

Etude comparative de mesures d'émissivité réflectométriques et calorimétriques du LNE et du CERTES

Jean-Pierre MONCHAU^{1*}, Jacques HAMEURY², Patrick AUSSET³, Bruno HAY², Laurent IBOS¹, Vincent FEUILLET¹, Yves CANDAU¹, Jean DUMOULIN⁴, Mario MARCHETTI⁵

¹Centre d'Etudes et de Recherche en Thermique, Environnement et Systèmes (CERTES)EA3481
Université Paris Est Créteil, France

²Laboratoire National de Métrologie et d'Essais (LNE), Trappes, France

³Laboratoire inter-universitaire des systèmes atmosphériques (LISA) UMR CNRS 7583
Université Paris Est Créteil, France

⁴IFSTTAR

⁵CEREMA

*(auteur correspondant : jean-pierre.monchau@u-pec.fr)

Résumé - L'étude comparative proposée a été menée entre deux laboratoires : le Laboratoire National de Métrologie et d'Essais (LNE) et le Centre d'Etudes et de Recherche en Thermique, Environnement et Systèmes (CERTES). Ces deux laboratoires ont effectué des mesures d'émissivité sur quatre types d'échantillons différents. Ceux-ci ont été choisis pour couvrir une large gamme de valeur d'émissivité et de comportement angulaire en terme d'indicatrice d'émissivité. Les échantillons sont les suivants : aluminium poli, aluminium sablé, PVC brut, peinture aluminée. Cinq moyens de mesures ont été utilisés pour cette comparaison. Le LNE possède un dispositif de mesure utilisant une méthode calorimétrique [1], un dispositif de mesure d'émissivité spectrale directionnelle absolue [2] et un dispositif de mesure d'émissivité spectrale directionnelle par sphère intégrante. Le CERTES possède deux dispositifs de mesure d'émissivité totale directionnelle [3, 4]. Les méthodes réflectométriques utilisent la loi de Kirchhoff pour calculer l'émissivité à partir des facteurs de réflexion. Pour obtenir l'émissivité hémisphérique à partir de l'émissivité directionnelle, un coefficient d'extrapolation fourni par la littérature [10, 14] a été appliqué. Toutes les mesures ont été comparées à la méthode calorimétrique considérée comme la méthode de référence. L'incertitude de reproductibilité des éprouvettes a été prise en compte dans les comparaisons. Toutes les techniques ont donné des résultats avec des incertitudes assez larges pour le matériau ayant une faible émissivité et étant spéculaire (aluminium poli). Pour des matériaux de ce type, ces méthodes sont mal adaptées. Les procédures de mesure utilisées doivent être analysées plus finement pour pouvoir réduire les incertitudes et améliorer les dispositifs de mesure. Tous les dispositifs de mesure d'émissivité par méthodes indirectes donnent des valeurs d'émissivité comprises dans un intervalle de ± 0.01 pour le matériau ayant une forte émissivité (PVC). Les revêtements à base de peintures aluminées apparaissent comme de bons candidats pour produire aisément et de manière reproductible des échantillons avec une émissivité intermédiaire.

1. Introduction

L'émissivité est une importante propriété thermophysique. La connaissance précise de l'émissivité de matériaux est importante dans de nombreuses applications comme la mesure de température de surface par thermographie infrarouge. Une comparaison de mesure d'émissivité totale hémisphérique a été entreprise entre deux laboratoires : Le *Laboratoire National de Métrologie et d'Essais* (LNE) et le *Centre d'Etudes et de Recherche en Thermique, Environnement et Systèmes* (CERTES). L'objectif était de valider les techniques de mesures de l'émissivité et de déterminer si une méthode était plus adaptée pour les hautes ou basses valeurs d'émissivité

