



HAL
open science

Méthode de mesure par pyrométrie multispectrale et développement d'un dispositif à hautes températures

Laurent Dejaeghere

► **To cite this version:**

Laurent Dejaeghere. Méthode de mesure par pyrométrie multispectrale et développement d'un dispositif à hautes températures. Science des matériaux [cond-mat.mtrl-sci]. Université de Bretagne Sud, 2016. Français. NNT : 2016LORIS406 . tel-01425673

HAL Id: tel-01425673

<https://theses.hal.science/tel-01425673>

Submitted on 3 Jan 2017

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



THESE / UNIVERSITE DE BRETAGNE-SUD
sous le sceau de l'Université Bretagne Loire

pour obtenir le titre de
DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE BRETAGNE-SUD

Mention : sciences pour l'ingénieur
Ecole doctorale : SICMA

présentée par **Laurent DEJAEGHERE**

Préparée à l'unité mixte de recherche
(n° 3744)

Etablissement de rattachement

Institut de Recherche Dupuy de Lôme

Méthode de mesure par pyrométrie multispectrale et développement d'un dispositif à hautes températures.

Thèse devant soutenir le 8 juillet 2016

devant le jury composé de :

Philippe LE MASSON

Professeur des Universités, Université de Bretagne-Sud / directeur de thèse

Muriel CARIN

Maître de Conférences - HDR, Université de Bretagne-Sud / *co-directrice*

Thomas PIERRE

Maître de Conférences, Université de Bretagne-Sud / *co-directeur*

Benjamin REMY

Professeur des Universités, Université de Lorraine / *rapporteur*

Thierry DUVAUT

Professeur des Universités, Université de Reims Champagne-Ardenne / *rapporteur*

Christophe LE NILIOT

Professeur des Universités, Polytech' Marseille / examinateur

Pascal PAILLARD

Professeur des Universités, Polytech' Nantes / examinateur

Guillaume RUCKERT

Expert, DCNS / *invité*

Xavier TARDIF

Expert, IRT Jules Verne / *invité*

Remerciements

Je tiens à remercier toutes les personnes qui m'ont permis d'arriver jusque-là.

Je remercie donc en particulier, mon directeur de thèse, Philippe Le Masson, et mes co-directeurs Muriel Carin et Thomas Pierre, pour leur soutien et leur pédagogie, mais également pour leur bonne humeur. Ils ont été des rocs dans les moments difficiles de la thèse et ont su m'orienter de manière à rendre ces travaux pertinents et originaux.

Je remercie également les membres du jury : Christophe Le Niliot, Pascal Paillard, Guillaume Ruckert, Xavier Tardif et tout particulièrement les rapporteurs Benjamin Remy et Thierry Duvaut, pour le temps qu'ils ont pris pour étudier et évaluer mon mémoire.

Merci également à toute l'équipe ET2E avec notamment, Michel Dumont, Jean Costa, Joël Broine, William Berckmans et Anthony Jegat nos techniciens, mais aussi tous les doctorants (et pour quelques un maintenant docteurs) du laboratoire dont, Simon, Kevin, Élise, Mickaël, Élodie, François, Constant, Édouard et Cyril qui ont partagé le bureau. On notera au passage que Mickaël doit recevoir un remerciement particulier puisqu'après avoir soutenu sa thèse, il a passé beaucoup de temps à m'aider dans le cadre du poste qu'il a obtenu à l'université.

Un grand merci également à ma famille pour son soutien et tout particulièrement Sabrina ma femme, Mélodie ma grande fille, Harmonie sa petite sœur arrivée après la première année de thèse et Léhi, notre petit dernier qui a absolument voulu voir son papa et est arrivé un mois avant la soutenance.

De manière général, un grand merci à tous et merci à la personne qui lit ce message puisqu'elle a trouvé pertinent d'avoir entre les mains un résumé de ces précieuses années de travail.

La théorie c'est quand on sait tout et que rien ne fonctionne.

La pratique c'est quand tout fonctionne et que personne ne sait pourquoi.



Ici nous avons réunie théorie et pratique : rien ne fonctionne
et personne ne sait pourquoi...

Table des matières

1 État de l'art	3
1.1. Caractérisation à hautes températures.....	4
1.1.1. Caractérisation à l'aide de techniques dynamiques rapides de chauffage	4
1.1.2. Mesures par méthode flash.....	7
1.1.3. Caractérisation avec lévitation de l'échantillon	9
1.1.4. Synthèse.....	12
1.2. Mesures thermiques intrusives à hautes températures	12
1.3. Mesures thermiques non-intrusives à hautes températures.....	14
1.3.1. Principe de fonctionnement des détecteurs photométriques	14
1.3.2. Pyromètre à large bande	16
1.3.3. Pyromètre monochromatique.....	17
1.3.4. Pyromètre bichromatique	18
1.3.5. Pyromètre polychromatique	20
1.3.6. Pyrométrie active.....	22
1.3.7. Pyrorélectométrie	22
1.3.8. Gold cup pyrometer (Pyromètre à couple d'or).....	22
1.3.9. Mesure par phosphorescence	23
1.3.10. Comptage de photons	23
1.4. Séparation de la mesure de température et de l'émissivité lors d'une mesure de rayonnement thermique.....	24
1.4.1. Émissivité choisie.....	25
1.4.2. Mesures de l'émissivité	25
1.4.3. Mesures de réflectivité	25
1.4.4. Modèles comportementaux de l'émissivité.....	26
1.4.5. Émissivité des matériaux métalliques	29
1.5. Conclusion.....	29
2 Le pyromètre multispectral	31
2.1. Rappels théoriques de rayonnement thermique	32
2.2. Le développement du pyromètre.....	36
2.3. Incertitudes liées aux éléments du pyromètre.....	52
2.4. Conclusion.....	56
3 Dispositif à hautes températures	59
3.1. Objectif	60

3.2. Précautions à prendre lors du dimensionnement du dispositif hautes températures	61
3.2.1. Les réactions chimiques.....	61
3.2.2. Le contrôle de l'énergie	63
3.2.3. Les mesures de température.....	65
3.3. Présentation du dispositif.....	65
3.4. Procédure de mise en température	68
3.5. Simulation numérique	69
3.5.1. Introduction	69
3.5.2. La géométrie	70
3.5.3. Formulation mathématique du modèle magnéto-thermique	72
3.5.4. Modélisation du courant dans les spires de l'inducteur	76
3.5.5. Étude de convergence spatiale.....	77
3.5.6. Couplage entre les problèmes thermiques et électromagnétiques.....	81
3.5.7. Analyse des résultats numériques et confrontation avec les expériences	82
3.6. Les premiers essais : retour d'expériences.....	89
3.6.1. Problèmes d'étanchéité.....	89
3.6.2. Problèmes d'arc électrique.....	90
3.6.3. Problèmes d'alignement.....	91
3.7. Conclusion.....	92
4 Mesures radiatives et étalonnage du pyromètre	93
4.1. Rappel des procédures d'étalonnage	94
4.2. Étalonnage à l'aide du dispositif n°1	96
4.2.1. Acier peint.....	97
4.2.2. Tungstène peint.....	101
4.2.3. Conclusion sur l'étalonnage.....	102
4.3. Étalonnage avec le dispositif n°2	103
4.3.1. Présentation de l'expérience.....	103
4.3.2. Nickel	106
4.3.3. Fer	112
4.3.4. Analyse des résultats sur l'étalonnage utilisant l'induction	115
4.3.5. Conclusion sur l'étalonnage utilisant l'induction	116
4.4. Étalonnage à l'aide du dispositif à hautes températures	117
4.4.1. Essai sur le cuivre.....	118

4.4.2. Essai sur du nickel	120
4.4.3. Fer	123
4.4.4. Chrome	125
4.4.5. Niobium	126
4.4.6. Conclusion sur l'étalonnage relatif au dispositif à hautes température	129
4.5. Conclusion sur l'étalonnage.....	130
5 Application de la pyrométrie polychromatique au soudage	133
5.1. Présentation du banc de mesure.....	134
5.2. Mesures avec la plaque mobile	136
5.3. Mesures avec la torche mobile.....	143
5.4. Confrontation des mesures statique et dynamique.....	145
5.5. Conclusion sur les mesures lors d'une opération de soudage	146
Conclusion	147
Annexe	153

Nomenclature

Lettres grecques	Unité	Définition
α_{atm}		Coefficient d'absorption/émission de l'atmosphère traversée
γ	N.m ⁻¹	Tension superficielle
$\gamma_{él}$	F.m ⁻¹	Permittivité électrique
ε		Émissivité
ε_0	$8,85 \times 10^{-12} \text{ m}^{-3} \text{ kg}^{-1} \text{ s}^4 \text{ A}^2$	Permittivité diélectrique du vide
ε_r		Permittivité diélectrique relative
θ	rad	Angle
λ	W.m ⁻¹ .K ⁻¹	Conductivité thermique
$\bar{\lambda}$	m	Longueur d'onde centrale
λ_i	m	Longueur d'onde <i>i</i>
μ	kg.m ⁻¹ .s ⁻¹	Viscosité dynamique
μ_0	H.m ⁻¹	Perméabilité magnétique du vide
μ_r		Perméabilité magnétique relative
μ_{mag}	H.m ⁻¹	Perméabilité magnétique
ρ	kg.m ⁻³	Masse volumique
$\rho_{élec}$	Ω.m	Résistivité électrique
ρ_{total}	C.m ⁻³	Densité de charge totale regroupant les charges liées et les charges libres
$\sigma_{élec}$	S.m ⁻¹	Conductivité électrique
σ_i	m	Écart-type à la longueur d'onde <i>i</i>
χ	Unité de l'observable	Sensibilité réduite
\emptyset	m	Diamètre
Φ	W.m ⁻²	Flux radiatif
ψ°	Photon. m ⁻² .μm ⁻¹ .sr ⁻¹	Luminance photonique
ω	Hz	Fréquence propre
Ω	sr	Angle solide

Lettres latines	Unité	Définition
a	$m^2.s^{-1}$	Diffusivité thermique
B	T	Induction magnétique
c	$m.s^{-1}$	Vitesse de la lumière
C_1	$2hc^2$	Constante
C_2	hc/k_b	Constante
C_p	$J.kg^{-1}.K^{-1}$	Capacité calorifique à pression constante
D	$C.m^{-2}$	vecteur déplacement électrique
e	m	Épaisseur
E	$V.m^{-1}$	Champ électrique
$E_{clairement}$	$W.\mu m^{-1}.m^{-2}.sr$	Éclairement
E_{ner}	J	Énergie
f	Hz	Fréquence
F_{12}		Facteur de forme
Fém.	$V. ^\circ C^{-1}$	Force électromotrice
h	$6,62 \times 10^{-34} m^2.kg.s^{-1}$	Constante de Planck
H	B	Champ magnétique
H_{ent}	J	Enthalpie
h_{Mi}	m	Transmittivité maximale spectrale d'un filtre à la longueur d'onde i
H_{Mi}	m	Transmittivité maximale spectrale du pyromètre à la longueur d'onde i
I	A	Intensité électrique
J	$W.m^{-2}$	Radiosité
k_b	$J.K^{-1}$	Constante de Boltzmann
l	m	Longueur
L	$W. m^{-2}.\mu m^{-1}.sr^{-1}$	Luminance
L_{ind}	H	Inductance
L_{orentz}	$2,45 \times 10^{-8} V^2.K^{-2}$	Nombre de Lorentz
m	kg	Masse
M	$W. m^{-2}.\mu m^{-1}.sr^{-1}$	Émittance
n		Normale à la surface
n_i		Indice de réfraction du milieu i
Q	$W.m^{-3}$	Source de chaleur interne
s	m^2	Surface
S_{dec}	$A.W^{-1}$	Sensibilité du détecteur
U	V	Tension

Introduction générale

Depuis une vingtaine d'années, les technologies d'assemblage telles le soudage hybride, la fabrication additive par laser, sont en plein essor et contribuent à accroître la compétitivité des industries. La multiplicité de combinaison des procédés et de leurs paramètres opératoires conduit à un nombre important de types d'assemblage et de formes. Les enjeux industriels se situent alors au niveau de la qualification de ces assemblages en termes de propriétés mécaniques d'emploi en service, de précision des cotes de fabrication, de contrôle et de l'analyse des défauts... Afin d'arriver à un assemblage de qualité, deux opportunités s'offrent au concepteur. La première consiste à rechercher, à partir de l'expérience du bureau d'études, d'abaques ou encore de manière empirique, les paramètres opératoires optimaux. La qualification se fait dans ce cas en s'appuyant sur des observables et des essais de sollicitation *a posteriori*. Cette approche est en général coûteuse en temps et en essais et conduit de plus en plus à aborder une seconde approche basée sur la modélisation. La difficulté dans ce cas réside dans la représentativité des phénomènes physiques. En effet, une modélisation multiphysique d'un assemblage cherche à répondre à une compréhension des phénomènes mis en jeu lors de la réalisation de l'assemblage et conduit généralement, par le fait de vouloir développer des modèles de connaissance, à un calcul numérique complexe et consommateur en temps de calcul. De plus, la modélisation, et tout particulièrement celle pour laquelle des hautes températures sont mises en jeu, demande à implémenter dans les codes de calcul des paramètres matériaux et opératoires très souvent difficilement accessibles. En parallèle de ces développements numériques multiphysiques et à partir de ceux-ci, des modèles réduits répondant aux attentes industrielles sont construits. Enfin, l'ensemble de ces modélisations qu'elles soient de types multiphysiques ou réduits demande à être analysé et à être qualifié au regard d'observables judicieusement choisis.

Le projet de chaire « MAPEPAS » (MATériaux à Propriétés Élevées et Procédés Avancés de Soudage) de l'IRT Jules Verne se propose d'étudier plusieurs éléments des approches décrites précédemment. Il regroupe l'Institut des Matériaux Jean Rouxel de Nantes (IMN), l'ex Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux de Bretagne (IRDL, ex-LIMATB), l'entreprise DCNS ainsi que l'Institut Maupertuis de Rennes. Ce projet est divisé en quatre parties (work packages – WP1 à WP4). Le lot WP2 a vocation à travailler sur le soudage laser hybride MAG multicathode et s'appuie sur un travail de thèse ; le lot WP3 sur le soudage A-TIG et la modélisation du procédé avec une application à des aciers inoxydables à hautes propriétés – travaux d'un post-doctorant ; le lot WP4 sur la prévision des distorsions et des contraintes résiduelles dans des assemblages mécanosoudés – travaux de thèse ; enfin, le lot WP1 concerne les travaux de cette thèse et a pour vocation de développer des techniques de mesure à hautes températures avec une application à la modélisation du bain fondu en soudage à l'arc. En effet, souligné précédemment, un besoin existe en données matériaux à hautes températures. La connaissance des propriétés des métaux et particulièrement des aciers est largement répandue à l'état solide (Baykara et al., 1991; de Ligny and Richet, 1996). À l'état liquide, des données existent dans la littérature mais sont beaucoup moins nombreuses. En complément, des dispositifs expérimentaux à hautes températures pour la caractérisation des matériaux fondus sont rares et exigent des moyens de mesures thermiques performants.

Ce travail de thèse s'articule sur deux éléments : d'une part sur le développement de techniques de mesure pyrométrique multispectrale et d'autre part sur le développement d'un dispositif pouvant atteindre des températures de l'ordre de 2 500 °C.

Ce document se divise donc en cinq chapitres.

Le premier chapitre présente un état de l'art autour de trois axes. Le premier de ces axes est orienté sur la caractérisation thermophysique des matériaux à hautes températures. Le second met l'accent sur les techniques de mesure de température et tout particulièrement sur les mesures radiatives. Enfin le troisième axe s'accorde à discuter d'un paramètre fondamental lors de mesure par des techniques radiatives, à savoir l'émissivité.

Le second chapitre, dans un premier temps, rappelle les notions de rayonnement strictement nécessaires à la compréhension du document, présente le principe de la mesure par pyrométrie, puis cherche à établir une méthodologie permettant de faire des choix technologiques concernant la mesure pyrométrique multispectrale. Ce chapitre se concrétise à travers la présentation du pyromètre retenu et des besoins en termes d'étalonnage.

Le troisième chapitre est défini autour du dispositif à hautes températures. L'accent est mis tout d'abord sur les besoins et les choix technologiques *a priori*. Ensuite, une simulation numérique du dispositif permet de mieux comprendre la mise en température ainsi que de faire le lien entre le paramètre opératoire qu'est la puissance affichée et l'évolution de la température au sein de la zone centrale du dispositif où les mesures thermiques sont envisagées.

Le quatrième chapitre concerne l'étalonnage du pyromètre. Plus particulièrement, après un rappel des paramètres fondamentaux de la chaîne pyrométrique et des grandeurs *a priori* connues ou quantifiables, trois types d'expériences ainsi que plusieurs matériaux sont utilisés et conduisent à un étalonnage et surtout à la définition d'une incertitude.

Le cinquième chapitre met en application le pyromètre à travers le cas d'un soudage à l'arc où l'objectif est de mesurer la température de surface d'un bain de fusion.

Enfin, la conclusion de ce mémoire reprend les principaux résultats obtenus et ouvre sur les perspectives d'évolution vers la caractérisation des matériaux fondus comme les aciers.

1 État de l'art

Sommaire

1 État de l'art	3
1.1. Caractérisation à hautes températures.....	4
1.1.1. Caractérisation à l'aide de techniques dynamiques rapides de chauffage	4
1.1.2. Mesures par méthode flash.....	7
1.1.3. Caractérisation avec lévitation de l'échantillon	9
1.1.4. Synthèse.....	12
1.2. Mesures thermiques intrusives à hautes températures	12
1.3. Mesures thermiques non-intrusives à hautes températures.....	14
1.3.1. Principe de fonctionnement des détecteurs photométriques.....	14
1.3.2. Pyromètre à large bande	16
1.3.3. Pyromètre monochromatique.....	17
1.3.4. Pyromètre bichromatique	18
1.3.5. Pyromètre polychromatique	20
1.3.6. Pyrométrie active.....	22
1.3.7. Pyrorélectométrie	22
1.3.8. Gold cup pyrometer (Pyromètre à coupole d'or)	22
1.3.9. Mesure par phosphorescence	23
1.3.10. Comptage de photons	23
1.4. Séparation de la mesure de température et de l'émissivité lors d'une mesure de rayonnement thermique.....	24
1.4.1. Émissivité choisie.....	25
1.4.2. Mesures de l'émissivité	25
1.4.3. Mesures de réflectivité	25
1.4.4. Modèles comportementaux de l'émissivité	26
1.4.5. Émissivité des matériaux métalliques	29
1.5. Conclusion.....	29

Ce chapitre présente un état de l'art non-exhaustif des connaissances des propriétés physiques des métaux/alliages autour et au-delà de leur point de fusion et référence les techniques d'estimation de ces propriétés. Que ce soit pour le dispositif à hautes températures ou pour le soudage, les températures rencontrées dépassent les 1 200°C, et le suivi en température ne peut s'effectuer qu'avec un capteur étalonné. Ensuite, la volonté de suivre la température conduit à réfléchir sur différentes techniques de mesure. De plus, le choix de travailler avec des techniques par voie radiative n'exclut pas l'utilisation de thermocouples pour des températures comprises entre 1 000 et 1 700 °C, voire 2 000 °C. Ce constat nous pousse dans la troisième partie à présenter la mesure à hautes températures par les techniques avec et sans contact.

1.1. Caractérisation à hautes températures

Dans le cadre du soudage, l'amélioration des modèles numériques visant à prédire le comportement du procédé passe par une connaissance plus fine des propriétés physiques des matériaux impliqués. Ces propriétés, issues des différentes physiques utilisées dans le domaine du soudage, sont principalement de natures thermiques (conductivité λ , capacité calorifique Cp , diffusivité a , émissivité ε ...), mécaniques (viscosité dynamique μ , tension superficielle γ ...) et électriques (conductivité σ_{elec} ...). Les bases de données de ces propriétés, fournies pour les métaux dans leur état solide, sont plus rares ou confidentielles à l'état liquide. Cette observation tient au fait que les problèmes techniques expérimentaux augmentent de façon exponentielle avec la température. En effet, la montée à haute température induit des effets qui peuvent être définis suivant trois classes. Tout d'abord, il est important de se retrouver dans une configuration où pour l'échantillon le contrôle de la montée en température soit assuré. Ensuite, ce niveau de température doit être aussi contrôlé avec précision en maîtrisant les phénomènes de transfert entre l'échantillon et le capteur. Enfin, les problèmes de pollution, d'oxydation doivent être maîtrisés afin de quantifier et/ou de les annihiler. Pour ces différentes raisons, les techniques de caractérisation répertoriées dans cet état de l'art sont définies autour de techniques classiques, pour lesquelles les difficultés liées aux hautes températures sont soulignées avant de mettre en avant les études présentes dans la littérature.

