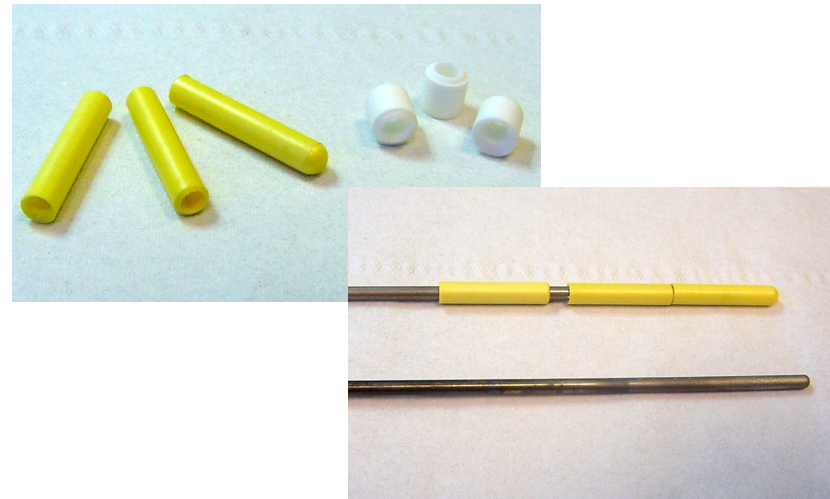
Association :	Molybdène	Tantale	Graphite pur
SiC	-	-	++
ZrO ₂ -8%Y ₂ O ₃	+	+	+
Graphite pur	-	+	/

« - » : incompatibles, « + » : réaction modérée (variation de masse 1% à 2%), « ++ » : pas de réaction notable

Stabilité des matériaux

Utilisation de surgaines pour la protection des thermocouples

Thermocouples W-Re / gaine Mo
Ø Perles de ZrO₂ - 1750 °C



Thermocouples W-Re / gaine Ta
Ø Surgaine de C – 1950 °C



Méthodes d'étalonnage

Constat actuel :

- § Etalons « points fixes » de référence actuels qui matérialisent l'échelle de température (« ITS-90 ») autour de 1000°C : Ag (962°C), Au (1064°C), Cu (1084°C)
- § Extrapolation au-delà (pas de référence « point fixe »)