d'une part et pour les matériaux spéculaires ou diffusants d'autre part. Cinq techniques de mesures ont été mises en oeuvre. Ces méthodes utilisent différents principes de mesure. Certaines sont des méthodes directes comme la méthode calorimétrique, certaines sont des méthodes indirectes comme les méthodes réflectométriques. Les deux laboratoires ont effectué des mesures d'émissivité sur quatre types de matériaux choisis pour couvrir une large gamme d'émissivité et de comportement spéculaire. Les échantillons utilisés dans cette étude sont : de l'aluminium poli (faiblement émissif, hautement spéculaire), de l'aluminium sablé (émissivité intermédiaire, hautement diffusant), du PVC brut (fortement émissif, spéculaire), peinture aluminée (émissivité intermédiaire, légèrement spéculaire). Chaque méthode nécessitant des échantillons de tailles différentes il a fallu réaliser plusieurs échantillons de même nature. Pour que la comparaison puisse être valide, il a fallu appliquer un facteur de conversion aux émissivités directionnelles mesurées par les méthodes réflectométriques pour obtenir une émissivité hémisphérique. L'incertitude sur ce coefficient a été prise en compte. Les incertitudes et les écarts de mesures entre les différents résultats sont discutés, et les raisons de ces écarts ont été analysées.

2. Instrumentation et méthodes de mesures

2.1. Mesure directe de l'émissivité totale hémisphérique au LNE

La méthode calorimétrique est la seule méthode de cette étude à mesurer directement l'émissivité totale hémisphérique. Ce dispositif expérimental conçu par le LNE est décrit dans [1]. Il permet d'effectuer la mesure sur des échantillons solides opaques de -20°C à 200°C . Deux échantillons en forme de disque du matériau à mesurer sont chauffés à la température de mesure souhaitée par une résistance électrique placée entre ces deux échantillons. Les deux échantillons sont maintenus à température constante. Un anneau de garde chauffé à la même température que les échantillons entoure chacun des échantillons pour éviter les pertes latérales ; le flux thermique est donc unidirectionnel, et axial à travers l'épaisseur de l'échantillon. Cet ensemble est placé sous vide dans un cryostat à 78 K, dont les parois sont recouvertes d'une peinture noire à haute émissivité. La puissance électrique servant à maintenir la température des échantillons est presque entièrement dissipée sous forme de rayonnement par les deux surfaces des échantillons. L'émissivité totale hémisphérique est calculée en utilisant la puissance électrique, les températures de surface des éprouvettes, les tailles des surfaces rayonnantes et la température de l'enceinte. La température de surface des échantillons est extrapolée à partir de deux mesures de température effectuées à deux profondeurs différentes ; le gradient de température dans l'épaisseur de l'échantillon est supposé constant.

2.2. Mesure de l'émissivité spectrale quasi normale au LNE

Le LNE utilise deux dispositifs de mesure réflectométrique spectrale.

L'un est absolu et mesure le ratio entre le flux réfléchi et le flux émis. Il n'est donc pas nécessaire de disposer d'une référence de réflectance. Ce dispositif décrit dans [2] permet de mesurer la réflectance directionnelle hémisphérique pour cinq incidences différentes par rapport à la normale (12° , 24° , 36° , 48° , 60°). La mesure se fait en deux étapes. Dans un premier temps, on envoie le flux incident directement sur le détecteur pour mesurer son niveau de puissance. Ensuite, on éclaire l'échantillon avec ce même flux. Un jeu de quatre miroirs sphériques renvoie le flux réfléchi par l'échantillon sur le détecteur. L'absorption du système optique de focalisation du flux est prise en compte dans la mesure. Ce dispositif permet la mesure de $0.8\ \mu\text{m}$ à $16\ \mu\text{m}$.

L'autre dispositif est une sphère intégrante (fabriqué par Gigahert-optik[©]) de 75 mm cou-

plée à un spectromètre à transformée de Fourier (FTIR) Vertex de Bruker[©], et nécessite une référence de réflectance pour calibrer la chaîne de mesure. Un détecteur MCT permet de couvrir la plage spectrale de $1 \mu m$ à $17 \mu m$. La calibration s'effectue avec une surface rugueuse diffusante recouverte d'or (Infragold[©]).

2.3. Mesure de l'émissivité totale quasi normale au CERTES

Deux réflectomètres ont été développés au CERTES pour mesurer la réflectance sur des matériaux hétérogènes à température ambiante.