1.1.1. Caractérisation à l'aide de techniques dynamiques rapides de chauffage

Parmi les problèmes techniques rencontrés lors de la caractérisation à hautes températures, nous pouvons citer la pollution de l'échantillon avec son contenant et son environnement. Afin d'éviter toute contamination chimique lors de la mesure, l'une des stratégies possibles est d'effectuer la mesure avec une échelle temporelle beaucoup plus courte que celle des réactions chimiques. Ceci est en partie vrai pour un fil de type métallique chauffé horizontalement par résistance à très haute température par décharge capacitive, comme proposé par (Boivineau et al., 2006) (ex : pulsation de courant de 7 kA sous un temps de 120 μ s). Toutes les mesures sont effectuées en quelques microsecondes à l'état instationnaire où le fil est à l'état liquide, mais n'a pas encore eu le temps de tomber, ce qui évite les problèmes de contamination avec un éventuel contenant (Figure 1.1).

Dans cet intervalle temporel, l'échantillon est à la température souhaitée et les mécanismes de la chimie n'ont pas encore eu le temps de se mettre en place (exemple : oxydation). Partant de ce

concept et au regard des besoins de caractérisation, quatre mesures sont effectuées simultanément, à savoir : le rayonnement à l'aide d'un pyromètre, la tension et le courant traversant l'échantillon, ainsi que l'expansion volumique à l'aide d'une caméra rapide. La synchronisation de l'acquisition de ces données permet de les combiner pour en déduire la température, la conductivité électrique, l'enthalpie, le coefficient d'expansion volumique ainsi que la capacité calorifique à pression constante (Figure 1.2).

En utilisant ce procédé, Pottlacher publie une étude réalisée sur la caractérisation des propriétés thermophysiques des métaux à l'état liquide en 1987 (Pottlacher *et al.*, 1987). Par la suite, en utilisant la même méthode, d'autres études sont publiées par Boivineau (Boivineau *et al.*, 1993a, 1993b, 1996; Thévenin *et al.*, 1993).

Lors de ces études, les conditions isobariques étant validées, et au regard du second principe de la thermodynamique, l'enthalpie est égale à l'énergie interne et donc à la puissance électrique dissipée par effet Joule :

$$\Delta H_{ent} = H_{ent}(T) - H(298) = \frac{1}{m} \int_0^t I(t) \cdot U_c(t) dt \quad (1.1)$$

où m est la masse de l'échantillon et U_c est la tension corrigée de la part inductive :

$$U_c(t) = U(t) - L_{ind} \frac{dI(t)}{dt} \quad (1.2)$$

avec L_{ind} l'inductance du circuit. La résistivité électrique est simplement calculée par la loi d'Ohm :

$$\rho_{elec}(t) = \frac{U_c(t) \pi \phi_0^2}{I(t) 4 l} \quad (1.3)$$

où ϕ_0 est le diamètre initial du fil et l la longueur du fil étudié. Dans la plupart des cas, l'expansion radiale du fil est obtenue grâce à une mesure *via* une caméra rapide et un dispositif d'éclairage. Cette mesure du diamètre permet aussi, du fait de la symétrie axiale, d'en déduire l'évolution du volume spécifique $V(t)$. La masse volumique est ensuite déduite en faisant l'hypothèse de la conservation de la masse.

$$\rho(t) = \rho_0 \frac{V_0}{V(t)} \quad (1.4)$$

En complément, la mesure de l'enthalpie permet par dérivation vis-à-vis de la température d'en déduire l'évolution de la capacité calorifique massique. De plus, la difficulté de remonter aux propriétés thermophysiques telles que la conductivité ou la diffusivité thermiques, peut être contournée par l'utilisation de la résistivité électrique et la loi de Wiedemann-Franz.

$$\lambda(T) = \frac{L_{orentz} T}{\rho_{elec}(t)} \quad (1.5)$$

où L_{orentz} est le nombre de Lorentz ($2,45 \cdot 10^{-8} \text{ V}^2 \cdot \text{K}^{-2}$). Cette équation souligne le fait que la chaleur est véhiculée par les électrons et reste valide pour les métaux liquides (Mills, 1998). L'utilisation de cette relation a permis de déterminer la conductivité thermique de certains métaux liquides (W, Re, Ta, Mo, Nb, Fe, Co, Ni, Au, Cu) (Pottlacher, 1999) comme pour l'inconel 718 (Pottlacher *et al.*, 2002).

Des mesures ont aussi été réalisées jusqu'à des températures supérieures à 3 000 °C (Boivineau, 2009 ; Boivineau and Pottlacher, 2006 ; Schmon *et al.*, 2015).

Lors de l'utilisation de cette expérience pour un fil de platine, Wilthan présente des erreurs calculées lors de cette expérience à savoir : 4 % pour l'enthalpie, 8 % pour l'enthalpie de fusion, 8 % pour la capacité calorifique à pression constante, 8 % pour la résistivité électrique volumique, 6 % pour la masse volumique, 12 % pour la conductivité thermique (Wilthan *et al.*, 2004).

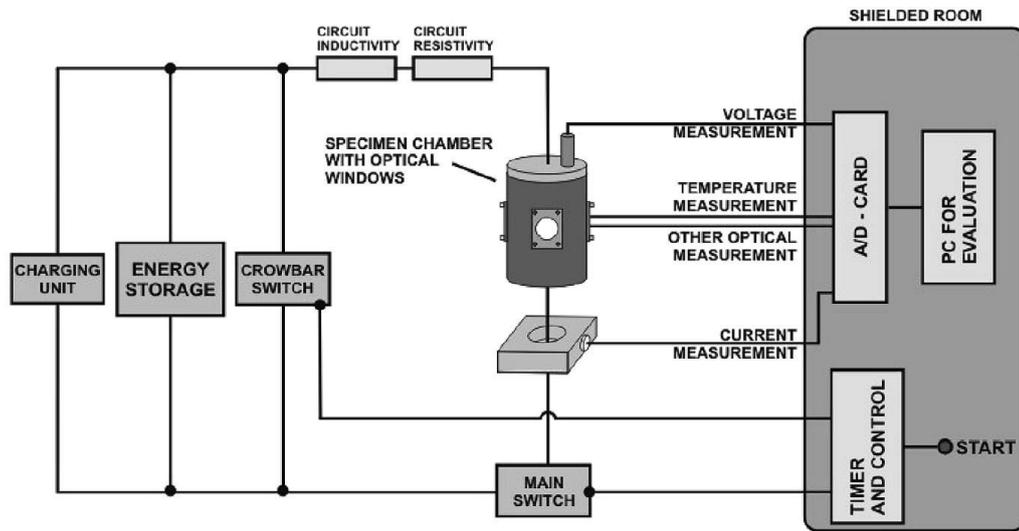


Figure 1.1 : schéma de l'expérience de Boivineau et Pottlacher (Boivineau and Pottlacher, 2006).

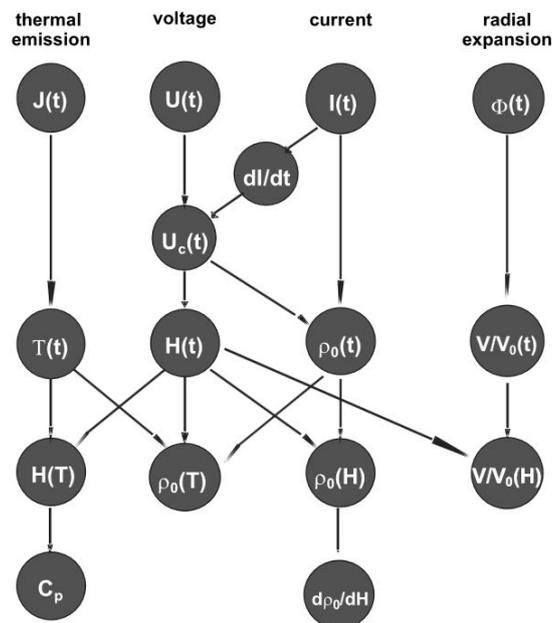


Figure 1.2 : schéma des liens entre les mesures et les propriétés thermophysiques calculées (Boivineau, 2001).

1.1.2. Mesures par méthode flash

Une seconde approche vis-à-vis des études liées à la caractérisation des matériaux, en incluant les problèmes de réactions chimiques, est de travailler sous gaz neutre dans une enceinte et de choisir des creusets non réactifs recevant les matériaux fondus. Ainsi, il est possible de chercher à mettre en place des techniques de caractérisation bien connues et maîtrisées telles la méthode flash pour la mesure de la diffusivité thermique. Initialement proposée en 1961 par Parker (Parker *et al.*, 1961), la méthode flash est principalement dédiée à la mesure de la diffusivité thermique (a). Cette technique consiste à échauffer brièvement (généralement avec un flash laser ou une lampe) une face d'un échantillon, préalablement chauffé à une température définie, et de mesurer sur cette même face ou en face arrière l'élévation de la température. Dans le cas d'une mesure en face arrière, en supposant un cas idéal de diffusion 1D suivant l'épaisseur, la diffusivité thermique est alors calculée selon l'équation (1.6) :

$$a = 0,1388 \frac{e^2}{t_{1/2}} \quad (1.6)$$

avec a la diffusivité thermique, e l'épaisseur de l'échantillon et $t_{1/2}$ le temps de demi-montée, c'est-à-dire le temps pour lequel l'écart de température de la surface observée $\Delta T = \frac{1}{2} \Delta T_{max}$ (Figure 1.3). De plus, la mesure de la température maximale permet aussi de déterminer le produit ρC_p .

La théorie de Parker s'applique généralement pour des matériaux conducteurs, homogènes, isotropes, opaques, de propriétés thermiques constantes, et parfaitement isolés. Cependant, des études plus complètes, prenant en compte les pertes convecto-radiatives ainsi que des effets 2D ont été menées (Azumi and Takahashi, 1981 ; Blumm and Opfermann, 2002 ; Cape and Lehman, 1963 ; Cowan, 1963) et appliquées à différents types de matériaux (isolants, bicouches...) (Degiovanni, 1999 ; Hay *et al.*, 2004). Ces nouvelles études impliquent des modèles plus complets et l'estimation de la diffusivité est basée sur des techniques inverses.

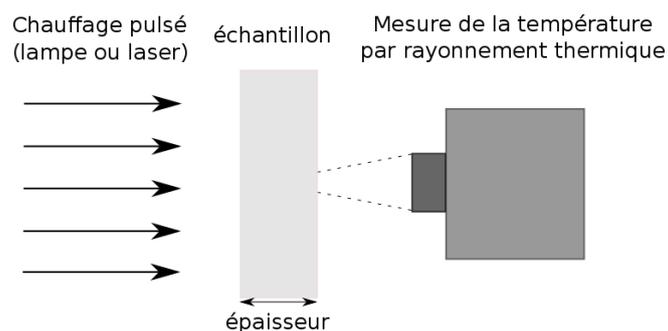


Figure 1.3 : schéma de principe de la méthode flash.

La méthode flash permet donc de mesurer la diffusivité thermique a et le produit ρC_p et d'en déduire la conductivité λ . Cependant, la difficulté d'évaluer les pertes entraîne une imprécision sur l'estimation du produit ρC_p et conduit à utiliser d'autres méthodes de caractérisation indépendantes comme par exemple la DSC (Differential Scanning Calorimetry). Cette dernière compare l'évolution des flux de chaleur entre un corps de référence et l'échantillon sur des rampes de température (Brown, 1998 ; Claudy, 2005 ; Grenet and Legendre, 2010).

En complément, nous pouvons souligner que des dispositifs existent permettant de monter jusqu'à des températures de 3 000 °C pour des méthodes flash sur des matériaux solides (Hay et al., 2006) et jusqu'à 1 600 °C pour des mesures de DSC. Concernant les estimations de la diffusivité à haute température, elles sont obtenues à partir de méthodes inverses en sollicitant le matériau périodiquement.

En 1986, Balageas *et al.* appliquent une méthode flash avec une mesure face avant en proposant une solution analytique qui est comparée à des données expérimentales sur un matériau bicouche avec ou sans prise en compte de résistances de contact (entre les matériaux) et un matériau à trois couches sans prise en compte des résistances de contact (Balageas et al., 1986). La validation de cette approche est réalisée sur plusieurs types d'échantillons : une plaque d'aluminium recouverte d'un substrat, du plastique recouvert d'un substrat et de la peau humaine. La modélisation de la méthode flash avant a évolué par exemple pour une approche multicouche. Pour cela, la résolution est faite dans le domaine de Laplace par la méthode des quadripôles avec un retour dans l'espace temporel par la méthode de Stehfest (Krapez *et al.*, 2002) sur des plaques de diffusivité non-homogène (Krapez *et al.*, 2004) ou encore avec des sources de chaleur (Krapez and Dohou, 2014).

La méthode flash a été appliquée aussi à des matériaux fondus. Dans ce cas, les problèmes de contamination et de comptabilité des matériaux sont accentués. De plus, les pertes par radiation et des effets convectifs peuvent apparaître et accentuer les difficultés. Maeda *et al.* (Maeda *et al.*, 1996) développent un dispositif basé sur une méthode flash pour lequel, une cellule spéciale contenant le matériau à l'état liquide est utilisée. Celle-ci est composée de deux parois minces (0,2 mm) formant un creuset en platine ou en alliage de platine-rhodium. Ce creuset est positionné dans des tubes d'alumine de grande pureté. Enfin, pour chaque température, l'épaisseur de la couche de fluide est réglée manuellement par une vis micrométrique. L'estimation de la diffusivité est obtenue à l'aide d'une méthode analytique.

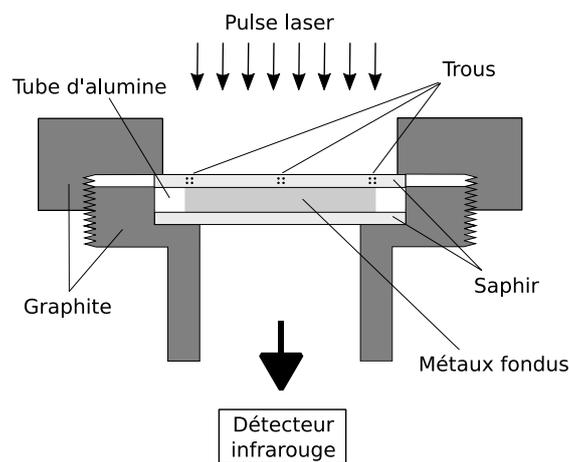


Figure 1.4 : Schéma d'un montage pour méthode flash sur des métaux fondus (Nishi et al., 2003a).

Nishi *et al.* (Nishi *et al.*, 2003a) reprennent ce principe de cellule (Figure 1.4). Dans ce cas, le creuset se compose d'un tube en céramique (alumine ou mullite) et de deux plaques de saphir avec un réglage possible de l'épaisseur du liquide (permettant aussi d'éliminer le gaz résiduel à l'intérieur de l'échantillon lorsque l'échantillon de métal a été fondu). L'épaisseur de la zone liquide était de l'ordre du millimètre avec des plaques de saphir d'épaisseur 1 mm. Ce type de cellule a été utilisé

pour mesurer la conductivité thermique du fer, du cobalt et du nickel fondus ; pour des températures inférieures à 1 650 °C (Nishi *et al.*, 2003a) et pour mesurer la diffusivité et la conductivité du germanium fondu (Nishi *et al.*, 2003b). Ces études sont basées sur une approche classique de la méthode flash avec une mesure en face arrière de la température avec des détecteurs infrarouges InSb. Shibata *et al.* (Shibata *et al.*, 2005) développent une manipulation pour des verres de silicate à l'état fondu dans une plage de température comprise entre 800 et 1 400 °C. L'échantillon de verre est fondu dans un creuset en platine et une impulsion laser est réalisée sur la surface inférieure du creuset. Le rayonnement infrarouge est relevé sur la même surface inférieure réalisant ainsi une méthode flash de type face avant. Cette étude a permis d'estimer l'effusivité, la diffusivité et la conductivité thermique des verres. Suivant ce principe, cette même équipe de recherche estime les conductivités thermiques de quelques scories synthétiques contenant de l' Al_2O_3 , CaO et SiO_2 dans une plage de température comprise entre 1 350 et 1 550 °C (Hasegawa *et al.*, 2012).

1.1.3. Caractérisation avec lévitation de l'échantillon

Une autre méthode pour s'affranchir des réactions chimiques potentielles, et tout particulièrement pour des matériaux fondus, repose sur l'utilisation d'un champ électromagnétique pour mettre en lévitation l'échantillon et ainsi éviter tout contact (Figure 1.5). L'idée originelle de la lévitation électromagnétique fut l'objet d'un brevet par Bachelet en 1912 (Bachelet, 1912). Par la suite, plusieurs études ont été menées afin d'obtenir un échantillon en lévitation comme par exemple Sun et Pehlke (Sun and Pehlke, 2000) où leur travail se penche sur les paramètres influant sur la température lors de l'utilisation de la lévitation électromagnétique. L'inconvénient majeur de cette technique réside dans les mouvements internes de la goutte en lévitation qui empêchent toute mesure de diffusion thermique. Afin de remédier à cela, en 2007, Tsukada *et al.* (Tsukada *et al.*, 2007) proposent de réaliser des mesures sur un échantillon en lévitation électromagnétique en rajoutant un champ magnétique statique (> 2 T). Cela a pour effet de contenir les mouvements internes de l'échantillon de manière à les rendre négligeables et ainsi permettre une caractérisation par méthode flash. La conductivité du silicium est ainsi mesurée entre 1 477 et 1 777 °C (Kobatake *et al.*, 2007) ainsi que son émissivité (Tsukada *et al.*, 2007). L'émissivité du fer et celle du nickel a également été estimée par cette technique en 2012 (Kobatake *et al.*, 2012), puis du cuivre en 2013 (Kurosawa *et al.*, 2013)

Une étude publiée par Schmon *et al.* (Schmon *et al.*, 2015) compare la technique du fil chauffé par décharge électrique utilisée par Pottlacher et Boivineau à la méthode utilisant la lévitation électromagnétique pour les mesures de masse volumique et de viscosité. Les résultats semblent montrer que les mesures effectuées par décharge électrique sont plus proches de la littérature que celles effectuées par lévitation électromagnétique. Ces comparaisons ont été réalisées à partir des valeurs compilées par Assael (Assael *et al.*, 2010, 2012).

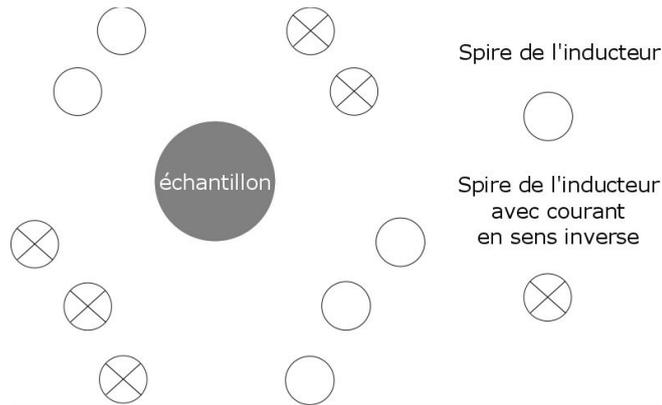


Figure 1.5 : schéma d'un inducteur utilisé pour la lévitation électromagnétique en courant fréquentiel (Kobatake *et al.*, 2012).

La lévitation magnétique statique avait déjà été utilisée par Rhim *et al.* (Rhim *et al.*, 1985, 1993) (Figure 1.6). Cette technique a l'avantage, contrairement à la lévitation électromagnétique, de ne pas créer de mouvement interne. C'est ainsi qu'en 2000, Rhim et Ohsaka. (Rhim and Ohsaka, 2000) présentent une étude sur du silicium fondu entre 1 027 et 1 627 °C mesurant la dilatation thermique, la capacité thermique à pression constante, l'émissivité, la tension superficielle ainsi que la viscosité dynamique.

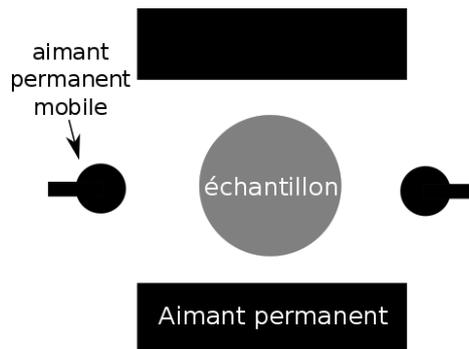


Figure 1.6 : schéma d'un échantillon en lévitation électrostatique (Rhim and Ohsaka, 2000).

La viscosité et la tension superficielle peuvent être calculées à partir de l'analyse des modes propres d'oscillation du matériau étudié (Margrave, 1994; Mills and Brooks, 1994). Les études menées par Barbé sur le sujet exposent une mesure simultanée de la tension superficielle et de la viscosité dynamique du matériau (Barbé and Papoular, 2000; Barbé *et al.*, 1999) en utilisant la lévitation aérodynamique. Ces études se basent sur les équations données par Chandrasekhar (Chandrasekhar, 2013).

$$\omega^2 = \frac{\gamma}{\rho R^3} l(l-1)(l+2) \quad (1.7)$$

$$\tau = \frac{\rho R^2}{\mu} \frac{1}{(l-1)(2l+1)} \quad (1.8)$$

avec ω la fréquence propre, τ le temps d'amortissement, γ la tension de surface, μ la viscosité dynamique, ρ la masse volumique, R le rayon de la goutte sans oscillation et l la distance maximale entre deux points de la surface de la goutte.