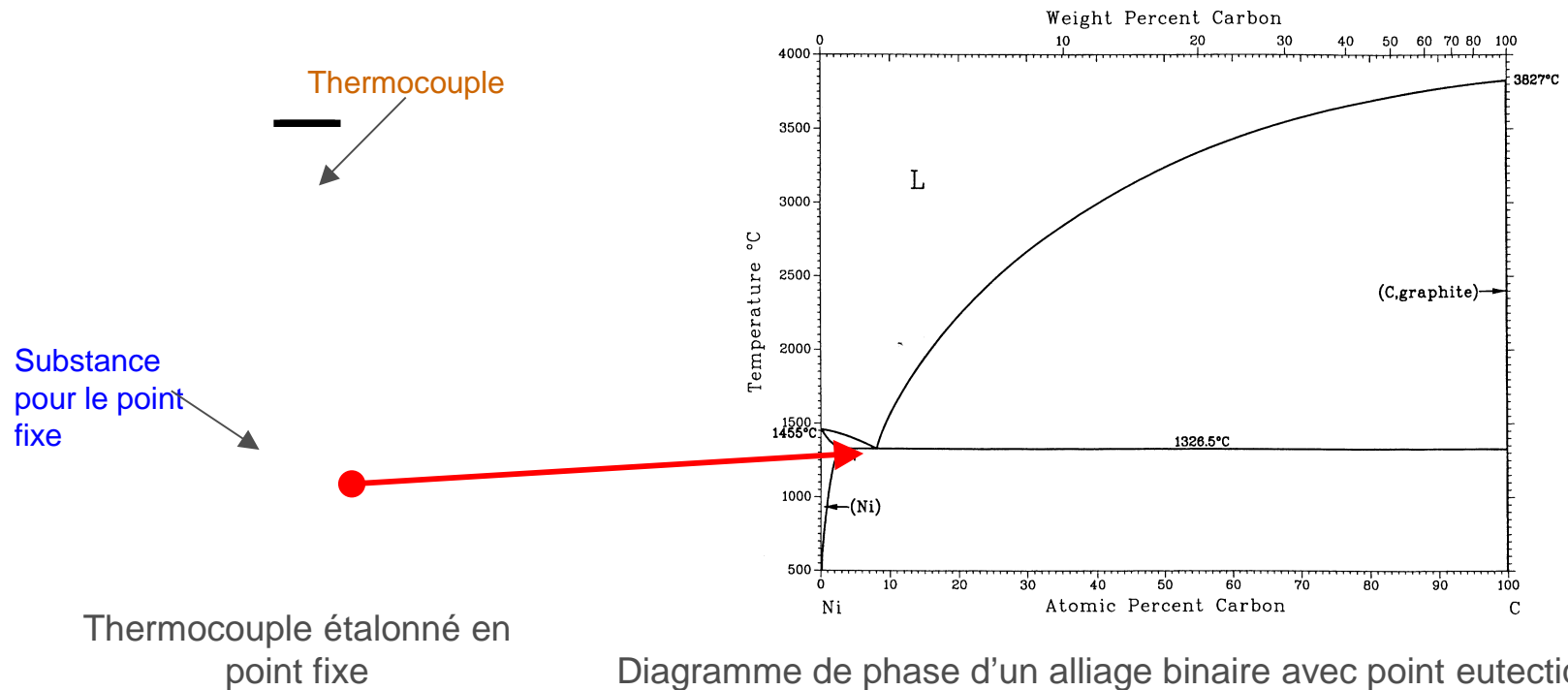
Ä Incertitudes d'étalonnage élevées

○ *Besoin d'une méthode fiable et robuste pour les comparaisons entre Laboratoires Nationaux et le raccordement des laboratoires industriels.*

Méthodes d'étalonnage

De nouvelles références ...

§ Nouveaux développements : points fixes ($t > 1100^\circ\text{C}$) basés sur la fusion d'alliages métal-carbone pour les thermocouples ET la pyrométrie