Le premier appelé EM1 utilise une cavité modulée en température autour de la température ambiante pour éclairer l'échantillon par un flux infrarouge modulé ayant la même répartition spectrale qu'un corps noir à la température où l'on souhaite connaître l'émissivité. Une thermopile mesure le flux réfléchi pour une incidence de 15° grâce à une lentille de focalisation. La surface explorée sur l'échantillon est de 50 mm de diamètre. Cette thermopile peut mesurer le flux dans une bande spectrale large ($1 \mu m$ à $50 \mu m$), ou être munie d'un filtre sélectif. Ce dispositif est décrit dans [3].

Le second dispositif appelé EM2 utilise un écran mobile pour moduler le flux infrarouge incident. La mesure du flux réfléchi s'effectue avec une thermopile sans système de focalisation. La plage spectrale est analogue à celle de EM1. La surface explorée sur l'échantillon est de 80 mm de diamètre. Ce dispositif est décrit dans [4, 6]. EM2 est transportable et permet une mesure rapide (quelques secondes).

Pour ces deux appareils, la référence servant à la calibration est une surface d'aluminium gaufré d'émissivité directionnelle égale à 0.063 [7].

2.4. Calcul de l'émissivité totale hémisphérique à partir des mesures de réflectance spectrale quasi normale hémisphérique

L'émissivité totale hémisphérique mesurée avec la méthode calorimétrique est définie par la relation suivante :

$$e_{tothem} = \frac{\int_0^\infty e_{hem}(\lambda, T_{surf}) \cdot [L^\circ(\lambda, T_{surf}) - L^\circ(\lambda, T_{back})] \cdot d\lambda}{\int_0^\infty L^\circ(\lambda, T_{surf}) \cdot d\lambda} \quad (1)$$

où e_{hem} est l'émissivité spectrale hémisphérique de la surface, L° la luminance spectrique (loi de Planck), λ la longueur d'onde, T_{surf} la température de surface de l'échantillon, T_{back} la température moyenne du cryostat. L'équation 1 montre que la température de l'enceinte a une influence sur la valeur mesurée par la méthode calorimétrique. Pour une mesure d'émissivité à la température ambiante (300 K) et une enceinte portée à 78 K, le flux de l'enceinte représente au maximum 0.25% du flux propre de l'échantillon.

Le calcul de l'émissivité totale hémisphérique à partir de l'émissivité spectrale directionnelle quasi-normale se fait en deux étapes. On calcule dans un premier temps l'émissivité directionnelle totale par intégration pour toutes les longueurs d'ondes. Les méthodes du LNE sont spectralement limitées, on doit donc faire une hypothèse pour les longueurs d'ondes supérieures à la limite de la bande spectrale couverte par la mesure :

$$e_{totnorm} = \frac{\int_{\lambda_{min}}^{\lambda_{max}} e_{norm}(\lambda) \cdot L^\circ(\lambda, T_{surf}) \cdot d\lambda + \int_{\lambda_{max}}^\infty e_{norm}(\lambda > \lambda_{max}) \cdot L^\circ(\lambda, T_{surf}) \cdot d\lambda}{\int_{\lambda_{min}}^\infty L^\circ(\lambda, T_{surf}) \cdot d\lambda} \quad (2)$$

où $e_{norm}(\lambda)$ est l'émissivité spectrale quasi normale mesurée à la longueur d'onde λ , λ_{min} et λ_{max} , sont respectivement les longueurs d'onde minimum et maximum qui peuvent être mesurées avec le dispositif expérimental et $e_{norm}(\lambda > \lambda_{max})$ est la valeur de l'émissivité spectrale quasi normale extrapolée pour des longueurs d'onde supérieures à λ_{max} ; $e_{norm}(\lambda > \lambda_{max})$ est calculée en faisant la moyenne des émissivités spectrales $e_{norm}(\lambda)$ entre $14 \mu m$ et λ_{max} . L'incertitude faite par cette extrapolation est prise en compte dans le calcul d'incertitude. Les incertitudes sur l'émissivité pour $e_{norm}(\lambda > \lambda_{max})$ dues à cette extrapolation sont respectivement de 0.03, 0.1, 0.08, et 0.05 pour les échantillons suivants : aluminium poli, aluminium sablé, peinture aluminium, et PVC. Ces valeurs de l'incertitude prennent en compte les modèles de la littérature utilisés pour l'extrapolation du spectre de réflectance de ces matériaux [8, 9]; le choix de ces valeurs d'incertitudes restent cependant relativement arbitraire par manque d'information sur le comportement spectral de ces matériaux à de grandes longueurs d'onde. La part du rayonnement du corps noir au delà de $20 \mu m$ représente encore 26% à 300 K.