Plusieurs études sur la viscosité et la tension superficielle ont utilisé cette technique comme par exemple Lee *et al.* sur des combinaisons de métaux telles que la combinaison fer-nickel et fer-nickel-soufre (Lee *et al.*, 1993), Brillo et Egry sur les combinaisons fer-nickel-cuivre (Brillo and Egry, 2005), ou encore Nogi *et al.* sur les combinaisons fer-cuivre-chrome-antimoine et nickel-cuivre antimoine (Nogi *et al.*, 1991).

Ces mesures peuvent également être réalisées sans champ magnétique en utilisant le principe de la lévitation aérodynamique à savoir : souffler sur un échantillon de manière à contrebalancer les effets de la gravité (Figure 1.7). L'inconvénient réside dans la difficulté à maintenir un échantillon stable comme l'expliquent Oran et Berge (Oran and Berge, 1982) ou encore Nordine *et al.* (Nordine *et al.*, 2000). De plus, lorsque l'échantillon est à l'état liquide, des gouttes peuvent être entraînées par le flux de gaz.

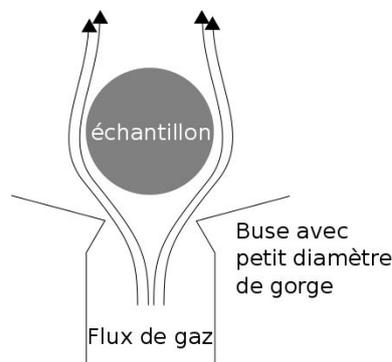


Figure 1.7 : schéma d'un échantillon en lévitation aérodynamique (Oran and Berge, 1982).

Une méthode similaire à la lévitation aérodynamique est la lévitation acoustique. Elle utilise une onde sonore d'une intensité suffisante pour contrebalancer les effets de la gravité. Elle est plus complexe que la lévitation aérodynamique, mais l'échantillon est piégé entre deux nœuds de l'onde sonore et est donc plus stable (Figure 1.8). Il est possible de trouver une explication détaillée sur son fonctionnement grâce aux explications données par Yosioka et Kawasima (Yosioka and Kawasima, 1955) ou encore par Apfel (Apfel, 1976). Plus récemment, une étude menée par Greffrath *et al.* (Greffrath *et al.*, 2014) présente l'influence de la convection lors de l'utilisation de cette méthode, et montre qu'elle est prépondérante par rapport aux pertes thermiques à 1 400 °C sur une bille d'alumine. Il est donc possible d'en déduire que les perturbations mécaniques liées à cette technique sont également trop importantes pour l'utilisation d'une mesure de diffusivité thermique par méthode flash. Ses avantages et ses inconvénients sont donc similaires à la technique de lévitation électromagnétique.

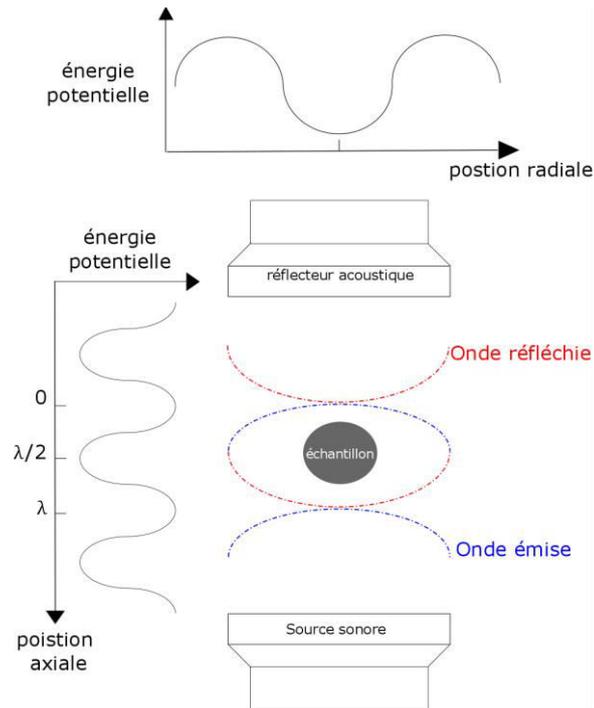


Figure 1.8 : schéma d'un échantillon en lévitation acoustique (Apfel, 1976).

1.1.4. Synthèse

La conductivité thermique, la capacité calorifique et la dilatation thermique sont accessibles, comme indiqué précédemment, par une technique de chauffage d'un fil avec une dynamique rapide. Par ailleurs, la viscosité et la tension superficielle sont, quant à elles, mesurées par une mise en lévitation de l'échantillon chauffé au-delà de son point de fusion. L'ensemble de ces propriétés peut être estimé *via* une seule expérience dans le cas d'une lévitation de l'échantillon sans mouvement de bain interne. Deux techniques existent : l'une basée sur le chauffage par induction couplé à un champ magnétique statique et l'autre avec un chauffage laser où la lévitation est obtenue avec un champ magnétique statique.

Quel que soit le moyen expérimental choisi, ces propriétés physiques, dont un état des lieux peut être trouvé dans l'annexe 1, sont estimées en fonction de la température. Cette dernière est mesurée avec ou sans contact (techniques détaillées dans les paragraphes suivants).

1.2. Mesures thermiques intrusives à hautes températures

Toutes les techniques présentées précédemment nécessitent de mesurer également la température. Il existe de nombreux dispositifs permettant de la mesurer. Chacun d'entre eux dispose de spécificité qui le qualifie pour une gamme de température donnée dans un environnement donné. Pour n'en citer que quelques-uns, il existe les thermomètres à volume liquide, les thermomètres à volume d'un gaz, les thermomètres bilames, les thermocouples, ou encore les thermomètres résistifs. La mesure de température avec contact la plus commune dans l'industrie est la mesure par thermistances ou par thermocouples.

L'une des techniques de mesure à hautes températures utilisées dans cette étude étant celle basée sur les thermocouples, il est donc nécessaire d'en mentionner brièvement quels sont les avantages et les inconvénients. Il est à noter que la plupart de ces remarques sont compatibles avec les techniques de mesure thermique avec contact de manière générale. Plus d'informations sur le principe de mesure d'un thermocouple peuvent être trouvées en annexe 2.

L'utilisation de thermocouples à grande échelle dans l'industrie et dans la recherche est une preuve de son excellent rapport qualité/prix. Sa précision est inférieure au pourcent (0,75 % à 1 000 °C) et de l'ordre du pourcent jusqu'à 2 320 °C (Tableau 1-1).

Type de thermocouple	Composition	Variation de la fém. à 1 000°C en $\mu\text{V}/^\circ\text{C}$	Gamme de température en continu en $^\circ\text{C}$	Norme en vigueur associée	Tolérance associée
K	(+)Nickel-Chrome (-)Nickel aluminium	39	0 à +1 100	EIT-90	$\pm 2,5^\circ\text{C}$ jusqu'à 333 $^\circ\text{C}$ $\pm 0,0075$ $\times T$ jusqu'à 1 000 $^\circ\text{C}$
T	(+)Cuivre (-)Cuivre-Nickel	-	-185 à +300	EIT-90	$\pm 1,0^\circ\text{C}$ jusqu'à 133 $^\circ\text{C}$ $\pm 0,0075$ $\times T$ jusqu'à 350 $^\circ\text{C}$
J	(+)Fer (-)Cuivre-Nickel	59	+20 à +700	EIT-90	$\pm 2,5^\circ\text{C}$ jusqu'à 333 $^\circ\text{C}$ $\pm 0,0075$ $\times T$ jusqu'à 1 000 $^\circ\text{C}$
N	(+)Nickel-Chrome (-)Silicium	39	0 à 1150	EIT-90	$\pm 2,5^\circ\text{C}$ jusqu'à 333 $^\circ\text{C}$ $\pm 0,0075$ $\times T$ jusqu'à 1 000 $^\circ\text{C}$
E	(+)Nickel-Chrome (-)Cuivre-Nickel	-	0 à 800	EIT-90	$\pm 2,5^\circ\text{C}$ jusqu'à 333 $^\circ\text{C}$ $\pm 0,0075$ $\times T$ jusqu'à 800 $^\circ\text{C}$
R	(+)Platine-13%rodhium (-)Platine	13	0 à 1 600	EIT-90	$\pm 1,5^\circ\text{C}$ jusqu'à 600 $^\circ\text{C}$ $\pm 0,0025$ $\times T$ jusqu'à 1 600 $^\circ\text{C}$
S	(+)Platine-10%rodhium (-)Platine	11	0 à 1 550	EIT-90	$\pm 1,5^\circ\text{C}$ jusqu'à 600 $^\circ\text{C}$ $\pm 0,0025$ $\times T$ jusqu'à 1 600 $^\circ\text{C}$
B	(+)Platine-30%rodhium (-)Platine-6%rodhium	9	+100 à +1 600	EIT-90	$\pm 0,0025 \times T$ de 600 $^\circ\text{C}$ à 1 700 $^\circ\text{C}$
G	(+)Tungstène (-)Tungstène-26%rhénium	21	+20 à +2 320	-	$\pm 1\%$ à partir de 425 $^\circ\text{C}$
C	(+)Tungstène-5%rhénium (-)Tungstène-26%rhénium	18	+50 à +1 820	-	$\pm 1\%$ à partir de 425 $^\circ\text{C}$
D	(+)Tungstène-3%rhénium (-)Tungstène-25%rhénium	20	+20 à +2 320	-	$\pm 1\%$ à partir de 425 $^\circ\text{C}$

Tableau 1-1 : types de thermocouple (TC.S.A., 2015).

Son utilisation nécessite l'accès et le contact sur la zone de mesure. Ce caractère intrusif implique :

- des erreurs de mesures liées aux résistances de contact (Dal *et al.*, 2009) ;
- un pompage énergétique lié à la diffusivité thermique importante des éléments du thermocouple ;
- les éventuels échanges chimiques entre le thermocouple et l'échantillon (diffusion) ;
- la perturbation de l'écoulement dans le cas d'un fluide...

Les mesures avec cycles thermiques favorisent également la dégradation du thermocouple, ce qui implique un remplacement éventuel. Enfin, ce type de mesure peut être sensible aux variations de champs magnétiques (mesure de courant électrique) et peut nécessiter un blindage électromagnétique.

Les thermocouples permettent des mesures à partir de -185 °C jusqu'à 1 600 °C selon la norme EIT-90 (voir annexe 3). Ils sont choisis en fonction de leur domaine d'emploi et leur utilisation implique un accès à la zone de mesure, ce qui en fait un capteur avec contact pouvant impliquer le besoin d'une analyse des transferts thermiques entre le capteur et son environnement afin d'évaluer l'impact sur la précision de la mesure (Dal, 2011 ; Morville, 2012) .

En cas d'inaccessibilité à la zone de mesure ou de conditions extrêmes (température, environnement agressif...), l'utilisation de thermocouple n'est plus possible et une technique de mesure non-intrusive doit être alors envisagée.

1.3. Mesures thermiques non-intrusives à hautes températures

Les mesures thermiques sans contact sont essentiellement optiques et sont basées sur l'effet photoélectrique pour convertir le flux énergétique perçu par la cellule sensible du détecteur en courant électrique. Ces mesures peuvent être effectuées par un capteur pour une mesure ponctuelle de la température (pyromètre), mais l'assemblage de détecteurs, sous forme de matrice, permet une mesure en deux dimensions (caméra thermique). Les mesures optiques ont l'avantage de se dégager de la totalité des problèmes de contact liés aux mesures par thermocouples, comme le contact sonde/surface. Mais cet avantage est gagné au prix d'une précision de mesure nettement inférieure aux thermocouples à des températures inférieures à 1 000 °C (de l'ordre de 2 % ou 3 % dans la plupart des cas (Amiel *et al.*, 2012; Chauvin *et al.*, 2009; Duvaut, 1994; Weng and Wen, 2011a)) due à des problèmes d'émissivité, d'atmosphère participative, de fonction de transfert du détecteur, etc.

1.3.1. Principe de fonctionnement des détecteurs photométriques

D'un point de vue pratique, le flux radiatif perçu par un détecteur est converti en courant électrique *via* l'effet photoélectrique. Ce flux dépend de la température de la surface émettrice, de son émissivité, de l'environnement, ainsi que de l'atmosphère entre la surface et l'appareil de mesure (Figure 1.9).

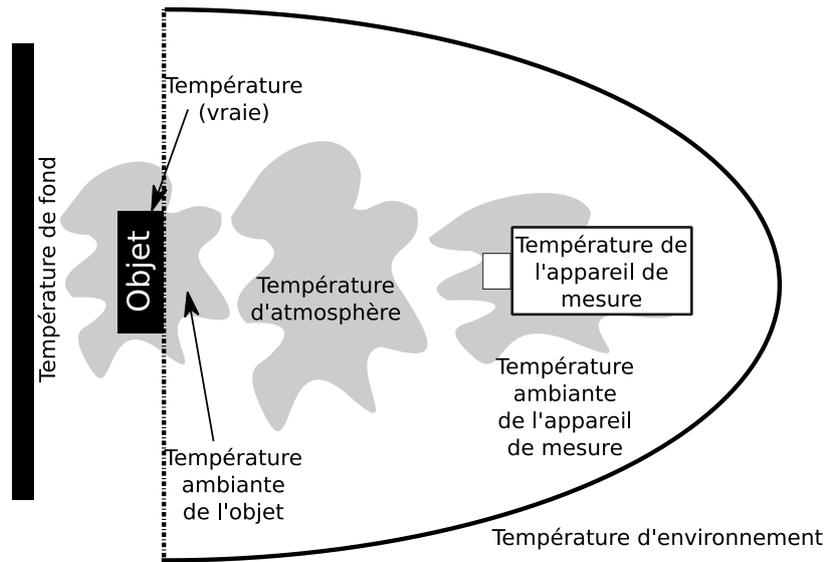


Figure 1.9 : influence de l'environnement.

La découverte de l'effet photoélectrique (Hertz, 1887) a permis le développement de détecteurs de rayonnement sur une grande gamme de longueurs d'onde. La Figure 1.10 présente une grande diversité de détecteurs photoconducteurs et photovoltaïques et de photodétecteurs. Cette diversité rend possible le choix d'une technologie pour une application donnée, en fonction par exemple de la température. Par exemple, le détecteur silicium est sensible au rayonnement entre 0,4 et 1,1 μm , c'est-à-dire dans la gamme spectrale visible et infrarouge proche. Cette sensibilité n'est pas constante, son rendement quantique est proche de 1 aux alentours de 0,7 μm pour décroître de part et d'autre de ce maximum.

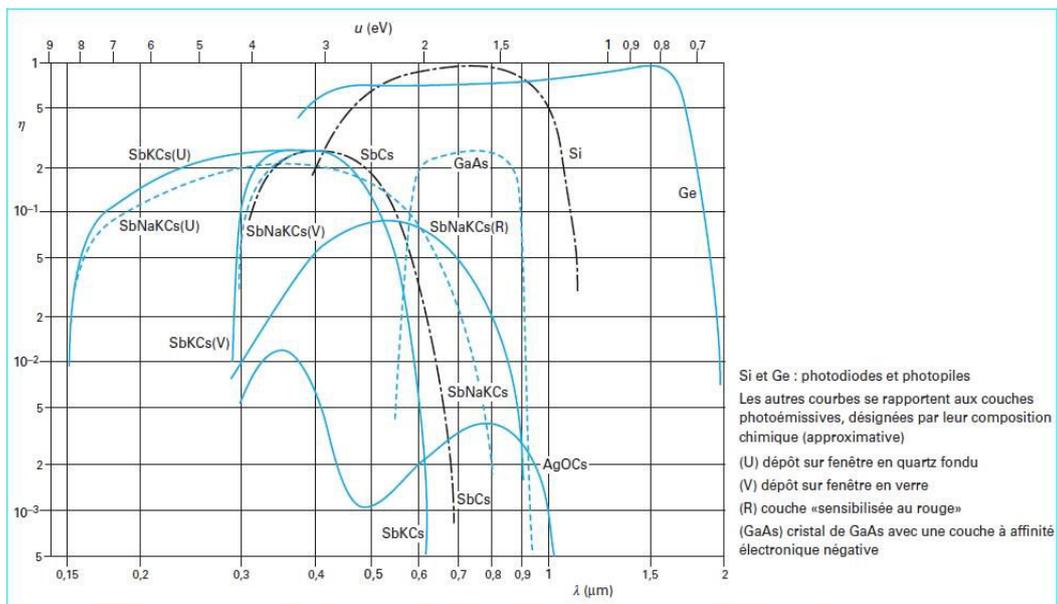


Figure 1.10 : efficacité quantique de photodétecteurs en fonction de λ et de l'énergie u des photons (Audaire, 2000).

D'une manière générale, le détecteur délivre une intensité (ou une tension) proportionnelle au flux perçu par la cellule sensible :

$$i(T) = s' \int_{\Delta\lambda} s_{dec}(\lambda) d\Phi(\lambda, T) d\lambda \quad (1.9)$$

où $s_{dec}(\lambda)$ est la sensibilité du détecteur (en $A \cdot W^{-1}$), s' sa surface sensible et $d\Phi(\lambda, T)$ le flux spectral perçu. Les constructeurs fournissent les sensibilités de leurs détecteurs, mais également des interfaces qui convertissent immédiatement l'intensité électrique en flux permettant la comparaison immédiate entre le flux expérimental $\Phi^{exp}(T)$ (du détecteur) et le flux théorique $\Phi^{th}(T)$.

Comme tous les détecteurs travaillent dans une plage spectrale définie $\Delta\lambda$, le flux théorique s'exprime généralement de la façon suivante :

$$\Phi^{th}(T) = s \int_{\Delta\lambda} J_{\lambda} f(\lambda, T) d\lambda \quad (1.10)$$

où s est la surface visée, J_{λ} sa radiosité et $f(\lambda, T)$ une notion globale qui dépend à la fois de la longueur d'onde et de la température regroupant tous les paramètres influençant la valeur du flux, tels que l'émissivité, la participation de l'atmosphère, le facteur de forme, etc. Cette notion globale sera amplement discutée dans les chapitres 2 et 4 en ce qui concerne l'étalonnage du pyromètre.

Il existe une multitude de détecteurs optiques utilisables en pyrométrie. Mais au-delà du choix technologique de détecteur pour une application donnée, le traitement des données, c'est-à-dire des flux enregistrés pour l'estimation de la température et/ou de l'émissivité, présente des difficultés. La pyrométrie multispectrale apporte des solutions, lesquelles sont présentées dans les cas i) de la pyrométrie à bande spectrale, ii) de la pyrométrie monospectrale, iii) de la pyrométrie bispectrale et enfin iv) de la pyrométrie multispectrale (Orlande et al., 2011).

1.3.2. Pyromètre à large bande

Le pyromètre à bande intègre l'énergie reçue par le rayonnement d'un objet entre deux longueurs d'onde (Figure 1.11). Certains pyromètres possèdent des bandes spectrales de travail allant de 0,6 μm à 40 μm (Sonneck-Museux *et al.*, 2015). Lorsque ce type de pyromètre est convenablement étalonné et dans un environnement froid, l'utilisation de large bande spectrale permet de réaliser des mesures d'émissivité totale pour une large gamme de température puisque la fraction d'émission avoisine les 100 %.

Pour pouvoir estimer la température, il faut une connaissance de la valeur de l'émissivité dans la gamme spectrale de travail, ce qui en pratique n'est jamais le cas. Par conséquent, il est nécessaire de se référer préalablement à la littérature pour trouver les propriétés radiatives de la surface mesurée, informations dont il faut quantifier l'erreur sur l'estimation de la température.

Plus récemment, on peut citer Muller *et al.* en 2012 (Muller *et al.*, 2012) qui ont recherché à mesurer la température de métaux chauffés par laser pour une gamme 1 727 °C – 3 727 °C dans un environnement oxydant. Ils ont utilisé une caméra rapide 2D (acquisition toutes les 2 ms) équipée

d'un filtre passe-bande (800 à 950 nm) de concert avec un pyromètre spectral (acquisition toutes les 250 ms) à bande (200 à 1000 nm). La combinaison de ces deux techniques permet d'obtenir une cartographie 2D de la température de surface ainsi que l'émissivité. Les deux types de capteur sont étalonnés à partir de la luminance issue de corps purs (V, Nb, Ta, W...) au point de fusion en utilisant une interpolation linéaire de l'émissivité tirée de la littérature. Les auteurs annoncent une précision de 6 % pour la pyrométrie 2D et 3 % pour la pyrométrie spectrale avec une mesure chaque seconde. Cette technique a été appliquée avec succès pour mesurer la température de surface des bains liquides dans le cas de la fabrication additive d'un alliage Ti-6Al-4V (Gharbi, 2013) et du soudage laser d'un acier DP600 (Courtois *et al.*, 2016).