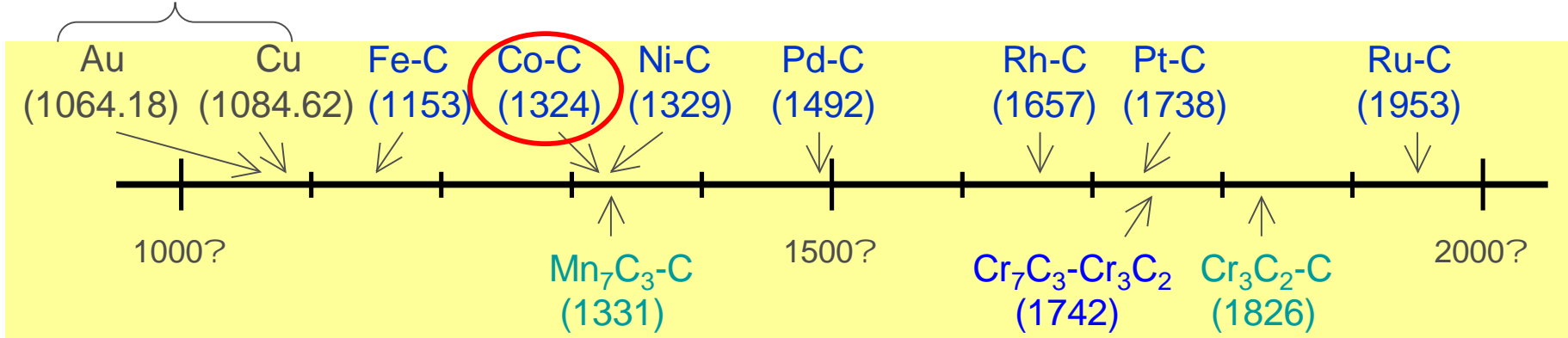


Thermocouple étalonné en point fixe

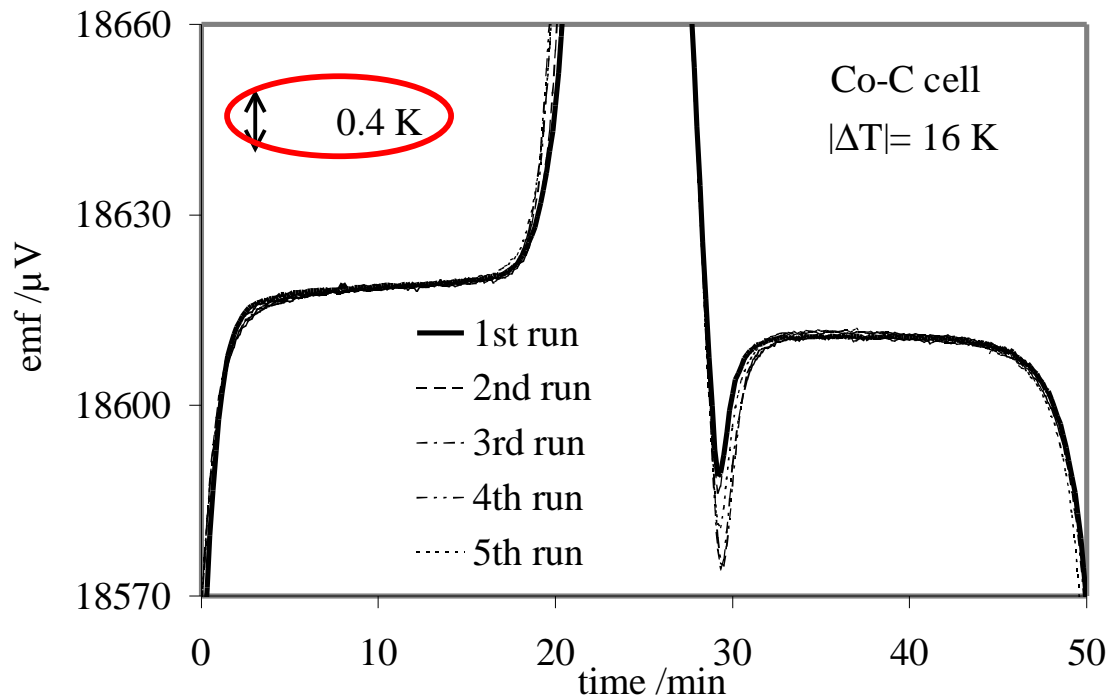
Diagramme de phase d'un alliage binaire avec point eutectique