Aucune extrapolation n'est utilisée pour les longueurs d'onde inférieures à $3 \mu m$ car la luminosité en deçà de cette longueur d'onde est négligeable.

On déduit ensuite l'émissivité totale hémisphérique à partir de l'émissivité totale directionnelle quasi normale grâce à la relation suivante :

$$e_{tothem} = A \cdot e_{totnorm} \quad (3)$$

Le coefficient A est le ratio entre les deux valeurs d'émissivité calculées à partir des équations de Fresnel pour la réflexion. Plusieurs références [10, 14] fournissent ce coefficient obtenu soit de manière expérimentale soit de manière théorique. Les coefficients utilisés dans cette étude sont issus de [14]. Les modèles théoriques utilisés ne sont valables que pour des dioptries lisses. En toute rigueur, cela n'est donc applicable qu'à deux échantillons sur les quatre étudiés ici (l'aluminium poli et le PVC). Pour ces raisons l'incertitude relative pour le coefficient A a été prise égale à 6%. Cette valeur d'incertitude est basée sur une étude expérimentale effectuée par le Physikalisch-Technische-Bundesanstalt (PTB) [11], dans le cadre d'une comparaison entre le PTB et le LNE [12]. On peut aussi se référer à une étude plus récente faite au PTB sur de l'aluminium oxydé (émissivité de 0.8) [13].

3. Les échantillons utilisés dans l'étude

3.1. Caractéristiques

Les deux laboratoires ont mesuré l'émissivité sur quatre types de matériaux différents, choisis pour couvrir toute la gamme d'émissivité et de comportement en réflexion. Les échantillons utilisés ont été : de l'aluminium poli (faiblement émissif, hautement spéculaire), de l'aluminium sablé (émissivité intermédiaire, hautement diffusant), du PVC brut (fortement émissif plutôt spéculaire), de la peinture aluminée de Rust-Oleum[®] réf. 2115 (émissivité intermédiaire, légèrement spéculaire). Les deux échantillons d'aluminium sont taillés dans un alliage composé de 97.2% d'aluminium, et de 2.8% de magnésium (mesures faites au LISA avec un microscope électronique à balayage). La forme et la dimension des échantillons imposées par les différents dispositifs expérimentaux ont contraint à faire les mesures sur des échantillons différents. En effet, la méthode calorimétrique impose des échantillons de 62.2 mm de diamètre, la méthode réflectométrique des échantillons de taille inférieure à 30 mm, et les méthodes utilisées aux CERTES des échantillons de taille supérieure à 80 mm. Le tableau 1 donne les valeurs de rugosité R_q et R_a des différents matériaux mesurées suivant la norme ANSI B46.1. Ces mesures ont

Echantillon	R_q (μm)	R_a (μm)	% de réflexion diffuse	% de réflexion spéculaire
Aluminium poli	0.18	0.15	0	100
PVC	0.32	0.25	1	99
aluminium sablé	8.9	6.6	100	0
peinture aluminium	1.54	1.11	52	48

Tableau 1 Propriétés des échantillons

été faites avec le profilomètre interférométrique du LISA. R_q est la valeur quadratique moyenne de la rugosité et R_a la moyenne arithmétique de celle-ci. La figure 1 présente différentes vues de ces échantillons et des images réalisées au microscope électronique à balayage ainsi qu'avec le profilomètre interférentiel. Dans ce tableau on a aussi porté la part de réflexion spéculaire et diffuse. La mesure est faite grâce à l'appareil EM2 [4] qui permet de séparer les deux types de réflexion [5].