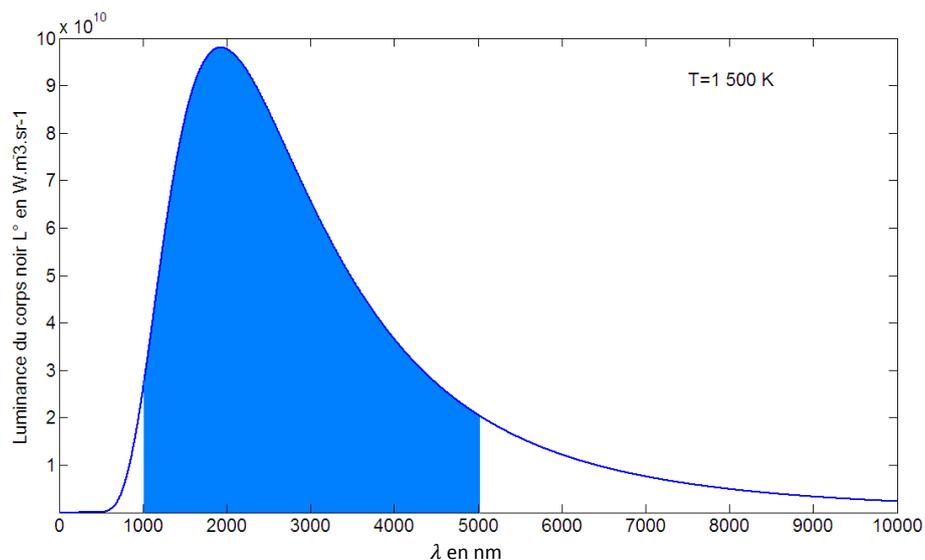


Figure 1.11 : flux reçu par un pyromètre à bande entre 1 et 5 μm d'une surface de 1 m^2 à une température de 1 227 °C.

1.3.3. Pyromètre monochromatique

Par rapport à un pyromètre à (large) bande, la gamme spectrale d'un pyromètre monochromatique s'est, comme son nom l'indique, considérablement réduite (Figure 1.12).

Dans le cas d'une estimation de température, son principal avantage est qu'il n'y a besoin de connaître l'émissivité du matériau que sur une seule longueur d'onde. En contrepartie, l'énergie reçue est bien moindre, ce qui pose des problèmes de rapport signal sur bruit et permet d'apprécier les limites de fonctionnement du pyromètre si la température de la surface visée est trop faible.

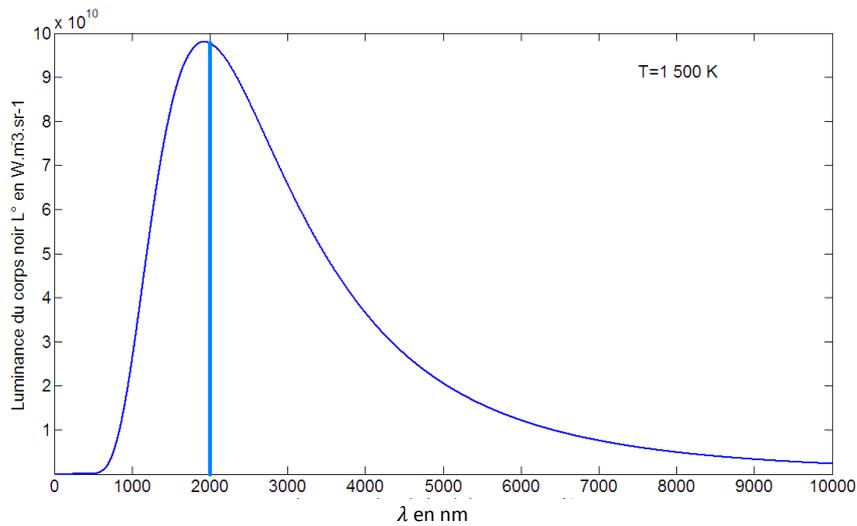


Figure 1.12 : flux mesuré par un pyromètre monochromatique de longueur d'onde 2 μm à une température de 1 227 °C.

Barbé a travaillé en 2000 sur la viscosité du mélange béton-corium entre 227 et 2 627 °C (Barbé and Papoular, 2000). Il a mesuré la température d'une surface de 4 mm de diamètre sur une grande période temporelle et s'est servi de cette mesure comme référence pour ses tests sur la viscosité. Toujours en 2000, Bertrand et al. (Bertrand *et al.*, 2000) ont fait des mesures sur des opérations de soudage d'aciers toutes les 50 μs à 1061 nm. Ces mesures étaient couplées avec d'autres, à savoir, un pyromètre multispectral et un couple de caméra thermique. L'objectif était d'avoir une référence avec le pyromètre monochromatique et de comparer les gradients de températures plus que la température en elle-même.

En 2004, Wilthan *et al.* (Wilthan *et al.*, 2004) effectuent des mesures de 227 à 3 627 K sur du platine, leurs mesures sont effectuées toutes les 500 ns sur une zone de 5,2 mm de diamètre à une longueur d'onde de 650 nm. L'émissivité est calculée parallèlement avec un polarimètre. La précision sur la température est annoncée comme étant inférieure à 4 %.

1.3.4. Pyromètre bichromatique

La mesure de température bichromatique s'effectue en faisant le rapport des deux luminances de la manière suivante :

Soit L_1 la luminance émise à la longueur d'onde λ_1 alors $L_1 = \varepsilon(\lambda_1) \frac{C_1 \lambda_1^{-5}}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda_1 T}\right) - 1}$. Le rapport des deux mesures donne :

$$\frac{L_1}{L_2} = \frac{\varepsilon(\lambda_1) \frac{C_1 \lambda_1^{-5}}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda_1 T}\right) - 1}}{\varepsilon(\lambda_2) \frac{C_1 \lambda_2^{-5}}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda_2 T}\right) - 1}} = \left(\frac{\lambda_1}{\lambda_2}\right)^{-5} \frac{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda_2 T}\right) - 1}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda_1 T}\right) - 1} \quad (1.11)$$

En ajoutant l'hypothèse d'un corps gris ($\varepsilon(\lambda_1) = \varepsilon(\lambda_2)$), l'équation (1.11) est alors une équation avec une seule inconnue que l'on peut résoudre facilement de manière numérique grâce à un algorithme de minimisation.

Le premier système à deux longueurs d'onde date de 1925 (Campbell and Gardiner, 1925). En 1996, Ignatiev *et al.* (Ignatiev *et al.*, 1996), ont effectué des mesures de 527 à 4 427 °C à 867 à 662 nm. Leurs mesures ont été effectuées avec une résolution spatiale de 400 μm toutes les 20 μs sur des métaux et des céramiques chauffées par un laser YAG pulsé. Ils annoncent une précision sur leurs mesures de température inférieure à 1 %.

En 1990, Tsai *et al.* (Tsai *et al.*, 1990) présentent une étude sur la prise en compte de l'invalidité de l'hypothèse du corps gris faite lors de la mesure bichromatique. Leur étude sur des alliages d'aluminium est effectuée à 2,1 et 2,4 μm pour des températures comprises entre 277 et 477 °C. D'après les auteurs, l'erreur maximale est de 0,5 % tandis que l'incertitude sur l'émissivité est de $\pm 0,005$.

En 2007, Madura *et al.* (Madura *et al.*, 2007) ont présenté une méthode de mesure à trois longueurs d'onde calculant plusieurs températures bichromatiques et utilisé un algorithme permettant de choisir le modèle d'émissivité le plus adapté. L'algorithme consiste à comparer les températures obtenues par la méthode bichromatique (corps gris) : si $|T_{12} - T_{23}| < \Delta T_{admissible}$ alors $T_{12} = T$ sinon T_{12}, T_{23} , et T_{13} sont comparées de manière à en déduire le modèle d'émissivité le plus probable. Les longueurs d'onde utilisées sont 1,6 μm , 1,8 μm et 2 μm pour des températures comprises entre 227 et 827 °C, mais l'étude reste théorique bien que destinée à des applications sur des métaux qui, d'après les auteurs, ont une émissivité le mieux interpolée par des fonctions « puissance ».

Toujours en 2007, Meriaudeau (Meriaudeau, 2007) présente des travaux utilisant la technique bichromatique avec des capteurs CCD de manière à obtenir une mesure de la température en 2D. Les filtres utilisés devant les capteurs CCD sont à 750 nm et 950 nm. Les températures sont déduites des ratios de niveaux de gris donnés par chacun des pixels des capteurs. Des essais sur du cuivre fondu (jusqu'à 1 127 °C) sont effectués avec une précision sur la température inférieure à 0,5 % d'après l'auteur.

En 2010, Thevenet *et al.* (Thevenet *et al.*, 2010) présentent une étude sur des freins à disque ayant une émissivité de l'ordre de 0,5. Ils étalonnent leur pyromètre bichromatique à l'aide d'une peinture d'émissivité connue entre 300 °C et 1 000 °C. Les mesures monochromatiques présentent un écart type de 2 °C (pyrométrie bichromatique : 14 °C). Les longueurs d'ondes utilisées sont 1,52 et 1,64 μm . Il apparaît lors de ces essais que les mesures monochromatiques sont plus proches de la mesure par thermocouple que la mesure bichromatique.

En 2011, Hijazi *et al.* (Hijazi *et al.*, 2011), présentent une approche bichromatique avec compensation de l'hypothèse du corps gris. Pour compenser la non-validité du corps gris sur l'échantillon d'aluminium utilisé, les auteurs étalonnent premièrement leur pyromètre sur un échantillon de cuivre thermo-régulé et recouvert de peinture d'émissivité connue. Une mesure similaire est ensuite réalisée sur un échantillon d'aluminium afin de mesurer les écarts vis-à-vis de la mesure précédente. Ces écarts sont ensuite implémentés dans la résolution des équations pour le

calcul de la température lors des essais. L'erreur annoncée sur les mesures est de 8,5 % pour des températures allant de 200 °C à 450 °C.

1.3.5. Pyromètre polychromatique

Un pyromètre polychromatique est un pyromètre réalisant des mesures à des longueurs d'onde différentes afin d'avoir au moins deux équations pour les deux inconnues que sont la température et l'émissivité. Pour effectuer plusieurs mesures du même signal, il existe deux méthodes. La première est la division du flux à l'aide d'un jeu de filtre et de miroir. La deuxième est la mesure de plusieurs flux assez proches dans le temps pour que l'on puisse considérer que la température et l'émissivité n'ont pas varié entre les mesures (exemple : utilisation d'une roue à filtre).

En 1981, Gardner *et al.* (Gardner *et al.*, 1981) et son équipe ont développé un pyromètre à six longueurs d'onde (750 nm à 1 600 nm) couvrant une gamme de température allant de 827 °C à 1 427 °C. Ils annoncent une erreur inférieure à 10 °C.

Toujours en 1981, Coates (Coates, 1981) discute, quant à lui, de l'utilité des techniques bichromatiques à l'aide d'une mesure statique à 727 °C utilisant cinq longueurs d'ondes comprises entre 600 nm et 700 nm. Il explique notamment que le ratio de plus de deux signaux (mesure bichromatique) ne fait qu'augmenter les erreurs de calcul. L'utilisation d'un nombre plus grand de signaux est cependant conseillée en utilisant un algorithme de minimisation par moindres-carrés.

En 1988, Hervé brevète une technique consistant à faire une mesure dans l'UV pour avoir une plus grande précision sur la température avec simultanément une mesure dans l'IR pour avoir un maximum de signal (Hervé, 1988).

En 1989, Tank et Dietl (Tank and Dietl, 1990) présentent une méthode de mesure sur 10 longueurs d'onde dans l'infrarouge avec un algorithme de type moindres-carrés. Ils considèrent l'émissivité grise par morceau. Leurs essais à une température de 400 °C présentent une erreur inférieure à 2 % et, au bout de 15 minutes, une erreur de 1,5 °C soit 0,2 %. Leurs mesures sont comparées à celles d'un thermocouple inséré à l'intérieur de l'objet mesuré.

En 1992, Gathers (Gathers, 1992) a montré l'intérêt de l'utilisation d'un algorithme de Levenberg-Marquardt pour le traitement des mesures d'un pyromètre polychromatique.

La technique proposée par Hervé a également été reprise dans les travaux de Antoni-Zdziobek *et al.* (Antoni-Zdziobek *et al.*, 1997) pour déterminer la température de changement de phase liquide-solide des alliages à hautes températures. Le signal UV est utilisé pour la mesure de température tandis que le signal IR permet la détection du changement de phase. Les mesures sont réalisées dans un four à induction à creuset froid, permettant de limiter la pollution avec des particules issues de la détérioration du creuset. Les essais sont réalisés dans une enceinte fermée avec une protection d'argon pour limiter le taux d'évaporation. Les échantillons (Fe, Ni, Al et alliages Ti-Al et Nb-Ti-Al) sont d'abord fondus et solidifiés une première fois, afin de donner à l'échantillon solide la forme du creuset avec une surface d'environ 60 mm. Des cycles de chauffage et refroidissement sont alors réalisés en mesurant simultanément les luminances UV et IR et ce pour différents corps purs (Fe, Ni, Al) et alliages (Ti-Al et Nb-Ti-Al). Les auteurs insistent sur le fait que la pureté des échantillons est essentielle, en particulier pour ce qui concerne les oxydes de surface,

pouvant ainsi entraîner des disparités dans les mesures. Les températures de changement de phase sont évaluées avec une précision de 15 %. Les températures de changements de phase observées sont comprises entre 1 271 °C et 1 662 °C

En 1999, Blanco *et al.* (Blanco *et al.*, 1999) présentent des travaux étudiant l'élévation de température sur le bismuth lors d'un choc à l'aide de longueurs d'onde comprises entre 0,55 µm et 3,5 µm pour des températures allant de 500 °C à 5 000 °C avec des vitesses d'acquisition comprises entre 0,25 et 0,5µs.

En 2006, Doubenskaia et Smurov (Doubenskaia and Smurov, 2006) s'intéressent à l'influence de la forme d'un pulse laser lors d'une opération de soudage. Pour effectuer leurs mesures, ils utilisent quatre longueurs d'onde : 1376,4 nm, 1492,6 nm, 1504,8 nm, 1553,8 nm et observent une surface circulaire de diamètre 0,8 mm toutes les 0,5 ms. La gamme de température observée va de 927 °C à 3 527 °C. Leurs mesures sont effectuées avec un angle de 45° par rapport à la surface visée.

En 2010, Chauvin (Chauvin, 2010) soutient sa thèse sur la mesure de température sous choc modéré. Elle a mesuré une température de 77 °C avec une précision inférieure à 5 % en 70 ns sur le point focal d'un miroir parabolique. Elle a utilisé 3 longueurs d'onde comprises entre 1 et 6 µm, l'émissivité utilisée est celle d'une peinture « corps noir » appliquée sur la surface du matériau utilisé. Le problème majeur de ces travaux est l'interstice présent entre l'échantillon et la fenêtre qui entraîne des problèmes de réflexion sur un intervalle de quelques µm. L'imprécision de mesure due à ces réflexions a été contournée en ajoutant de la colle.

En 2012, Manara *et al.* (Manara *et al.*, 2012) mesurent la température de l'uranium et du plutonium aux états solide et liquide. Ils utilisent un spectromètre multicanal rapide afin de pouvoir effectuer des mesures jusqu'à 2 500 °C sur des longueurs d'onde comprises entre 550 nm et 920 nm. Le pyromètre a été premièrement étalonné à l'aide d'une lampe à filament de tungstène à 649,4nm, puis étalonné une nouvelle fois au PTB¹ avec une précision de ± 3,2 °C à 2 227 °C. Ces deux étalonnages assurent une précision de l'appareil de ± 5% à 2 727 °C d'après les auteurs. Différents étalonnages complémentaires ont ensuite été effectués à 3 020 °C à l'aide d'un corps noir pour étendre l'étalonnage à toutes les longueurs d'onde. De plus, des mesures ont également été réalisées autour des points de fusion du tungstène et du molybdène. Ces mesures sont en accord avec la littérature dans un intervalle de confiance de ±0,5%. Les échantillons sont chauffés par un laser pulsé de 4,5 kW dont le pulse le plus court est de 1 ms et dont la tâche focale est de 0,5 mm de diamètre. Leurs mesures sont effectuées toutes les 4 ms sur 0,5 mm de diamètre pour une précision inférieure à 1 %.

En plus des études mentionnées précédemment sur la pyrométrie polychromatique appliquée aux hautes températures, il existe également de nombreuses études sur le sujet appliqué à l'étude de la surface terrestre depuis les satellites. Ces études sont principalement focalisées sur la différenciation de la température et de l'émissivité (Gillespie, 1992; Kealy and Hook, 1993; Liang, 2001; Madura *et al.*, 2004; Schmugge *et al.*, 1998, 2002; Watson, 1992; Zhengming and Dozier, 1989) et sont donc en partie transposables au cas des hautes températures.

¹ Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) : Laboratoire national de métrologie allemand

1.3.6. Pyrométrie active

En 2012, Amiel *et al.* (Amiel *et al.*, 2012) couplent la pyrométrie bichromatique à un apport pulsé d'énergie très inférieur à la température de l'objet à mesurer. Ce pulse permet de s'affranchir des problèmes de rayonnement extérieur à celui de l'objet à mesurer (par exemple : un objet dans un four). Ils utilisent un four à 800 °C comme source de rayonnement extérieur pour mesurer du tungstène à 600 °C à 2 350 nm et 3 420 nm. L'apport pulsé d'énergie est fourni par un laser YAG (1 064 nm). L'auteur annonce une précision de 10 % sur ses mesures.

Cette méthode est également utilisée pour des mesures de conductivité thermique de nanocomposites à base de carbone graphite expansé par Horny *et al.* (Horny *et al.*, 2013). En effet, ce dernier utilise un laser pompé par diode de 80 mW à 532 nm. Le laser est modulé sinusoïdalement jusqu'à 100 kHz. Le rayonnement lié à l'échauffement est collecté par deux miroirs paraboliques renvoyant sur un détecteur HgCdTe de surface 1 mm². Les températures mesurées sont inférieures à 200 °C.

1.3.7. Pyrorélectométrie

La mesure se fait en deux étapes à savoir : une mesure de la luminance puis une mesure de la réflectivité.

La mesure de la luminance est faite de manière classique avec un pyromètre monochromatique. La mesure de la réflectivité est obtenue grâce à un flux connu extérieur réfléchi sur la zone mesurée. L'émissivité est ensuite déduite à partir de la réflectivité ($\varepsilon = 1 - \rho$) puis utilisée de connivence avec la mesure de luminance pour remonter à la température. Cette méthode implique l'hypothèse que l'émissivité est la même à la longueur d'onde utilisée pour la luminance que celle utilisée pour la mesure de réflectivité. Ceci est d'autant plus vrai que les longueurs d'onde sont proches.

Gilblas développe cette méthode en 2012 (Gilblas, 2012). Les deux longueurs d'onde utilisées sont 1 310 nm et 1 550 nm pour des mesures allant de 300 °C à 1 000°C avec une erreur sur la température inférieure à 1 % à 1 000 °C.

1.3.8. Gold cup pyrometer (Pyromètre à coupole d'or)

En 1998, Tychowsky et Ridge ont eu l'idée d'insérer une coupole d'or au bout du système de mesure optique (Tychowsky and Ridge, 1998). Cette méthode permet *via* un contact avec l'objet de créer un corps noir grâce à la réflexion de la coupole d'or. Cette méthode a été utilisée pour une longueur d'onde allant de 700 nm à 1 100 nm pour des températures allant de 527 °C à 827 °C. Bien qu'elle règle le problème de l'émissivité, cette technique devient en contrepartie intrusive.

1.3.9. Mesure par phosphorescence

Une variante possible de la mesure par pyrométrie est la mesure par phosphorescence. Pour effectuer une telle mesure, il faut ajouter des éléments phosphorescents dans le matériau mesuré. Étant donné que la phosphorescence varie en fonction de la température, il est donc possible de remonter à la température en étudiant le rayonnement phosphorescent. Cette technique implique : une connaissance de l'évolution de la phosphorescence en fonction de la température ; une intrusion surfacique du milieu étudié et une mesure limitée par la gamme de température à laquelle la phosphorescence a lieu. Cependant, l'étude de la phosphorescence permet d'occulter le problème de l'émissivité puisque cette dernière n'en dépend pas.

Chen *et al.* (Chen *et al.*, 2005) utilisent cette méthode en 2005 pour mesurer des températures allant jusqu'à 1 027 °C. Les longueurs d'onde utilisées pour les mesures sont 458 nm et 490 nm. Cette mesure est ensuite couplée à une caméra CCD pour obtenir une cartographie des températures avec une vitesse d'acquisition allant jusqu'à 10 kHz. L'auteur annonce une précision de ± 1 °C à 6 °C.

1.3.10. Comptage de photons

Si le flux est trop faible pour être mesuré par un pyromètre, il est possible d'effectuer un comptage de photons à la place. L'émission photonique est un flux discontinu qui ne peut pas être précisément mesuré, c'est une valeur aléatoire (Pierre, 2007; Pierre *et al.*, 2008, 2016).

Le comptage de photons implique que l'on divise le temps de la mesure en un nombre très grand (idéalement infini) d'événements. Chacun de ces événements a alors deux possibilités : soit il a reçu un photon, soit il n'en a pas reçu. Si le capteur reçoit deux photons dans le même intervalle, le deuxième ne sera pas pris en compte car le capteur est saturé. Le comptage de photons n'est donc adapté que pour les faibles flux. De même, d'après Knoll (Knoll, 2010), on ne peut pas parler de comptage statistique avec une loi normale si l'on n'a pas au moins 25 à 30 photons reçus. L'erreur commise sur ce type de mesure est alors calculée comme une erreur statistique en fonction de l'écart-type.