Méthodes d'étalonnage

ITS-90 primary points

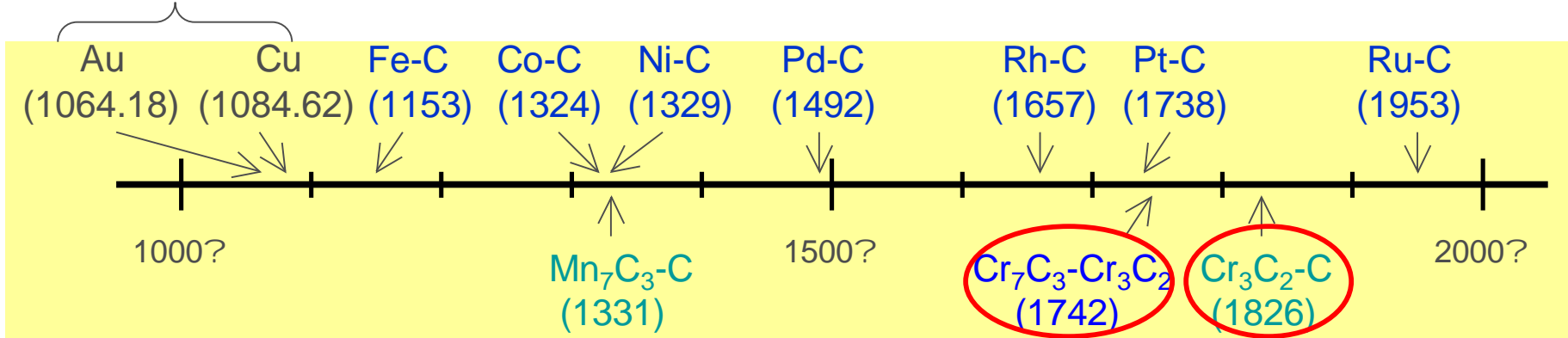


Fusions et congélations successives de l'eutectique cobalt-carbone

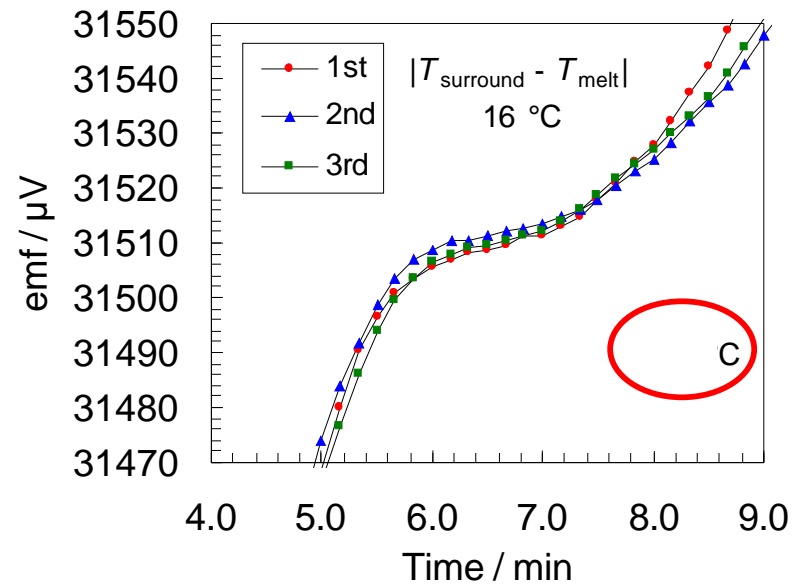
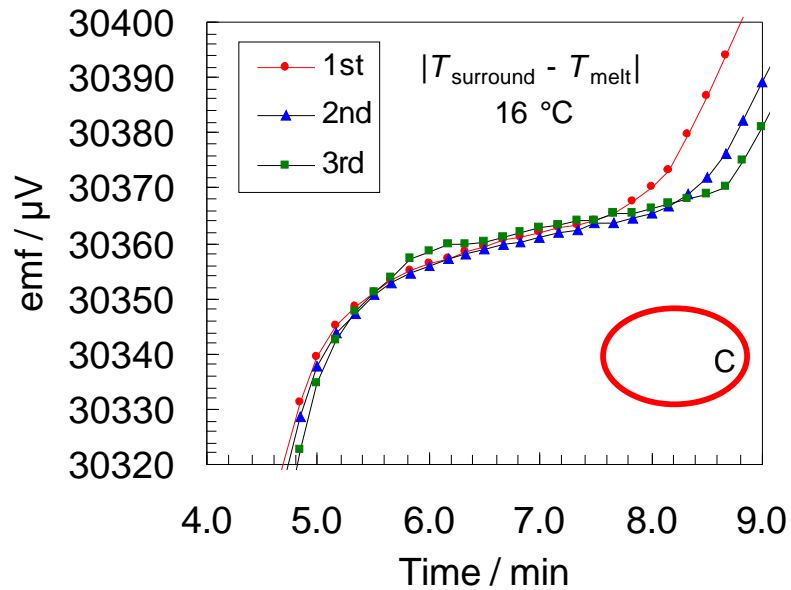


Méthodes d'étalonnage

ITS-90 primary points



Deux invariants pour un seul creuset : fusions successives de l'eutectique / 1742 °C (gauche) et du péritectique / 1826 °C (droite)