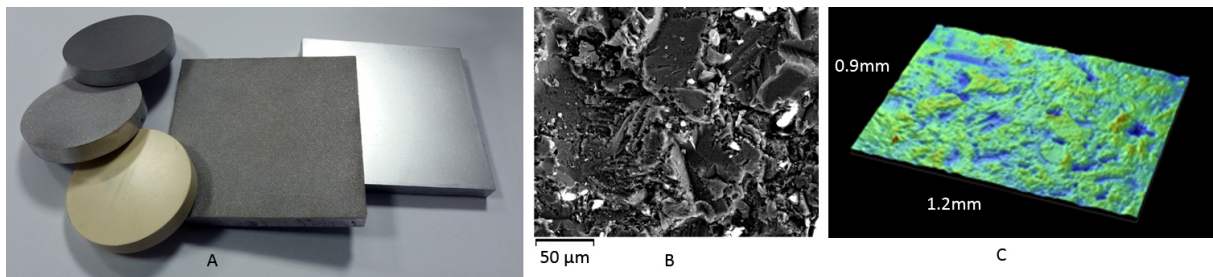


Figure 1 Echantillons : Vue d'ensemble de quelques échantillons utilisés dans l'étude (A), exemple d'image réalisé au microscope électronique à balayage (Al sablé)(B), exemple de profil interférométrique d'un échantillon (Al sablé)(C)

3.2. Comparaison de la réflectance spectrale quasi-normale hémisphérique des différentes éprouvettes

La figure 2 montre les courbes de réflectance spectrale quasi-normale hémisphérique en fonction de la longueur d'onde. Ces mesures ont été effectuées au CERTES pour vérifier si les éprouvettes d'un même matériau avaient des propriétés identiques d'une éprouvette à l'autre. Cette émissivité spectrale a été mesurée avec la sphère intégrante et le spectromètre FTIR Frontier[©] de marque Perkin-Elmer. Ces mesures ne font pas partie de l'étude comparative. Les courbes pour les quatre types de matériaux et deux éprouvettes de tailles différentes pour chacun des matériaux sont présentées. D'une éprouvette à l'autre, l'émissivité spectrale est la même pour l'aluminium poli, le PVC et la peinture aluminée. Pour l'aluminium sablé on peut constater que l'émissivité n'est pas la même d'une éprouvette à l'autre, il semble difficile de réaliser des éprouvettes identiques avec de l'aluminium sablé.

4. Comparaison et analyse des mesures

Le tableau 2 présente l'ensemble des résultats des mesures d'émissivité réalisées avec les cinq techniques sélectionnées. On peut constater en premier lieu que les mesures faites avec