L'énergie d'un photon est donnée par la relation suivante :

$$E_{ner\lambda} = \frac{hc}{\lambda} \quad (1.12)$$

avec h la constante de Planck ($h=6,62 \times 10^{-34}$ J.s), c la vitesse de la lumière et λ la longueur d'onde.

L'équation (1.12) permet de définir la luminance photonique d'un corps noir par :

$$\psi_{\lambda,T}^{\circ} = \frac{L_{\lambda,T}^{\circ}}{E_{ner\lambda}} = \frac{C_1 \lambda^{-4}}{hc \left[\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T}\right) - 1 \right]} \quad (1.13)$$

Il est intéressant de noter que l'équation (1.13) montre que le comptage de photons augmente l'influence de la longueur d'onde dans la mesure.

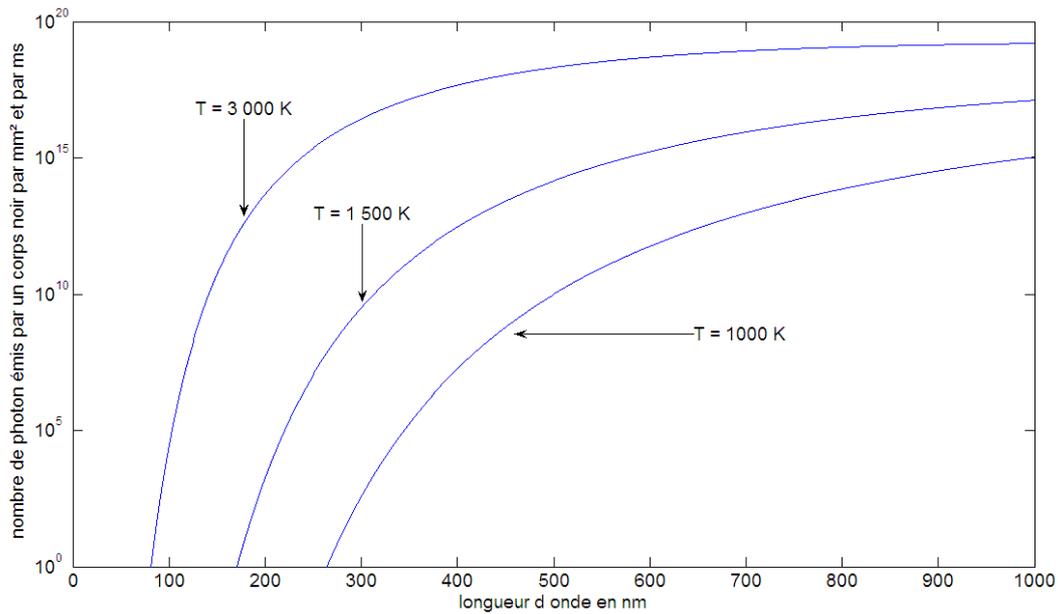


Figure 1.13 : nombre de photons émis par un corps noir par mm² et par ms pour les températures de 1 000, 1 500 et 3 000 K.

La Figure 1.13 montre que le nombre de photons varie beaucoup si la gamme de température mesurée est importante. Pour éviter les risques de saturation voire de détérioration des détecteurs de photon, il est donc important de ne pas faire des mesures sur des gammes trop larges de températures.

D'autres références bibliographiques peuvent être trouvées dans (Grisch *et al.* ; Le coze and rogez ; Magunov, 2009).

Les travaux présentés dans ce manuscrit ont pour objectifs des mesures, notamment de température et d'émissivité, sur des matériaux à très hautes températures (1 500 °C à 2 500 °C). La technique de mesure retenue est la pyrométrie multi-spectrale. Ce choix s'est basé sur la possibilité de mesurer simultanément la température et l'émissivité *via* une minimisation de mesure bichromatique ou polychromatique.

1.4. Séparation de la mesure de température et de l'émissivité lors d'une mesure de rayonnement thermique

La connaissance de l'émissivité est un problème récurrent quelle que soit la technique de mesure utilisée. Il a déjà été mentionné dans le paragraphe précédent que la technique de mesure retenue (pyrométrie polychromatique) permet de mesurer simultanément la température et l'émissivité. Cependant, il est important de connaître les différentes techniques de mesure pour cette dernière. En effet, l'étape d'étalonnage du pyromètre, essentielle à la bonne précision de la mesure, requiert d'être effectuée sur un matériau d'émissivité connue. Les paragraphes suivants vont donc traiter des différentes options utilisables pour un bon étalonnage ainsi que de différents exemples et modèles de calcul de l'émissivité.

1.4.1. Émissivité choisie

1.4.1.1. Peinture d'émissivité connue

Il est possible de contourner la méconnaissance de l'émissivité du matériau en ajoutant une peinture d'émissivité connue. Ce choix technologique permet des mesures de températures *via* une technique monochromatique simple, cependant, il oblige une modification de l'état de surface du matériau et est limité par la tenue en température de la peinture.

Cette technique peut être utilisée pour un étalonnage d'appareil pyrométrique comme ce fut le cas de Chauvin dans ses travaux de thèse en 2010 (Chauvin, 2010). Ses travaux présentent notamment une étude sur l'influence de l'interface matériau/peinture puisque ses mesures s'effectuent sur une période de 70 ns jusqu'à 1 000 °C et que l'épaisseur de la peinture ne peut être négligée dans ces ordres de grandeurs de mesure.

1.4.1.2. Le point de Christiansen

Rousseau *et al.* (Rousseau *et al.*, 2005) expliquent qu'il existe une longueur d'onde dite de Christiansen à laquelle l'émissivité est très proche de 1. À cette longueur d'onde, l'émissivité ne dépend que très peu de la température et de l'état de surface du matériau, mais principalement de la nature chimique du matériau. L'inconvénient principal de cette méthode est le choix de la longueur d'onde imposé par la méthode, ce qui peut poser des problèmes si le signal est trop faible à cette longueur d'onde.

1.4.2. Mesures de l'émissivité

Il est possible d'effectuer une mesure de l'émissivité directement si la température du matériau mesurée est connue. En effet, la luminance du corps noir peut être calculée en utilisant la loi de Planck, pour être ensuite comparée à la luminance du corps réel et obtenir une valeur de l'émissivité.

$$\varepsilon(\lambda, T) = \frac{L(\lambda, T)}{\frac{C_1 \lambda^{-5}}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T}\right) - 1}} \quad (1.14)$$

1.4.3. Mesures de réflectivité

Le principe de la mesure de réflectivité est de se servir de la deuxième loi de Kirchhoff sur un corps opaque ($\tau = 0$) afin d'obtenir une relation entre la réflectivité et l'émissivité. Dans la pratique, un flux lumineux monochromatique connu est envoyé sur la surface à mesurer. La réflexion de ce flux est ensuite mesurée afin d'en déduire la réflectivité et par la suite l'émissivité ($\varepsilon = 1 - \rho$).

Giblas utilise cette méthode en 2012 (Gilblas, 2012) afin de coupler cette mesure à une autre par pyrométrie afin de remonter à la température (voir la partie 1.3.7).

1.4.3.1. Mesures de l'indice complexe

Il est possible de remonter à l'émissivité *via* une mesure de l'indice complexe comme cela est démontré en annexe 4. La mesure de l'indice complexe en elle-même peut être réalisée par un ellipsomètre. Cela implique d'étudier la réflexion d'une source lumineuse connue sur le matériau à un angle prédéfini. La complexité de la mise en place de l'expérience ainsi que la nécessité de posséder un ellipsomètre en font une technique peu répandue.

Hansen *et al.* ont utilisé cette méthode en 1988 (Hansen *et al.*, 1988). Ils ont effectué des mesures de l'émissivité sur différents métaux en utilisant un ellipsomètre et un pyromètre à 633 nm de longueur d'onde. Les températures de mesures sont comprises entre 20 °C et 1 523 °C avec une mesure toutes les 2 μ s.

1.4.4. Modèles comportementaux de l'émissivité

La connaissance de l'émissivité est nécessaire pour remonter à la température. Pour pallier à ce problème, plusieurs pistes sont actuellement explorées. Par exemple, Touloukian et DeWitt (Touloukian and DeWitt, 1970) ont opté pour un regroupement empirique des données recueillies de par le monde par les différents groupes de recherche. En effet, bien que leur travail soit colossal et qu'il concerne également d'autres propriétés matériaux, l'émissivité en elle-même dépend de tant de paramètres que les valeurs recueillies ne peuvent pas servir de manière quantitative. Cependant ces valeurs gardent tout leur intérêt car elles permettent de vérifier les mesures obtenues de manières qualitatives.

Pour illustrer ces propos, la Figure 1.14, la Figure 1.15, et la Figure 1.16 ont été tracées à l'aide des valeurs recueillies par Touloukian et DeWitt (Touloukian and DeWitt, 1970). Chaque courbe a été le résultat d'une étude différente sur l'émissivité perpendiculaire à la surface du fer pur poli mesurée sous argon. Il apparaît que l'émissivité est comprise entre 0,3 et 0,4 et qu'une précision supérieure semble difficile en terme de valeur mais également d'évolution en fonction de la température.

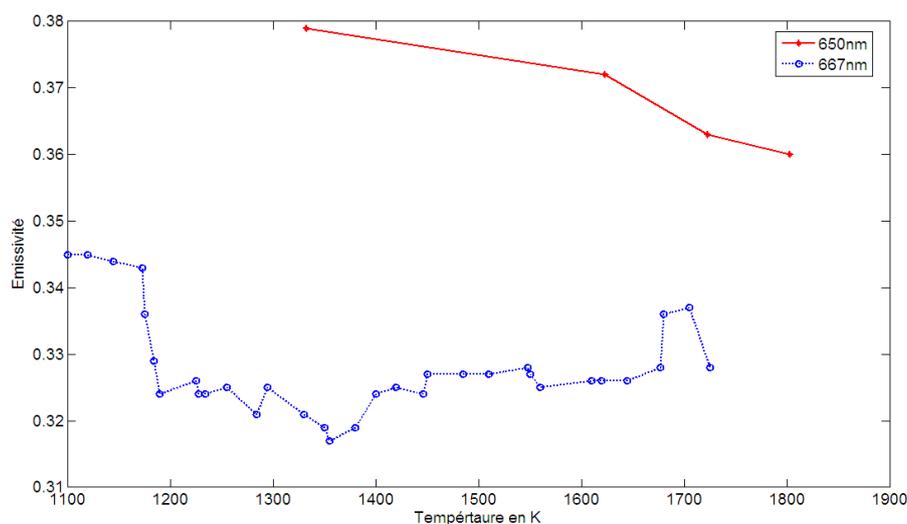


Figure 1.14 : émissivité normale du fer poli pur répertoriée à 650 nm et 667 nm en fonction de la température.

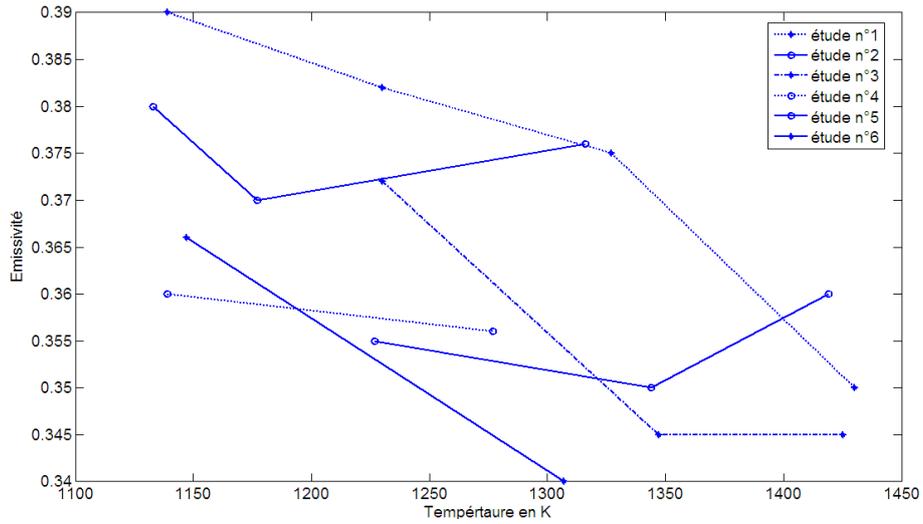


Figure 1.15 : émissivité normale du fer poli pur répertoriée à 665 nm en fonction de la température.

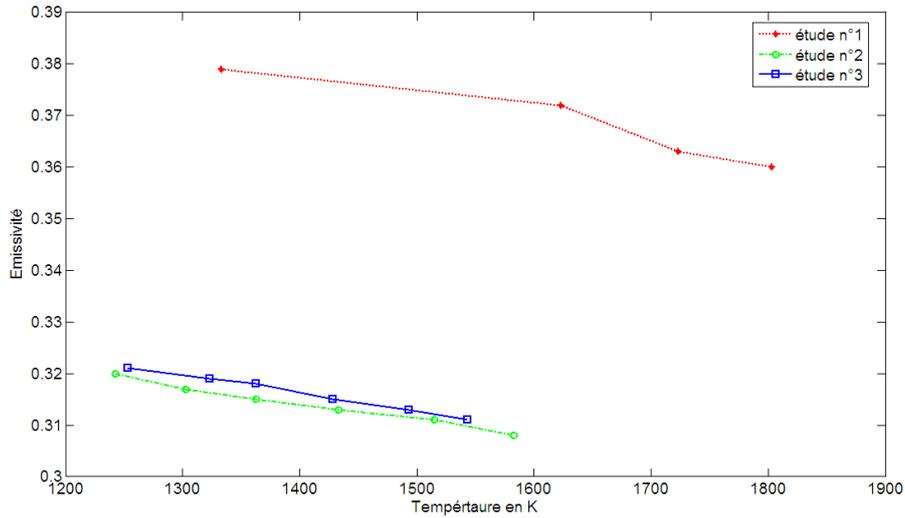


Figure 1.16 : émissivité normale du fer poli pur répertoriée à 1 000 nm en fonction de la température.

Un autre moyen est de considérer que la variation de l'émissivité peut être approchée par un modèle mathématique. Les modèles présentés par la suite sont le croisement des modèles répertoriés dans la thèse de Duvaut (Duvaut, 1994) et dans l'article de Weng et Wen (Weng and Wen, 2011b). Duvaut présente également quelques modèles physiques se basant sur les équations de Maxwell et les relations de Fresnel (Duvaut, 1994).

Modèle	Formule	Nombre de mesures nécessaires
Exponentiel	$\varepsilon_\lambda = \exp(-a_0\lambda)$	1
Normé	$\varepsilon_\lambda = \frac{1}{1 + a_0\lambda^2}$	1
Hagen-Rubens	$\varepsilon_\lambda = a_0 \left(\frac{T}{\lambda}\right)^{1/2}$	1
Température spectrale inverse	$\varepsilon_\lambda = \exp\left(\frac{a_0 T}{\lambda}\right)^{1/2}$	1
Drude	$\varepsilon_\lambda = a_0 \lambda^{-1/2}$	1
Émissivité log-linéaire	$\varepsilon_\lambda = \exp(a_0 + a_1\lambda)$	2
Longueur d'onde et température	$\varepsilon_\lambda = \exp(a_0 T + a_1\lambda)$	2
Longueur d'onde et température*	$\varepsilon_\lambda = \exp\left(\frac{a_0}{T} + a_1\lambda\right)$	2
Polynomial d'ordres 0, 1, et 2	$\varepsilon_\lambda = a_0 + a_1\lambda + a_2\lambda^2$	jusqu'à 3
Tank	Consiste à considérer ε_λ constant par n morceaux	n

Tableau 1-2 : modèles mathématiques de l'émissivité.

Modèle	Formule
Maxwell	$\varepsilon_\lambda = \frac{4 \left[a_1 \left(1 + \left[1 + \left(\frac{\lambda}{a_2} \right)^2 \right]^{1/2} \right) \right]^{1/2}}{2a_1 \left[1 + \left(\frac{\lambda}{a_2} \right)^2 \right]^{1/2} + 2 \left[a_1 \left(1 + \left[1 + \left(\frac{\lambda}{a_2} \right)^2 \right]^{1/2} \right) \right]^{1/2} + 1}$
Hagen-Rubens ($\lambda > 5\mu\text{m}$)	$\varepsilon_\lambda = \frac{2}{\sqrt{\frac{0.003}{r_e}}} \lambda^{-1/2}$

Tableau 1-3 : modèles physiques de l'émissivité.

Dans le Tableau 1-3, $a_1 = \frac{\mu_{mag}\gamma_{\acute{e}l}c^2}{2}$ et $a_2 = 2\pi cr_e\gamma_{\acute{e}l}$, μ_{mag} étant la perméabilité magnétique du matériau, $\gamma_{\acute{e}l}$ la permittivité électrique, et c la vitesse de la lumière.

Le modèle mathématique de Drude et le modèle physique de Hagen-Rubens sont identiques si l'on considère que $a_0 = \frac{2}{\sqrt{0.003/r_e}}$. L'étude de Kobatake *et al.* montre que ce modèle pouvait être particulièrement pertinent sous certaines conditions (Kobatake *et al.*, 2012) avec une valeur de $a_0 = 3.6 \times 10^{-4}$ pour le fer entre 780 nm et 920 nm.

Une démonstration du modèle de Maxwell et du modèle de Hagen-Rubens à partir des équations de Maxwell est proposée en annexe 4.

1.4.5. Émissivité des matériaux métalliques

Les métaux ont un comportement très particulier vis-à-vis de l'émissivité. En effet, les atomes métalliques ont la capacité de mettre en commun leurs électrons de valence dans un nuage électronique commun. C'est ce nuage électronique qui est à l'origine de la conductivité électrique élevée des métaux. L'hypothèse d'une forte conductivité électrique permet d'effectuer certaines simplifications qui sont à l'origine du modèle de Hagen-Rubens (annexe 4). C'est pourquoi les modèles de Hagen-Rubens, et par extension le modèle de Drude, sont particulièrement adaptés au calcul de l'émissivité des métaux. Plus la conductivité électrique est élevée, plus le modèle est proche de la réalité (Watanabe et al., 1997, 2003a).

Plusieurs méthodes existent pour la mesure de l'émissivité. Cela demande soit d'avoir une connaissance préalable de la température, soit d'utiliser une impulsion d'énergie connue (généralement un laser) afin de déduire l'émissivité grâce aux variations induites par l'impulsion. Mais les mesures ne permettent pas de prédire l'évolution de l'émissivité en fonction de la longueur d'onde, il faut en plus leur appliquer un modèle comportemental.

Il existe de nombreux modèles d'émissivité. Les modèles mathématiques sont les plus simples à utiliser mais nécessitent au moins une mesure de l'émissivité avant de pouvoir prédire son évolution. Les modèles physiques sont plus difficiles à utiliser car ils demandent une connaissance de certaines propriétés et de leur évolution en fonction de la température.

1.5. Conclusion

Les mesures sur métaux liquides à hautes températures présentent plusieurs difficultés, à savoir : la conservation de l'intégrité de l'échantillon (pollution chimique) et la méthode de mesure. La pollution chimique peut être évitée grâce à des creusets dont la composition chimique est particulièrement stable, mais limite les températures maximales de mesure. Des méthodes de mesures à cinétiques rapides ont été utilisées mais limitent les mesures à des échantillons conducteurs (chauffage résistif). Des méthodes de lévitation par champ électromagnétique, magnétique, acoustique ou par lévitation aérodynamique, peuvent être mises en œuvre de manière à éviter les contaminations chimiques mais impliquent soit des mouvements internes importants, soit un champ magnétique important. Ces conséquences limitent les techniques de mesure possibles qui sont déjà moins nombreuses à l'état liquide qu'à l'état solide. Les niveaux de température recherchés (et donc le rayonnement associé) favorisent l'utilisation de la mesure de température optique. Dans le cas où la mesure doit être réalisée sans connaissance préalable de l'émissivité et sans modification de la surface de l'échantillon, il est possible d'utiliser des techniques de pyrométrie polychromatique permettant d'approcher l'émissivité à l'aide d'un modèle numérique.

2 Le pyromètre multispectral

Sommaire

2 Le pyromètre multispectral	31
2.1. Rappels théoriques de rayonnement thermique	32
2.2. Le développement du pyromètre	36
2.3. Incertitudes liées aux éléments du pyromètre.....	52
2.4. Conclusion.....	56

L'étude de matériaux portés à des températures proches et au-delà de leur point de fusion limite l'utilisation des techniques avec contact pour la mesure de flux ou de température, en raison de la température de détérioration, voire de la destruction des appareillages. De plus, la proximité ou le contact direct sonde/surface entraînent des phénomènes indésirables tels que la diffusion ou l'effet d'ailette.

Il est naturel dès lors de s'orienter vers les techniques sans contact, basées sur la mesure de flux radiatifs. Les lois classiques du rayonnement thermique (loi de Planck, approximation de Wien), lesquelles font le lien entre le flux émis par une surface et sa température, rendent possible l'estimation de cette dernière. Cependant, comme cela a été vu au chapitre 1, il subsiste le problème de l'émissivité qui rend impossible toute estimation de la température sans sa connaissance.