Conclusions

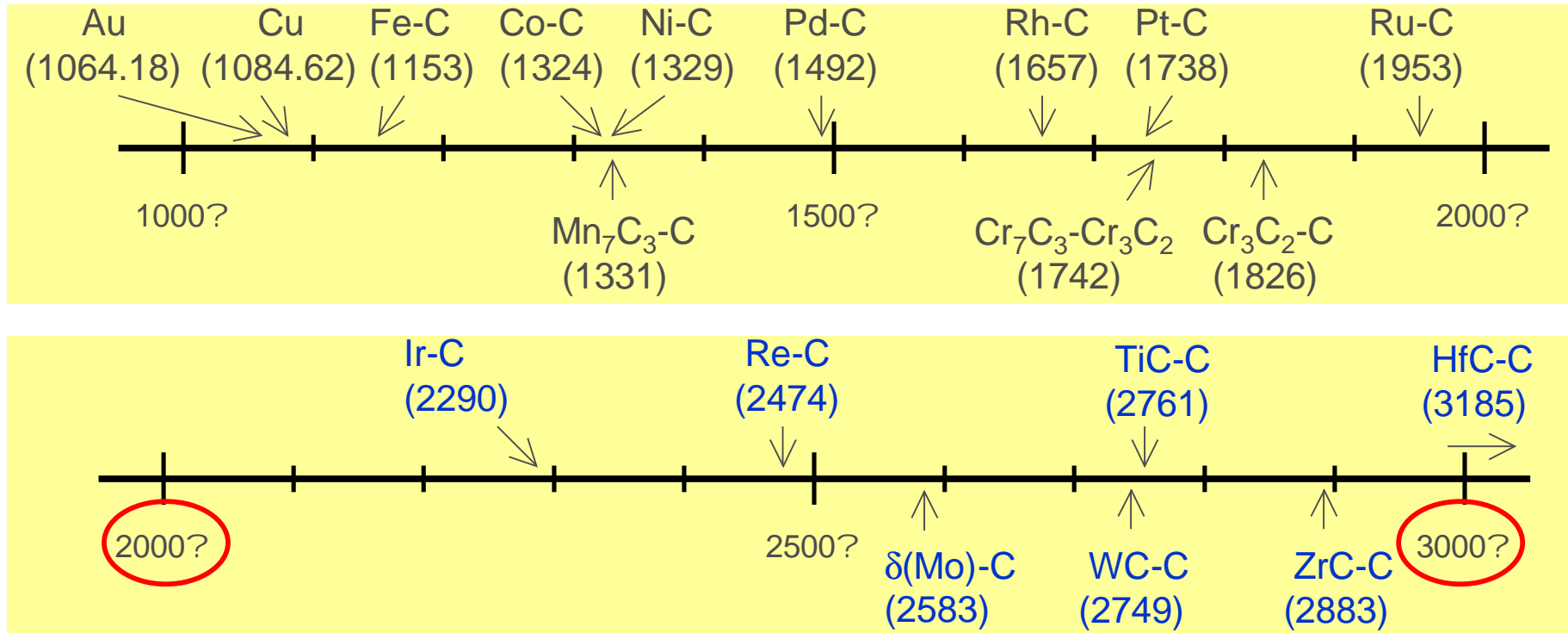
§ Nouvelles références ($t > 1100^{\circ}\text{C}$) récemment développées dans un cadre international (projet Euramet piloté par LNE, +Allemagne+UK, coopération France-Japon...) - objectifs :

- Réduire les incertitudes d'un facteur 2 à 5 (objectif : $U=0,5^{\circ}\text{C}$)
- Mettre en place des moyens d'étalonnage plus pratiques, et pouvant être comparés aux autres laboratoires nationaux
- Etablir les caractéristiques métrologiques des thermocouples réfractaires

§ Champs d'application :

- Utilisation dans les fours/réacteurs où la connaissance de la température est indispensable
- Développement de nouveaux capteurs de contact ou radiatifs
- ...?

Conclusions



Merci pour votre attention !