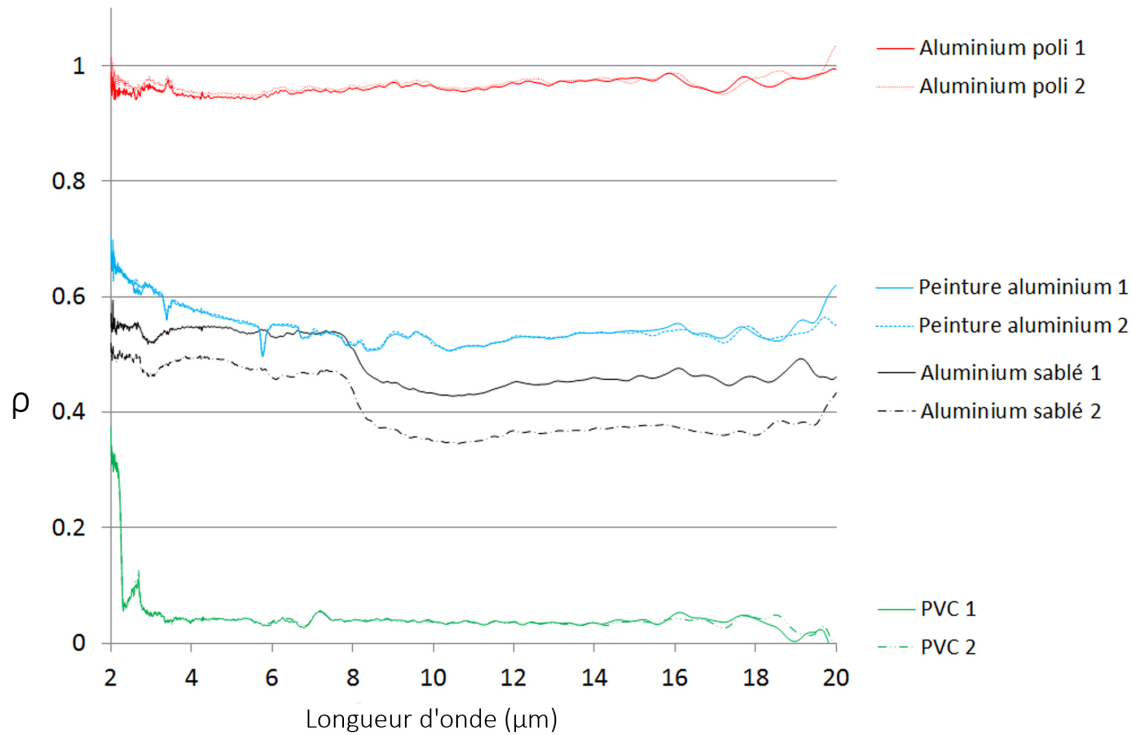


Figure 2 Réflectance spectrale quasi-normale hémisphérique ρ des échantillons de 62.2mm (1) de diamètre et de 100mm de côté (2) pour les quatre matériaux

Echantillon	Méthode calorimétrique	Méthode réflectométrique absolue	Méthode spectrale avec sphère intégrante	EM1	EM2
	LNE	LNE	LNE	CERTES	CERTES
	Disque 62.2mm	Disque 25mm	Disque 62.2mm	Carré 100mm	Carré 100mm
Al. poli	0.057 ± 0.025	0.004 ± 0.060	0.087 ± 0.025	-0.140 ± 0.089	0.050 ± 0.042
PVC	0.839 ± 0.080	0.880 ± 0.060	0.899 ± 0.045	0.891 ± 0.028	0.893 ± 0.014
Al. sablé	0.444 ± 0.025	0.388 ± 0.050	0.447 ± 0.045	0.530 ± 0.033	0.522 ± 0.027
peinture Al.	0.404 ± 0.025	0.417 ± 0.050	0.042 ± 0.040	0.357 ± 0.065	0.439 ± 0.021

Tableau 2 Résultats des mesures d'émissivité totale hémisphérique obtenues avec cinq différentes méthodes

EM1 sur des matériaux pour lesquels il n'a pas été conçu (matériaux spéculaires et matériaux de très faible émissivité) sont éloignées des valeurs obtenues avec les autres techniques. On peut constater en outre qu'il y a une grande dispersion pour les mesures d'émissivité pour l'aluminium sablé. Ceci est une conséquence de la dispersion des propriétés des échantillons.

On a fait le choix de prendre comme valeurs de référence d'émissivité les valeurs obtenues avec la méthode calorimétrique ; en effet c'est la seule méthode absolue et directe de mesure de l'émissivité totale hémisphérique. Le but est de comparer le recouvrement des plages d'incertitude pour estimer la concordance des différentes méthodes.

Les graphiques de la figure 3 montrent les différences entre les résultats d'émissivité totale

hémisphérique d'une méthode donnée et ceux obtenus avec la méthode calorimétrique. Les intervalles d'incertitude sur les différences ont été obtenues par combinaison quadratique des incertitudes de mesure de chacune des techniques et de l'incertitude de reproductibilité en émissivité des éprouvettes. Ces graphiques permettent de vérifier la validité des techniques et leur plage d'incertitude. Pour le PVC la somme quadratique des incertitudes est systématiquement large car la méthode calorimétrique n'est pas adaptée à des matériaux de conductivité thermique faible comme le PVC. En effet le gradient de température dans le PVC étant élevé l'incertitude sur la température de surface l'est aussi.