Un des objectifs étant d'estimer simultanément la température et l'émissivité, le choix technologique s'est porté sur le développement d'un pyromètre multispectral. Ce pyromètre a été élaboré dans un premier temps en répondant, de façon théorique, aux besoins de l'étude, puis a évolué au gré de son utilisation. La première partie de ce chapitre rappelle brièvement les concepts essentiels des mesures pyrométriques. La seconde partie concerne la description du pyromètre et les choix technologiques. Enfin, une troisième partie est consacrée aux incertitudes et erreurs de mesure.

2.1. Rappels théoriques de rayonnement thermique

Avant d'aborder le développement du pyromètre réalisé au cours de cette thèse cette partie rappelle brièvement les bases de rayonnement thermique, notamment les grandeurs géométriques et photométriques nécessaires à la compréhension du document. Des ouvrages de références peuvent être consultés en complément (Gaussorgues, 1999; Incropera, 2011; Modest, 1993; Sacadura, 1980; Siegel, 2002).

Le rayonnement thermique, contrairement à la conduction et à la convection, n'est pas un mode de transfert par contact, mais dissipe l'énergie à l'aide d'ondes électromagnétiques, c'est-à-dire résultantes d'un champ magnétique \vec{B} et d'un champ électrique \vec{E} (Figure 2.1). Les longueurs d'onde utilisées par le rayonnement thermique vont de l'ultraviolet à l'infrarouge (Figure.2.2).

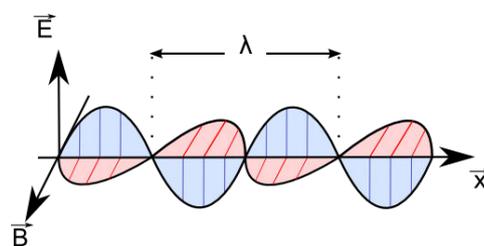


Figure 2.1 : représentation graphique d'une onde électromagnétique se propageant selon l'axe \vec{x} .

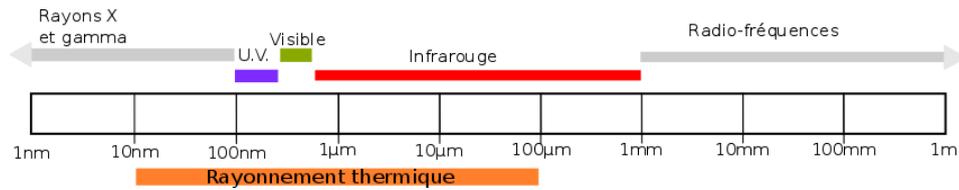


Figure.2.2 : le spectre électromagnétique (www.radiofréquences.gouv.fr, 2013).

Ce rayonnement thermique se propage à partir d'une surface dans toutes les directions du demi-espace. La quantité d'énergie par unité de temps et de longueur d'onde $d^5\phi$, en provenance d'une surface d^2S , qui se propage dans une direction formée par les angles θ et φ avec la normale \vec{n} , dans un angle solide $d^2\Omega$ (Figure.2.3), s'exprime sous la forme de l'équation (2.1), laquelle fait intervenir la luminance $L^0(T, \lambda)$.

$$d^5\phi(T, \lambda, \theta, \varphi) = L^0(T, \lambda) \cos\theta d^2S d^2\Omega d\lambda \quad (2.1)$$

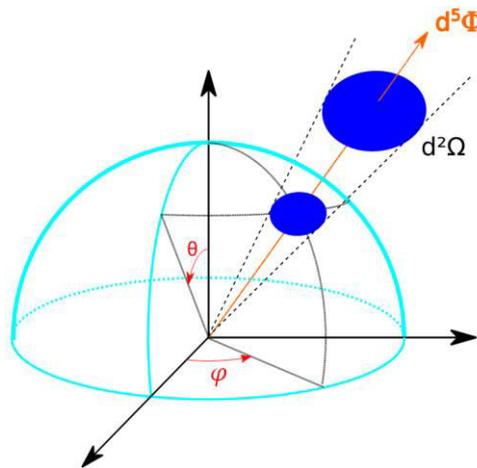


Figure.2.3 : représentation du flux $d^5\phi$ à travers l'angle solide $d^2\Omega$.

La luminance s'exprime en $W \cdot m^{-3} \cdot sr^{-1}$, le flux $d^5\phi$ en W, la surface émettrice d^2S en m^2 et la longueur d'onde λ en m. Dans le cas où la longueur d'onde est exprimée en μm , la luminance devient spectrique, c'est-à-dire exprimée en $W \cdot m^{-2} \cdot \mu m^{-1} \cdot sr^{-1}$.

La luminance est fonction de la longueur d'onde et de la température et est décrite par la loi de Planck ou de façon asymptotique par l'approximation de Wien pour $\lambda T \ll 14\,600 \mu m \cdot K$:

$$L^0(T, \lambda) = \frac{C_1 \lambda^{-5}}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T}\right) - 1} \approx C_1 \lambda^{-5} \exp\left(-\frac{C_2}{\lambda T}\right) \quad (2.2)$$

avec $C_1 = 2hc^2$ et $C_2 = hc/k_b$, avec h la constante de Planck, k_b la constante de Boltzmann et c la vitesse de la lumière dans le vide. Le symbole « 0 » s'applique pour un corps noir, c'est-à-dire pour

une surface qui émet au maximum de ses capacités. La Figure 2.4 trace, pour plusieurs températures, l'évolution de la luminance en fonction de la longueur d'onde. Cette loi passe par un maximum que Wien a généralisé de la façon suivante :

$$\lambda_m T = 2897,8 \mu m \cdot K \quad (2.3)$$

$$L_M^0(\lambda_M, T) = C_3 T^5 \quad (2.4)$$

où L_M^0 est la luminance maximale émise pour un couple (λ_M, T) donné et $C_3 \approx 4,066 \times 10^{-12} \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \mu\text{m}^{-1} \cdot \text{sr}^{-1} \cdot \text{K}^{-5}$ (obtenu avec l'approximation de Wien).

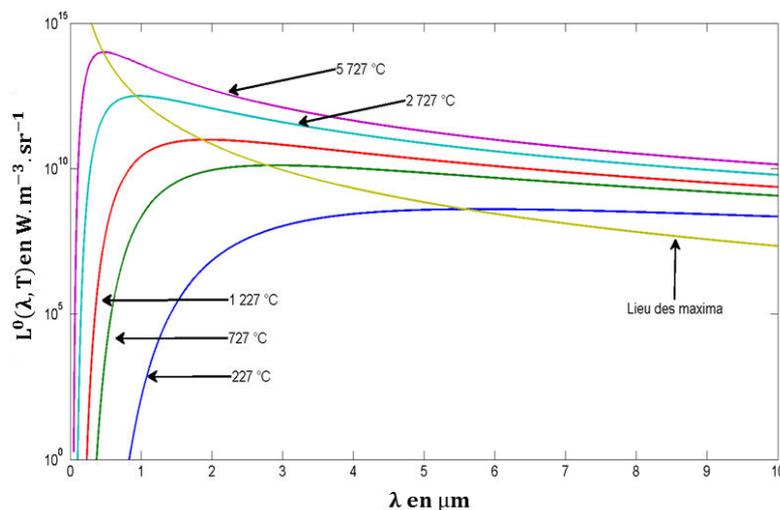


Figure 2.4 : Tracés de la luminance spectrique en fonction de λ pour plusieurs températures ainsi que du maximum d'émission (2.4).

La luminance est une notion directionnelle précise de l'émission radiative, notion importante en cas d'émission anisotrope. Si l'émission est considérée comme isotrope, alors l'équation (2.2) peut être intégrée dans tout le demi-espace supérieur (Ω) :

$$d^3 \Phi(T, \lambda) = \int_{\Omega} L^0(T, \lambda) \cos \theta d^2 S d^2 \Omega d\lambda \quad (2.5)$$

$$d^3 \Phi(T, \lambda) = \pi L^0(T, \lambda) d^2 S d\lambda \quad (2.6)$$

Il est possible d'exprimer la notion plus globale de densité de flux émis dans tout le demi-espace, l'émittance spectrale (exprimée en $\text{W} \cdot \text{m}^{-3}$ ou en $\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \mu\text{m}^{-1}$) (2.7):

$$M^0(\lambda, T) = \frac{d^3 \Phi(T, \lambda)}{d^2 S d\lambda} = \pi L^0(T, \lambda) \quad (2.7)$$

Dans le cas d'un échange entre deux surfaces, c'est-à-dire par exemple entre un émetteur (d'indice 1) et un récepteur (d'indice 2) dont les dimensions respectives sont connues, la part du flux allant du premier en direction du second se définit comme suit : soient deux éléments de surfaces

d^2S_1 et d^2S_2 , respectivement des surfaces S_1 et S_2 distantes de d . Le flux $d^4\phi_{12}$ en provenance de d^2S_1 et contenu dans l'angle solide élémentaire $d^2\Omega_{12}$, sous lequel est vu d^2S_2 s'exprime :

$$d^4\phi_{12} = L_1^0 d^2S_1 \cos\theta_1 d^2\Omega_{12} \quad (2.8)$$

$$d^4\phi_{12} = \frac{M_1^0 d^2S_1 d^2S_2 \cos\theta_1 \cos\theta_2}{\pi d^2} \quad (2.9)$$

avec $d^2\Omega_{12} = \frac{d^2S_2 \cos\theta_2}{d^2}$.

Le flux ϕ_{12} émis par d^2S_1 est :

$$\phi_{12} = \int_{S_1} \int_{S_2} d^4\phi_{12} = M_1^0 \int_{S_1} \int_{S_2} \frac{\cos\theta_1 \cos\theta_2 d^2S_1 d^2S_2}{\pi d^2} \quad (2.10)$$

ou bien sous une autre forme qui inclut la surface totale émettrice :

$$\phi_{12} = M_1^0 S_1 \frac{1}{S_1} \int_{S_1} \int_{S_2} \frac{\cos\theta_1 \cos\theta_2 d^2S_1 d^2S_2}{\pi d^2} \quad (2.11)$$

Dans l'expression (2.11), la part du flux allant de l'émetteur au récepteur s'appelle le facteur de forme F_{12} et est donnée par :

$$F_{12} = \frac{1}{S_1} \int_{S_1} \int_{S_2} \frac{\cos\theta_1 \cos\theta_2 d^2S_1 d^2S_2}{\pi d^2} \quad (2.12)$$

Le facteur de forme, nombre sans dimension, est la fraction du flux hémisphérique de S_1 qui atteint S_2 . C'est une grandeur purement géométrique et son importance est amplement discutée au chapitre 4.

N.B. : Les grandeurs considérées dans ce dernier cas de figure sont totales, c'est-à-dire :

$$d^4\phi_{12} = \int_0^\infty d^5\phi_{12} d\lambda \quad (2.13)$$

La capacité d'une surface à émettre son énergie est pondérée par son émissivité, coefficient compris entre 0 et 1. Ce coefficient dépend, entre autres, de la température, de la longueur d'onde, de l'aspect de la surface, de la direction d'émission. Le cas où l'émission est maximale est celui de l'émission du corps noir (symbolisé par «⁰» dans l'équation (2.2)), c'est-à-dire pour $\varepsilon(T, \lambda, \theta, \varphi) = \varepsilon = 1$. Dans les autres cas, la surface est dite réelle et son émission radiative est pondérée telle que :

$$\varepsilon(T, \lambda, \theta, \varphi) = \frac{L(T, \lambda, \theta, \varphi)}{L^0(T, \lambda)} \quad (2.14)$$

Si une surface est soumise à un rayonnement de longueur d'onde λ selon une direction (θ, φ) en provenance d'une surface, alors une partie du rayonnement peut potentiellement être réfléchie, une autre partie absorbée et une autre partie transmise selon le bilan suivant :

$$\alpha(\lambda, \theta, \varphi) + \rho'^n(\lambda, \theta, \varphi) + \tau(\lambda, \theta, \varphi) = 1 \quad (2.15)$$

où $\rho'^n(\lambda, \theta, \varphi)$ est la réflectivité directionnelle hémisphérique. À l'équilibre thermique local, le flux absorbé par un matériau est équivalent à son flux émis selon la loi suivante énoncée par Kirchhoff :

$$\alpha(\lambda, \theta, \varphi) = \varepsilon(\lambda, \theta, \varphi) \quad (2.16)$$

Soit une surface isotherme opaque d'émissivité ε'_λ de température T dans un environnement également isotherme de température T_{env} . La densité de flux qui part de la surface est appelée radiosité J_λ :

$$J_\lambda = \varepsilon(\lambda, \theta, \varphi)M^0(\lambda, T) + \rho_\lambda'^n E_{clairement}(\lambda, T_{env}) \quad (2.17)$$

où $E_{clairement}(\lambda, T_{env})$ est l'éclairement, c'est-à-dire la densité de flux reçue par la surface en provenance de l'environnement. La radiosité prend donc en compte la part d'émission propre de la surface ainsi que celle en provenance de l'environnement et réfléchié par ladite surface. Elle met en évidence le fait que le flux perçu par un détecteur en provenance d'une surface quelconque n'est pas uniquement dû à son émission propre mais est « parasité » par l'environnement. Le « poids » de son influence est lié à sa propre température (T_{env}) mais aussi aux propriétés radiatives de la surface (ε'_λ et $\rho_\lambda'^n$). Ainsi l'environnement perturbe fortement la mesure lorsque sa température est proche de celle de la surface et d'autant plus quand cette dernière est très réfléchissante, ce qui est le cas de la surface des métaux liquides non oxydés.

2.2. Le développement du pyromètre

Le pyromètre a été élaboré au regard des deux problématiques de cette étude : i) la caractérisation physique de matériaux autour et au-delà de leur point de fusion et ii) la mesure radiative *in situ* lors d'un procédé de soudage. Le second item est celui qui requiert le plus de spécificités, dont certaines sont communes au premier item.

Les matériaux (métaux, aciers) étant sous forme liquide, le pyromètre doit être capable de mesurer des flux radiatifs issus de surface à des températures supérieures à 1 000 °C. De nombreuses études ont montré la présence de forts gradients de température sur l'épaisseur du cordon de soudure (quelques milliers de degrés Celsius pour une largeur de quelques millimètres (Bertrand et al., 2000; Doubenskaia et al., 2004)) : une mesure pyrométrique fine, c'est-à-dire de focalisation à l'échelle microscopique serait donc un atout supplémentaire à l'étude du comportement thermique local du bain de fusion. La vitesse d'acquisition des données doit être suffisante pour pouvoir observer finement les variations de flux induites par les différents phénomènes physiques impliqués, ce qui signifie également une forte sensibilité du détecteur.

Le premier paramètre à définir est la gamme spectrale de travail du pyromètre, sachant que les températures sont approximativement comprises entre 1 000 °C et 3 000 °C. Deux types de mesure

se distinguent : le premier pour l'estimation seule de la température ; le second pour l'estimation de paramètres multiples : la température, l'émissivité spectrale (polynôme). L'étude bibliographique développée au chapitre 1 a décrit la possibilité d'estimer la température par pyrométrie à large bande spectrale, monospectrale et bispectrale. Dans les deux premiers cas, il est nécessaire de connaître l'émissivité, dans le second cas une hypothèse forte s'en affranchit.

Dans le cas où les erreurs sur la longueur d'onde et sur le flux sont négligées, l'erreur relative sur la température à partir du modèle asymptotique de Wien (2.2) est exprimée par la relation (2.18) (Pierre et al., 2008; Rodiet et al., 2013) :

$$\frac{e_T}{T} = \left| \frac{\lambda T}{C_2} \right| \frac{e_\varepsilon}{\varepsilon'_\lambda} \quad (2.18)$$

Cette erreur est pondérée avec celle sur l'émissivité par le coefficient $\lambda T/C_2$. Ainsi, pour ne pas l'amplifier, une première approche consiste à poser $\lambda T/C_2 > 1$: pour 1 000 °C et 3 000 °C, les longueurs d'onde maximales sont, respectivement, 11 μm et 4 μm . Une première limite supérieure est exprimée. Plus la température est élevée, plus il faut que la longueur d'onde diminue.

La littérature montre aussi la tendance générale suivante : pour un grand nombre de métaux, l'émissivité augmente quand la longueur d'onde diminue (Touloukian and DeWitt, 1970). Ainsi l'égalité entre la luminance d'une surface réelle d'émissivité ε'_λ (de température vraie T) et la luminance de cette même surface mais supposée noire (de température de luminance T_L) aboutit à l'expression :

$$\frac{1}{T} - \frac{1}{T_L} = \frac{\lambda}{C_2} \ln(\varepsilon'_\lambda) \quad (2.19)$$

Donc dans le cas de métaux, si la longueur d'onde diminue, l'émissivité tend vers 1 et l'écart entre la température vraie et celle de luminance diminue. L'erreur sur la température s'en trouve plus faible. À titre d'exemple, la Figure 2.5 trace pour plusieurs métaux l'évolution du terme de droite de l'équation (2.19) en fonction de la longueur d'onde. L'observation de ces points expérimentaux suggère de travailler avant 1 μm , soit la gamme spectrale UV-visible-IR proche.

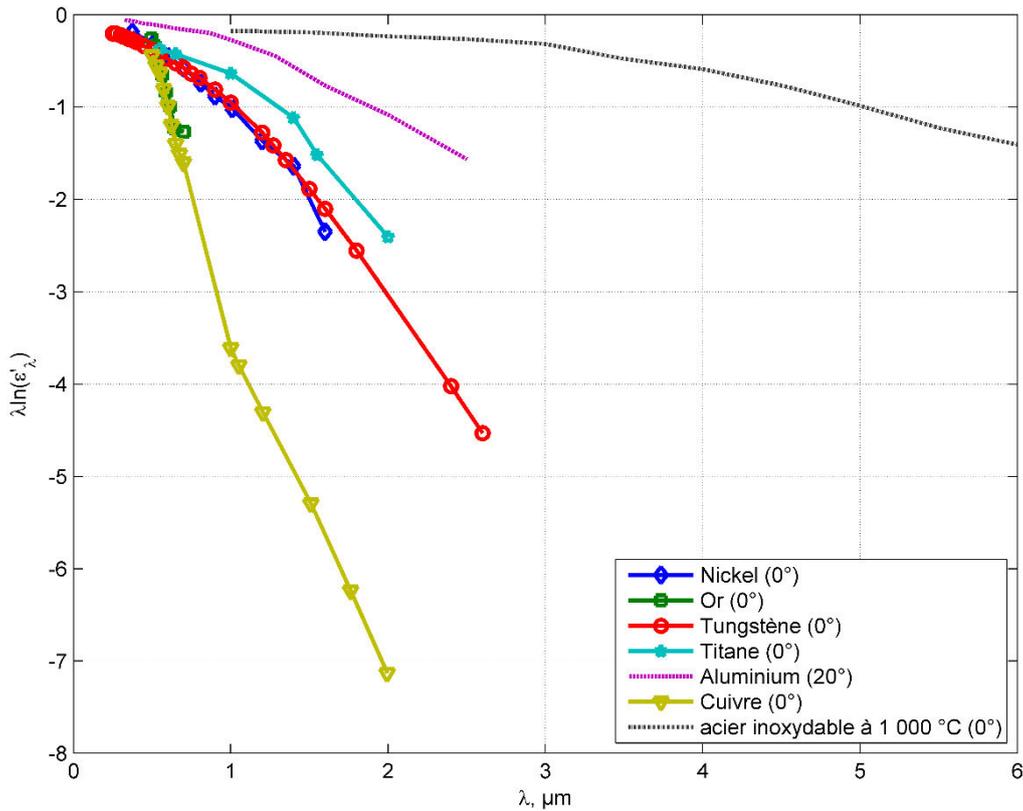


Figure 2.5 : exemples d'émissivités spectrales pour différents métaux (Touloukian and DeWitt, 1970).

Dans le but d'être sensible à la moindre variation de température, l'analyse de la sensibilité de la luminance à cette dernière apporte également des informations. La Figure 2.6 et la Figure 2.7 tracent la luminance $L^0(\lambda, T)$ ainsi que la sensibilité réduite χ_T (2.20) de la luminance par rapport à la température en fonction de la longueur d'onde pour deux températures, respectivement, de 1 000 °C et de 2000 °C.

$$\chi_T = T \frac{\partial L(\lambda, T)}{\partial T} = \frac{C_2}{\lambda T} L(\lambda, T) \quad (2.20)$$

Ces tracés montrent que les courbes de sensibilité passent par un maximum à 1,884 μm, légèrement avant le maximum de luminance à 2,260 μm pour une température de 1 000 °C et à 1,055 μm, pour un maximum de luminance à 1,266 μm à 2 000 °C. Il s'agirait donc de choisir une gamme spectrale de travail située dans la phase ascendante de la loi de Planck.

Le choix technologique s'est porté sur une gamme spectrale de travail visible-proche infrarouge et plus précisément sur des détecteurs silicium (photopiles), sensibles entre 400 nm et 1 100 nm et de rendement quantique proche de 1 vers 700 nm (Audaire, 2000).