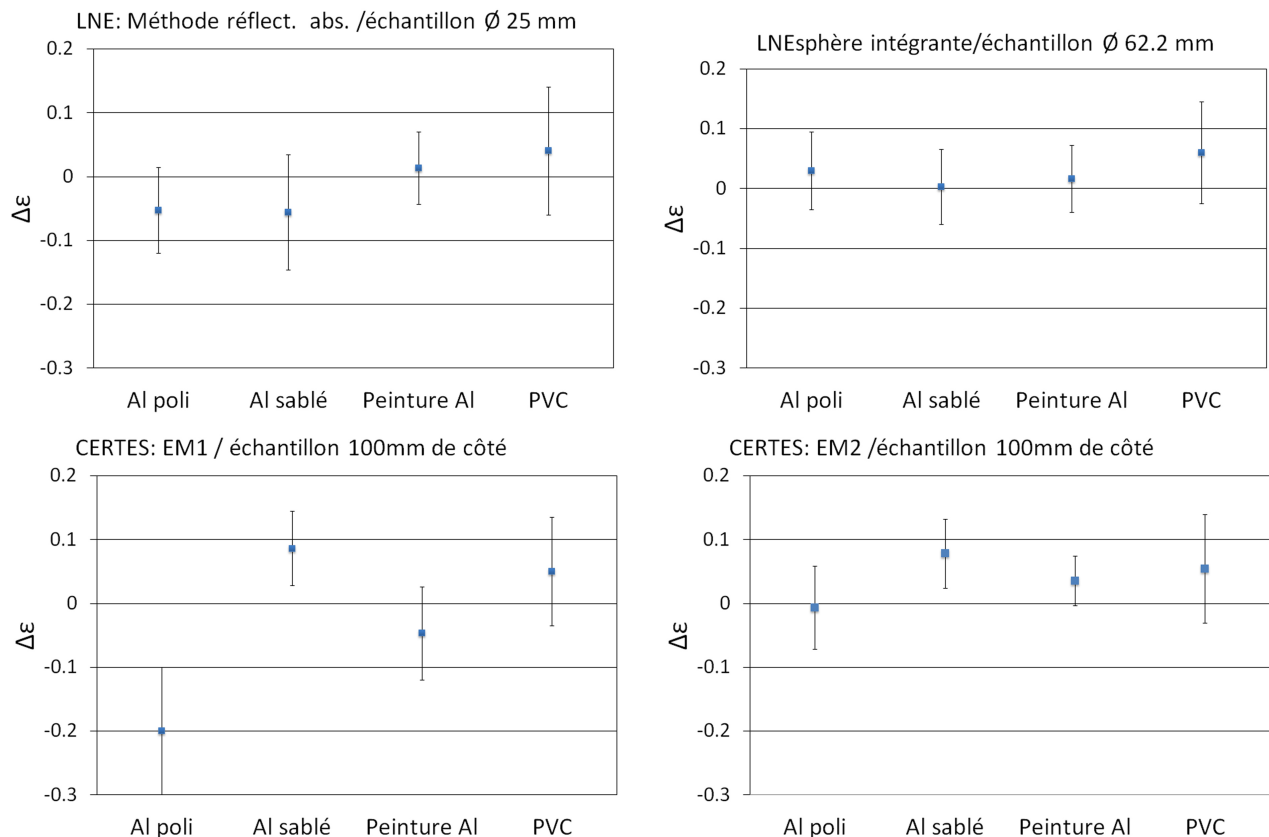


Figure 3 Différence $\Delta\varepsilon$ entre les différentes mesures d'émissivité et la mesure effectuée avec la méthode calorimétrique comme méthode de référence pour les quatre matériaux de l'étude

5. Conclusion

Une étude comparative a été effectuée entre les méthodes de mesure du LNE et du CERTES couvrant toute la gamme d'émissivité. Les méthodes de mesure réflectométriques du LNE sont en accord avec la méthode calorimétrique. Il en est de même des mesures effectuées au CERTES avec EM2 en dehors de l'aluminium sablé qui présente un problème de reproductibilité des éprouvettes.

Cette étude confirme que EM1 qui a été développé pour la mesure d'émissivité sur des surfaces de routes et de bâtiments (surfaces diffusantes et à forte émissivité) n'est pas adapté à d'autres types de surfaces (matériaux spéculaires et/ou matériaux de très faible émissivité).