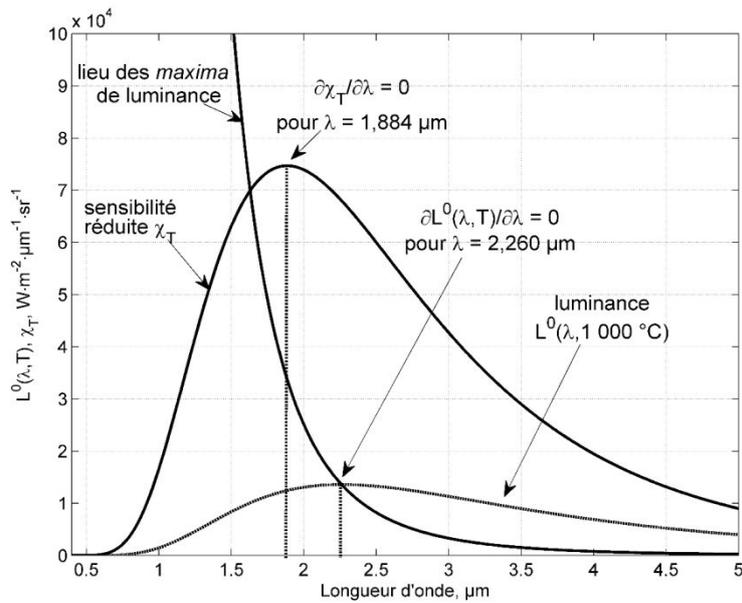


Figure 2.6 : tracés de la luminance et de la sensibilité réduite en fonction de la longueur d'onde pour une température de 1 000 °C.

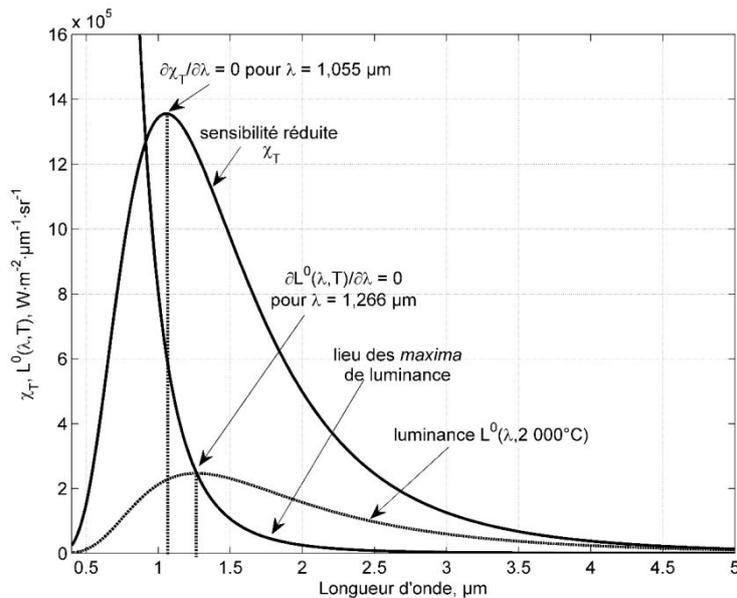


Figure 2.7 : tracés de la luminance et de la sensibilité réduite en fonction de la longueur d'onde pour une température de 2 000 °C.

Un autre objectif du pyromètre est de pouvoir visualiser les variations de flux avec des intervalles de temps entre deux mesures de quelques millisecondes, pour chaque longueur d'onde et simultanément. L'une des solutions possibles est l'utilisation de roue à filtre, c'est-à-dire, l'utilisation d'un seul et même capteur qui mesure successivement le même signal à différentes longueurs d'onde à l'aide de filtres monochromatiques placés sur une roue qui tourne entre chaque mesure. Si la roue effectue un tour complet dans un intervalle de temps très court, il est alors possible d'émettre l'hypothèse que toutes les mesures sont effectuées simultanément. Cette technique est peu coûteuse (un seul capteur), mais plus le nombre de longueurs d'onde utilisées est important, moins l'hypothèse de simultanéité est valable. En effet, le temps d'une mesure est multiplié par le

nombre de mesures à effectuer (une pour chaque filtre). Cette technique est donc adaptée à des solutions de type stationnaire ou à dynamique lente (Pierre et al., 2008, 2016) mais peu adaptée aux mesures à dynamique rapide telle que les opérations de soudage.

Une autre solution est l'utilisation d'un spectromètre car il offre la possibilité de balayer une large gamme spectrale en choisissant le pas et avec une vitesse d'acquisition importante (Muller et al., 2012).

Enfin, il est possible d'utiliser un pyromètre multispectral conçu avec des éléments optiques spécifiques comme proposé par Gardner et al. (Gardner et al., 1981). Le flux est séparé selon plusieurs chemins optiques dont chacun possède son détecteur. Par contre, ces pyromètres sont « uniques » car ils nécessitent une étude théorique préalable pour les « construire » entièrement. C'est ce choix qui a été fait : le pyromètre possède un nombre « modéré » de longueurs d'onde, autant de détecteurs et une seule centrale d'acquisition.

Concernant le nombre optimal de longueurs d'onde à utiliser en pyrométrie multispectrale, il n'existe à notre connaissance aucune étude ayant tranché sur le sujet, les désaccords sont majeurs (Orlande et al., 2011). Coates (Coates, 1981) penche pour une utilisation maximale de trois longueurs d'onde pour limiter les erreurs sur la température dès lors qu'il y a un manque d'information sur l'émissivité. Néanmoins, il existe quelques moyens de s'appliquer dans le choix des longueurs d'onde, selon plusieurs critères pour les mesures bispectrales (Pierre et al., 2008, 2016; Thevenet et al., 2010) et plus récemment pour des mesures multispectrales (Rodiet et al., 2013).

Un premier critère est d'assurer un rapport de flux minimal entre deux mesures effectuées à deux longueurs d'onde différentes. Le principe est détaillé dans (Pierre et al., 2008) : les auteurs déterminent une fonction de Lambert qui exprime le rapport $x = \frac{\lambda_j}{\lambda_i}$ pour un rapport de flux ξ donné (2.21). Il est nécessaire de se donner initialement une longueur λ_i et une température T .

$$x^* e^{x^*} = -\frac{C_2}{4\lambda_i T} \xi^{-\frac{1}{5}} e^{-\frac{C_2}{4\lambda_i T}} \quad (2.21)$$

$$\text{où } x^* = -\frac{C_2}{5\lambda_i T} x.$$

La Figure 2.8 représente pour cinq températures et $\lambda_i = 400 \text{ nm}$, un exemple d'évolution des rapports spectraux x en fonction du rapport de flux ξ . Il est normal de trouver le point d'intersection (1 ; 1) car pour $\xi = 1$, x doit l'être également. Par rapport à la gamme spectrale de travail des détecteurs silicium [400 nm – 1 100 nm], les rapports spectraux x sont compris entre 1 et 2,75 (pour $\lambda_j > \lambda_i$), ce qui sur la Figure 2.8 n'est pas atteint.

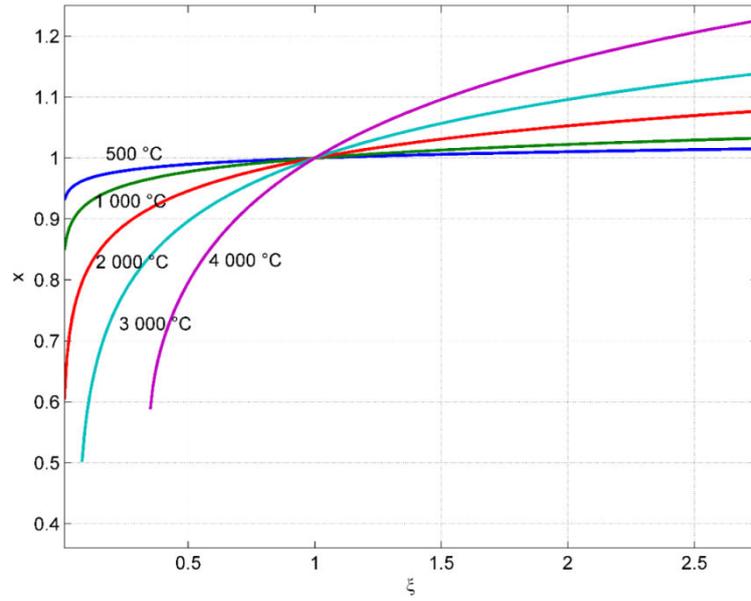


Figure 2.8 : évolution des rapports de longueurs d'onde pour des mesures bispectrales en fonction du rapport des signaux à ces mêmes longueurs d'onde et pour $\lambda_i = 400 \text{ nm}$.

Un autre critère de sélection de longueurs d'onde en mode bispectral se base sur l'équation de l'erreur relative sur la température e_T/T (2.22).

$$\frac{e_T}{T} = \frac{\left| 5 - \frac{C_2}{\lambda_1 T} - \frac{\lambda_1}{\varepsilon} \frac{d\varepsilon}{d\lambda} \right| \frac{e_{\lambda_1}}{\lambda_1} + \left| 5 - \frac{C_2}{\lambda_2 T} - \frac{\lambda_2}{\varepsilon} \frac{d\varepsilon}{d\lambda} \right| \frac{e_{\lambda_2}}{\lambda_2} + \frac{e_{L_{\lambda_1}}}{L_{\lambda_1}} + \frac{e_{L_{\lambda_2}}}{L_{\lambda_2}}}{\frac{C_2}{T} \left| \frac{1}{\lambda_1} - \frac{1}{\lambda_2} \right|}} \quad (2.22)$$

Cette équation fait apparaître au dénominateur le terme $C_2(\lambda_i^{-1} - \lambda_j^{-1})/T$. Pour ne pas amplifier l'erreur e_T/T , il est commode de sélectionner un écart $(\Delta\lambda)_{min}$ tel que ce dénominateur soit toujours positif, ce qui conduit à la relation suivante (Pierre et al., 2016) :

$$(\Delta\lambda)_{min} = \lambda_j - \lambda_i = \left(\frac{T\lambda_i^2}{C_2} \right)_{\lambda_j > \lambda_i} \quad (2.23)$$

Cette méthode repose sur le choix préalable de la température et de la longueur d'onde λ_i . La Figure 2.9 trace pour les mêmes températures que précédemment l'évolution de $(\Delta\lambda)_{min}$ en fonction de λ_i .

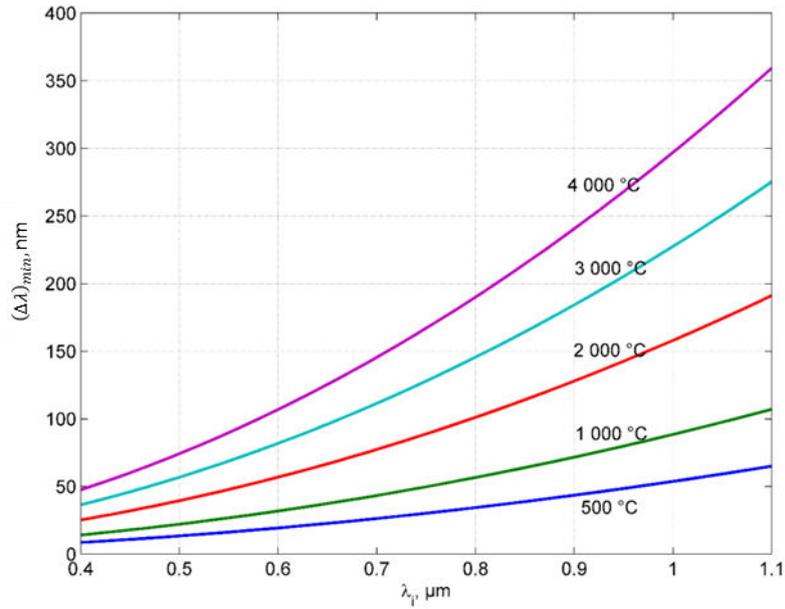


Figure 2.9 : évolution de l'écart minimale $\Delta\lambda$ entre deux longueurs d'onde en fonction de la longueur d'onde minimale λ_i pour différentes températures.

Dans la gamme de fonctionnement des photopiles et au vu des possibilités techniques de constructeur, il a été possible de réaliser un pyromètre multispectral à l'aide d'éléments optiques et comptant cinq longueurs d'onde au maximum. Ces cinq longueurs d'onde sont : $\lambda_1 = 480 \text{ nm}$; $\lambda_2 = 530 \text{ nm}$; $\lambda_3 = 680 \text{ nm}$; $\lambda_4 = 850 \text{ nm}$; $\lambda_5 = 940 \text{ nm}$. Une mesure simultanée à ces cinq longueurs d'onde offre la possibilité d'estimer non seulement la température, mais aussi l'émissivité dont le modèle peut être mis sous la forme d'une fonction polynomiale ou autre (jusqu'à 4 paramètres).

Le Tableau 2-1 synthétise les résultats pour les écarts minimaux $(\Delta\lambda)_{min}$ et les rapports de flux ξ pour toutes les combinaisons bispectrales possibles et pour différentes températures.

		500 °C	1 000 °C	1 500 °C	2 000 °C	3 000 °C
$ \lambda_2 - \lambda_1 $ (50 nm)	ξ_{12} $(\Delta\lambda)_{min}$ (nm)	23,6 13	5,6 21	3,0 29	2,1 37	1,4 53 X
$ \lambda_3 - \lambda_1 $ (200 nm)	ξ_{13} $(\Delta\lambda)_{min}$ (nm)	>100 13	>100 21	25,2 29	8,4 37	2,6 53
$ \lambda_4 - \lambda_1 $ (370 nm)	ξ_{14} $(\Delta\lambda)_{min}$ (nm)	>100 13	>100 21	89,6 29	17,8 37	3,1 53
$ \lambda_5 - \lambda_1 $ (460 nm)	ξ_{15} $(\Delta\lambda)_{min}$ (nm)	>100 13	>100 21	>100 29	36,5 37	3,1 53
$ \lambda_3 - \lambda_2 $ (150 nm)	ξ_{23} $(\Delta\lambda)_{min}$ (nm)	>100 16	31,6 25	8,4 35	4,0 45	1,8 64
$ \lambda_4 - \lambda_2 $ (320nm)	ξ_{24} $(\Delta\lambda)_{min}$ (nm)	>100 16	>100 25	29,9 35	8,4 45	2,1 64
$ \lambda_5 - \lambda_2 $ (410nm)	ξ_{25} $(\Delta\lambda)_{min}$ (nm)	>100 16	>100 25	45,0 35	10,4 45	2,1 64
$ \lambda_4 - \lambda_3 $ (170nm)	ξ_{34} $(\Delta\lambda)_{min}$ (nm)	77,8 25	9,1 41	3,6 58	2,1 74	1,2 X 106
$ \lambda_5 - \lambda_3 $ (360nm)	ξ_{35} $(\Delta\lambda)_{min}$ (nm)	>100 25	19,6 41	5,4 58	2,6 74	1,2 X 106
$ \lambda_5 - \lambda_4 $ (90 nm)	ξ_{45} $(\Delta\lambda)_{min}$ (nm)	4,9 39	2,2 64	1,5 X 90	1,2 X 115 X	1,0 X 165 X

X : valeurs insuffisante

Tableau 2-1 : synthèse des écarts minimaux $(\Delta\lambda)_{min}$ et des rapports de flux ξ entre toutes les combinaisons possibles bispectrales.

Il ressort du Tableau 2-1 que les écarts entre les longueurs d'onde choisies sont adaptés à des températures pouvant aller jusqu'à 3 000 °C, il est cependant nécessaire de faire attention aux rapports des flux qui se réduisent avec l'élévation de la température et qui, dans certains cas, peuvent se révéler insuffisant.

Récemment, Rodiet a proposé une méthode de sélection des longueurs d'onde dans le cas de mesures multispectrales (Rodiet, 2014). Comme le développement du pyromètre a été antérieur à ses travaux, l'idée est de confronter *a posteriori* le choix proposé et celui préconisé par Rodiet.

Sa méthode est également basée sur le calcul de l'erreur sur la température (σ_T^2), laquelle est exprimée dans la matrice de covariance obtenue à partir de la sensibilité des flux (2.24) aux paramètres à estimer.

Tout d'abord, le flux théorique est exprimé sous la forme suivante :

$$\Phi_\lambda^{th} = (a + b\lambda + c\lambda^2)C_1\lambda^{-5}e^{-\frac{C_2}{\lambda T}} \quad (2.24)$$

où l'émissivité est exprimée sous la forme d'un polynôme de degré 3. La fonctionnelle qui est minimisée est :

$$J = \sum_{i=1}^4 |\Phi_\lambda^{th}(T, a, b, c) - \Phi_\lambda^{exp}|^2 \quad (2.25)$$

où T , a , b et c sont respectivement la température et trois coefficients pour l'émissivité. Il y a donc quatre longueurs d'onde à définir. Elles sont définies pour une variance σ_T^2 minimale à partir de la matrice de covariance $cov(\beta)$:

$$cov(\beta) = \begin{pmatrix} \sigma_T^2 & cov(T, a) & cov(T, b) & cov(T, c) \\ cov(T, a) & \sigma_a^2 & cov(a, b) & cov(a, c) \\ cov(T, b) & cov(a, b) & \sigma_b^2 & cov(b, c) \\ cov(T, c) & cov(a, c) & cov(b, c) & \sigma_c^2 \end{pmatrix} = (X^T X)^{-1} \sigma_{bruit}^2 \quad (2.26)$$

avec :

$$X = \begin{pmatrix} \left. \begin{array}{cccc} \frac{\partial \Phi}{\partial T} \Big|_1 & \frac{\partial \Phi}{\partial a} \Big|_1 & \frac{\partial \Phi}{\partial b} \Big|_1 & \frac{\partial \Phi}{\partial c} \Big|_1 \\ \frac{\partial \Phi}{\partial T} \Big|_2 & \frac{\partial \Phi}{\partial a} \Big|_2 & \frac{\partial \Phi}{\partial b} \Big|_2 & \frac{\partial \Phi}{\partial c} \Big|_2 \\ \frac{\partial \Phi}{\partial T} \Big|_3 & \frac{\partial \Phi}{\partial a} \Big|_3 & \frac{\partial \Phi}{\partial b} \Big|_3 & \frac{\partial \Phi}{\partial c} \Big|_3 \\ \frac{\partial \Phi}{\partial T} \Big|_4 & \frac{\partial \Phi}{\partial a} \Big|_4 & \frac{\partial \Phi}{\partial b} \Big|_4 & \frac{\partial \Phi}{\partial c} \Big|_4 \end{array} \right\} \end{pmatrix} \quad (2.27)$$

Les longueurs d'onde s'estiment les unes à la suite des autres. La première est fixée à partir de la sensibilité réduite précédemment exprimée par la relation (2.21). Ainsi pour une température de 2 000 °C, la première longueur d'onde optimisée est $\lambda_{opt1} = 1,055 \mu\text{m}$. Cette valeur est conservée par la suite pour l'estimation de la seconde.

La fonctionnelle pour l'estimation de λ_{2opt} inclut T et a (émissivité constante). Le tracé de σ_T est présenté sur la Figure 2.10 pour une température de 2 000 °C. Deux *minima* se distinguent, à 0,725 μm et à 1,983 μm . Il est possible de choisir entre les deux et ce choix peut être conditionné par exemple par la gamme spectrale de travail d'un détecteur. La longueur d'onde sélectionnée est la plus faible $\lambda_{2opt} = 0,725 \mu\text{m}$ (avec toujours $\lambda_{opt1} = 1,055 \mu\text{m}$).

La démarche est analogue pour l'obtention des deux autres longueurs d'onde. En prenant systématiquement la plus faible, les quatre longueurs d'onde sont : 0,458 μm , 0,561 μm , 0,725 μm et 1,055 μm (Figure 2.11 et Figure 2.12). Ce choix permet l'estimation complète de la température et de l'émissivité sous la forme d'un polynôme d'ordre 3. Finalement, les cinq longueurs d'onde du pyromètre sont dans le même intervalle que celui obtenu avec la méthode développée par Rodiet. Il a également développé (non présenté ici) un contrôle de l'écart minimal entre deux longueurs d'onde successives analogues à celui présenté précédemment.