Pour les mesures de surface à haute émissivité il est difficile de conclure car la méthode calorimétrique donne une incertitude trop élevée pour le PVC. Il faudrait faire les mesures sur un

autre type de substrat, la solution étant de recouvrir un échantillon en métal d'un revêtement mince fortement émissif. Pour des émissivités intermédiaires l'aluminium sablé est à proscrire car faiblement reproductible. Pour ces valeurs d'émissivité (autour de 0.5) la peinture aluminium est tout à fait adaptée pour des mesures à température ambiante.

Les méthodes de mesures spectrales par spectromètre à transformée de Fourier sont bien adaptées aux mesures d'émissivité et permettent de mesurer des échantillons de géométrie quelconque, ce que ne permettent pas les autres méthodes. Les méthodes spectrales sont limitées spectralement et cela entraîne une incertitude due à l'extrapolation du spectre de 0.04 ce qui peut être acceptable dans de nombreux cas. Il semble donc nécessaire d'approfondir la comparaison entre ces différentes techniques sur d'autres échantillons pour réduire les incertitudes.

Références

- [1] J. Hameury, B. Hay, J. R. Filtz, *Measurement of Total Hemispherical Emissivity Using a Calorimetric Technique*, International Journal of Thermophysics, Vol. 28, 1607-1620 (2007)
- [2] J. Hameury, B. Hay, J.R. Filtz, *Measurement of Infrared Spectral Directional Hemispherical Reflectance and Emissivity at BNM-LNE*, International Journal of Thermophysics, Vol. 26, No. 6, 1973-1983, November 2005
- [3] L. Ibos, M. Marchetti, A. Boudenne, S. Datcu, J.Livet, Y. Candau, *Infrared emissivity measurement device : Principle and applications*, Meas. Sci. Tech., Vol. 17, 2950 (2006).
- [4] J.P. Monchau, L. Ibos, Y. Candau , V. Feuilet, M. Marchetti, J. Dumoulin, *Infrared Emissivity Measurements of Building and Civil Engineering Materials A new device for measuring emissivity* , International Journal Of Thermophysics, Published on line 18 june 2013
- [5] J.P. Monchau, *Mesure d'émissivité pour la thermographie infrarouge appliqué au diagnostic quantitatif des structures*, Thèse Université Paris Est (2013)
- [6] J.P. Monchau, L. Ibos, Y. Candau , V. Feuilet, M. Marchetti, J. Dumoulin, *Développement d'un émissomètre portable pour la caractérisation de structure de bâtiment et de chaussée*, congrès SFT 2013
- [7] S. Datcu, L. Ibos, Y. Candau, S. Matteï, *Contribution to improvement of building wall surface temperature by infrared thermography*, Infrared Physics and Technology, 46, 451-467 (2005)
- [8] Fleury et Mathieu, *Lumière*, Eyrolles (1965)
- [9] P. van Nijnatten, M.G. Hutchins, N.B. Kilbey, A. Roos, K. Gelin, F. Geotti-Bianchini, P. Polato , C. Anderson, F. Olive, M. Köhl, R. Spragg, P. Turner *Uncertainties in the determination of thermal emissivity by measurement of reflectance using Fourier transform spectrometers*, Thin Solid Films 164-169 Vol. 502 (2006)
- [10] L. Kauder, *Spacecraft Thermal Control Coatings References*, NASA-TP-2005-212792, NASA-Goddard Space Flight Center, Greenbelt, Maryland
- [11] W. Sabuga, R. Todtenhaupt, *Technical report "Bilateral intercomparison of total hemispherical emissivity and normal spectral emissivity measurements at BNM-LNE and PTB - PTB results"*, May 1999)
- [12] BNM-LNE, PTB, Euromet final report n° 516, *Intercomparison of total hemispherical and normal spectral emissivity measurements*, Euramet (2000)
- [13] Christian Monte, Jörg Hollandt, *Metrologia*. 47, S172 (2010)
- [14] European standard N° NF EN 12898