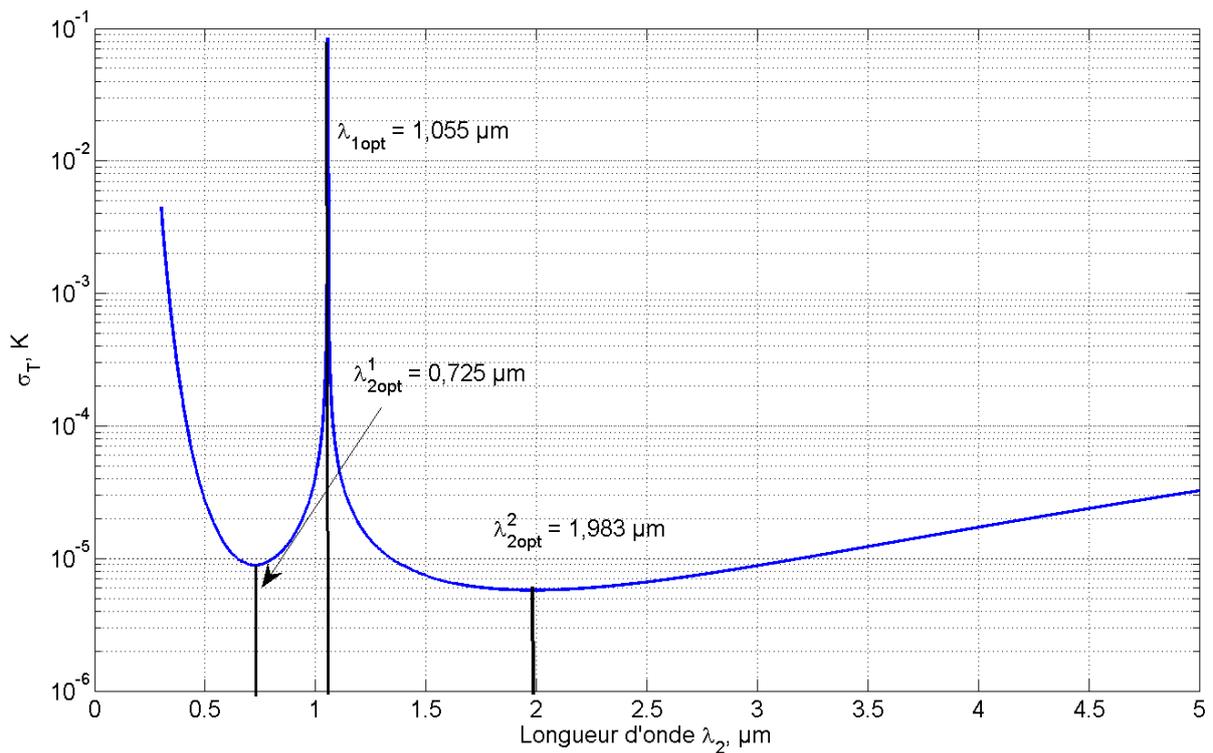


Figure 2.10 : évolution de l'écart-type sur la température en fonction de la longueur d'onde pour une température fixée à 2 000 °C pour l'estimation de la deuxième longueur d'onde optimale.

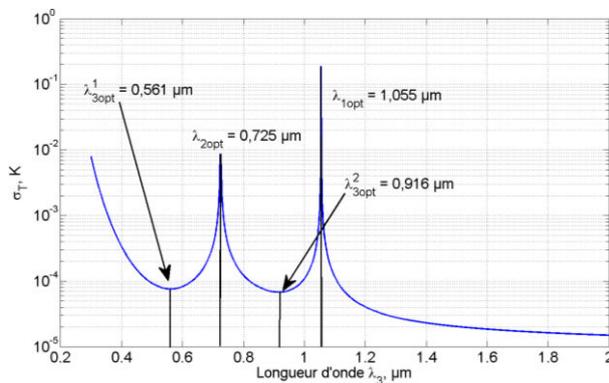


Figure 2.11 : évolution de l'écart-type sur la température en fonction de la longueur d'onde pour une température fixée à 2 000 °C pour l'estimation de la troisième longueur d'onde optimale.

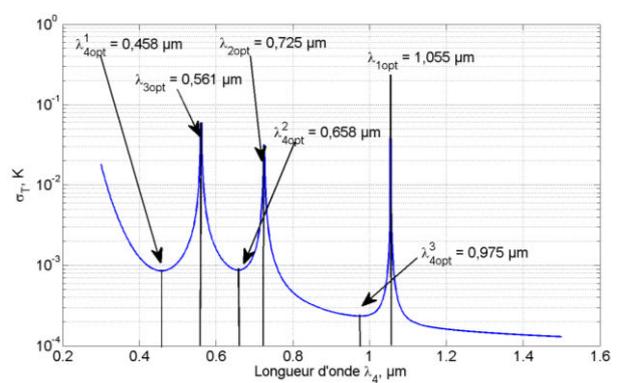


Figure 2.12 : évolution de l'écart-type sur la température en fonction de la longueur d'onde pour une température fixée à 2 000 °C pour l'estimation de la quatrième longueur d'onde optimale.

Finalement, la Figure 2.13 présente le pyromètre multispectral dans son ensemble, il est composé de :

- deux collimateurs : (1) ;
- une fibre optique ;
- cinq filtres monochromatiques : f5 (3), f4 (5), f3 (7), f2 (9) et f1 (10) ;
- quatre miroirs dichroïques : m4 (2), m3 (4), m2 (6) et m1 (8) ;
- cinq photopiles silicium (détecteurs).

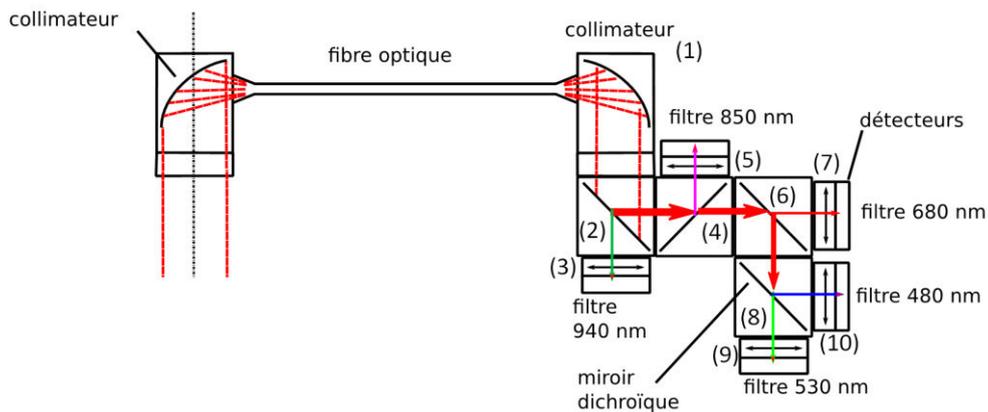


Figure 2.13 : présentation des éléments du pyromètre.

Le flux radiatif est reçu par un premier collimateur (de transmittivité spectrale τ^c), traverse une fibre optique (τ^{fo}), puis un second collimateur (τ^c) avant d'entrer dans le montage optique proprement dit. Le flux est progressivement séparé par des miroirs dichroïques à 45° où, à une certaine longueur de coupe λ_c , il est soit réfléchi, soit transmis. Avant d'atteindre le détecteur, le flux est finalement réduit à travers un filtre monochromatique. Compte tenu de la célérité de la lumière, il est parfaitement acceptable de considérer les cinq mesures simultanées.

Les courbes de la Figure 2.15 à la Figure 2.19 présentent les données «constructeur» que sont les propriétés optiques spectrales des collimateurs, des miroirs et des filtres. Elles sont en lien avec la Figure 2.13 via les numéros inscrits entre parenthèses de 1 à 10. La transmission optique de la fibre est supérieure à 99,9 % sur la gamme [400-1100] nm d'après le constructeur et sera donc négligée par la suite. Les variations de rendement des photopiles en fonction des longueurs d'onde sont données sur la Figure 2.14. Ce rendement varie d'une photopile à l'autre et est automatiquement compensé par le logiciel d'acquisition fourni avec le capteur. Ce dernier n'est donc pas pris en compte lors de l'étude théorique de la fonction de transfert.

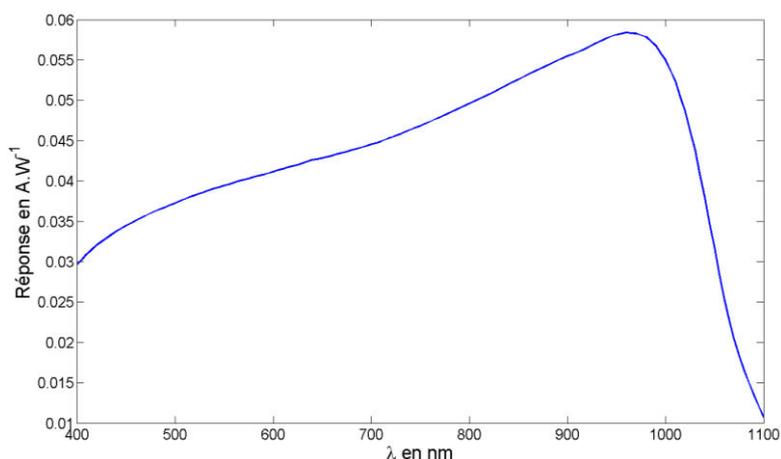


Figure 2.14 : réponse de la photopile S120C du « constructeur »

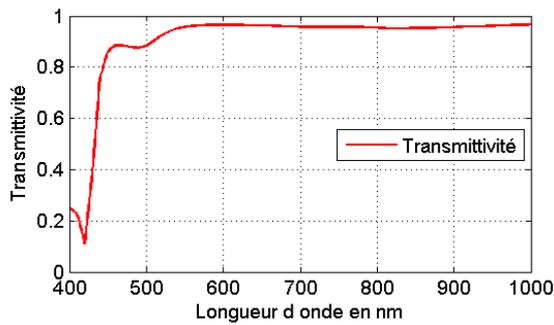


Figure 2.15 : transmittivité du collimateur (1).

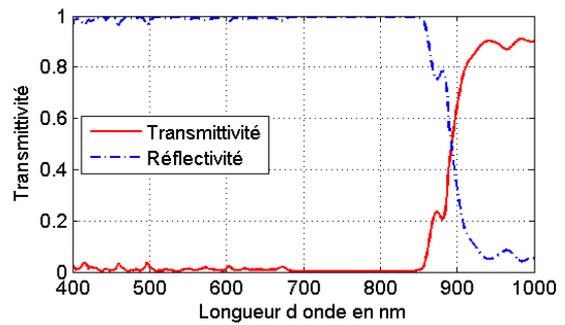


Figure 2.16 : transmittivité du miroir dichroïque 900nm (2).

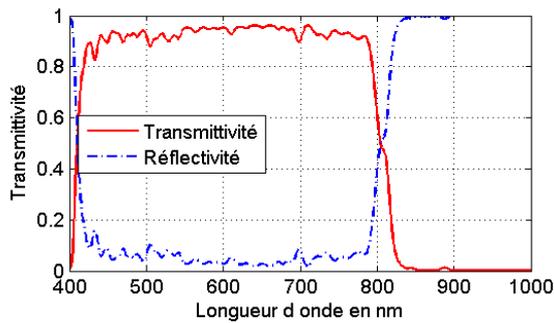


Figure 2.17 : transmittivité du miroir dichroïque 805nm (4).

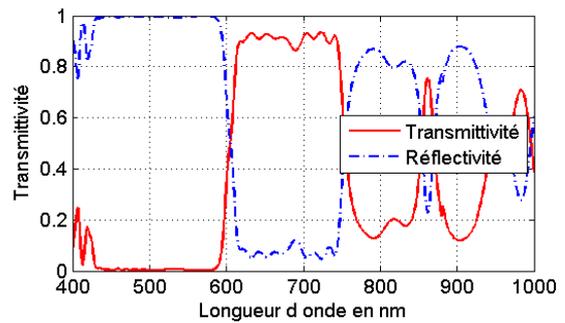


Figure 2.18 : transmittivité du miroir dichroïque 605nm (6).

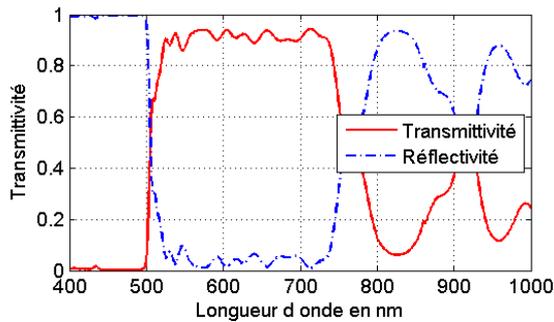


Figure 2.19 : transmittivité du miroir dichroïque 505nm (8).

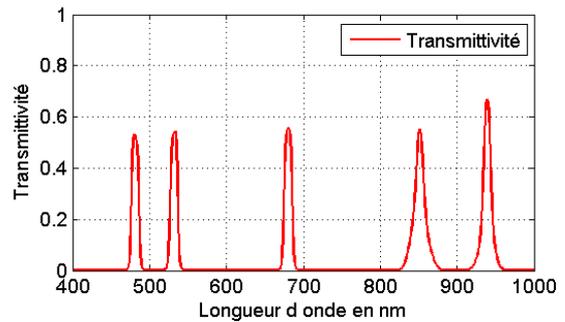


Figure 2.20 : transmittivité des filtres (3), (5), (7), (9) et (10).

Les miroirs dichroïques sont définis par une longueur d'onde de coupure λ_c , une transmittivité spectrale τ_k^m et une réflectivité spectrale ρ_k^m , l'indice k désignant le numéro de miroir. Par exemple, sur la Figure 2.16, $\lambda_c = 900$ nm : la part du flux qui émet avant λ_c est réfléchi et celle au-delà de λ_c est transmise. Concernant les filtres monochromatiques, ils ne le sont pas purement, mais ont une allure spectrale de type loi de Gauss (Figure 2.20).

L'ensemble des éléments que compose le pyromètre, c'est-à-dire des éléments (1) à (10) sur la Figure 2.13, est immuable et est confiné dans un caisson transportable, dédié à cet effet. Par conséquent, quelle que soit la configuration expérimentale, la fonction de transfert spécifique à chaque chemin optique est toujours la même. Les cinq chemins optiques notés h_i avec i le numéro de filtre (1 à 5) s'écrivent selon les équations (2.28) à (2.32) et sont tracés sur la Figure 2.20.

$$h_1 = \tau^{f_0} \tau^{c_2} \rho_4^m \tau_3^m \tau_2^m \rho_1^m \tau_1^f \quad (2.28)$$

$$h_2 = \tau^{f_0} \tau^{c_2} \rho_4^m \tau_3^m \tau_2^m \tau_2^m \tau_2^f \quad (2.29)$$

$$h_3 = \tau^{f_0} \tau^{c_2} \rho_4^m \tau_3^m \tau_2^m \tau_3^f \quad (2.30)$$

$$h_4 = \tau^{f_0} \tau^{c_2} \rho_4^m \rho_3^m \tau_4^f \quad (2.31)$$

$$h_5 = \tau^{f_0} \tau^{c_2} \tau_4^m \tau_5^f \quad (2.32)$$

Toutes les fonctions de transfert h_i de chaque chemin optique ont une forme gaussienne, c'est-à-dire qu'elles sont définies par une longueur d'onde centrale $\bar{\lambda}_i$, un écart-type σ_i et une transmittivité maximale h_{Mi} . Elles ont donc une transmittivité spectrale $h_i(\lambda)$ qui peut s'écrire de la façon suivante :

$$h_i(\lambda) = h_{Mi} \exp \left[-\frac{1}{2} \left(\frac{\bar{\lambda}_i - \lambda}{\sigma_i} \right)^2 \right] \quad (2.33)$$

Dans la future utilisation du pyromètre, s'en tenir uniquement aux données «constructeur» pour définir sa fonction de transfert en guise d'étalonnage n'est pas valable. La relation doit être plus générale et englober tous les paramètres, connus ou pas, qui amoindrissent les flux enregistrés par les détecteurs. *A priori* le fenêtrage spectral du chemin optique est essentiellement dû au filtre monochromatique ; c'est-à-dire que les miroirs, collimateurs... n'ont pas d'autres effets sur les signaux que de les amoindrir en amplitude et leur influence sur les paramètres σ_i et $\bar{\lambda}_i$ est négligée. Il est également pris comme hypothèse que la totalité des autres facteurs (facteur de forme, surface visée, émissivité...) provoque uniquement une baisse d'amplitude (h_{Mi}). Ainsi la relation (2.33) devient :

$$H_i(\lambda) = H_{Mi} \exp \left[-\frac{1}{2} \left(\frac{\bar{\lambda}_i - \lambda}{\sigma_i} \right)^2 \right] \quad (2.34)$$

C'est l'étalonnage du pyromètre qui permet d'estimer H_{Mi} , tandis que pour les deux autres paramètres, σ_i et $\bar{\lambda}_i$, il est possible de les estimer préalablement. Cette estimation a été réalisée par moindres-carrés à l'aide d'un algorithme de type Levenberg-Marquardt par minimisation de l'écart quadratique entre les données hi et celles calculées par la relation (2.33). Une étude préalable de sensibilité de la fonction de transfert en fonction des trois paramètres que sont H_{Mi} , σ_i et $\bar{\lambda}_i$ a été effectuée afin d'évaluer la possibilité de corrélation entre les paramètres. Cette étude de sensibilité conduit à calculer la sensibilité réduite $\chi_m(\lambda)$ pour chaque paramètre m en fonction de la longueur d'onde (2.35).

$$\chi_m(\lambda) = m \frac{\partial H_i(\lambda)}{\partial m} \quad (2.35)$$

Pour observer la possible corrélation entre les trois paramètres à estimer de la loi de Gauss, les évolutions des sensibilités réduites ont été tracées les unes par rapport aux autres, c'est-à-dire $\chi_{\bar{\lambda}}$ par rapport à χ_{H_M} et à χ_{σ} , et χ_{H_M} par rapport à χ_{σ} . La Figure 2.21 partie a)-b)-c) montre une décorrélation satisfaisante entre tous les paramètres et ainsi la possibilité de les estimer convenablement.

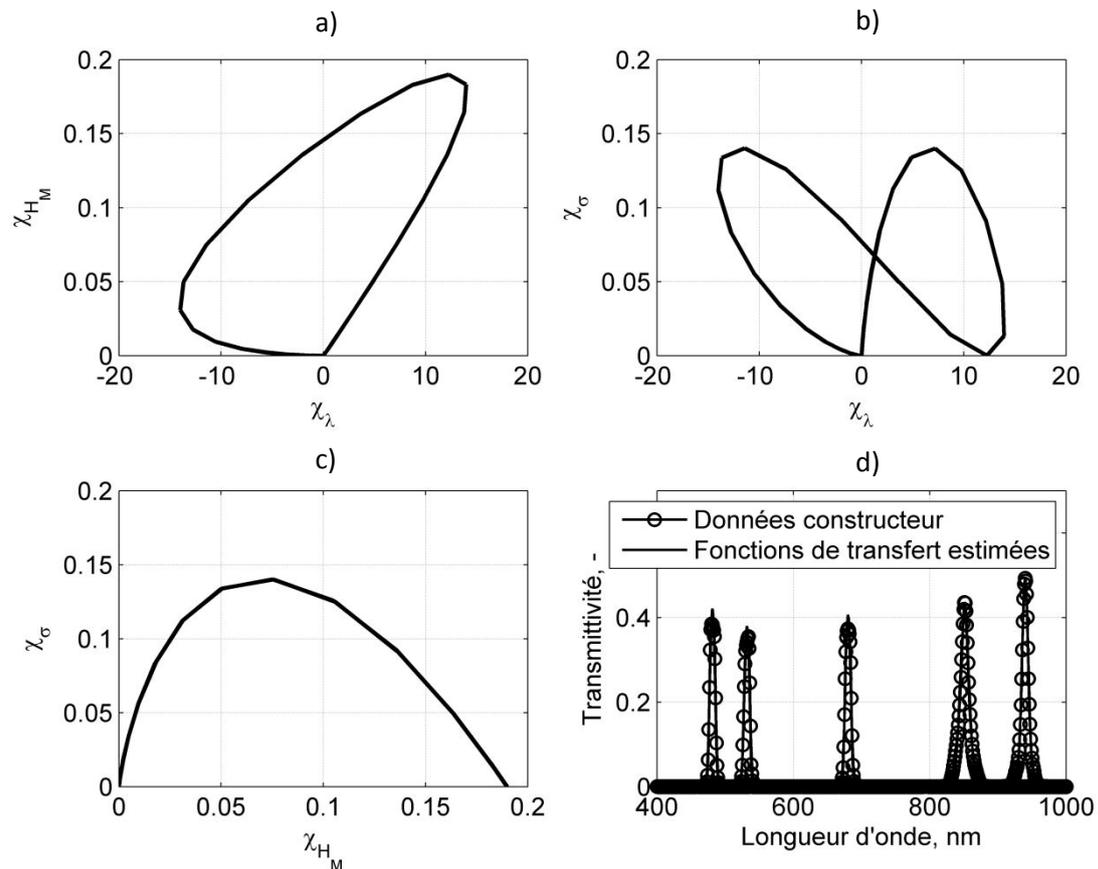


Figure 2.21 : a)-b)-c) : évolution des sensibilités réduites (2.35) les unes par rapport aux autres ; d) tracés des données «constructeur» et des lois de Gauss estimées.

Le Tableau 2-2 récapitule les valeurs de tous les paramètres estimés pour les cinq chemins optiques. De plus et à titre informatif, comme la mesure de flux est un calcul intégral dans un intervalle spectral donné, les aires entre les données «constructeur» et les données estimées ont été calculées. Il s'avère que la différence entre l'aire «constructeur» et l'aire estimée est d'environ 2,5 % pour les chemins optiques 1, 2 et 3 et d'environ 6 % pour les chemins optiques 4 et 5. Néanmoins ce sont ces valeurs de σ_i et de $\bar{\lambda}_i$ qui sont utilisées par la suite pour l'étalonnage complet du pyromètre.

chemin optique	1	2	3	4	5
$\bar{\lambda}_i$ (nm)	481,35	531,87	680,22	851,39	940,00
σ_i (nm)	3,55	3,85	4,09	6,41	4,92
$H_{Mi} = h_{Mi}$	0,423	0,380	0,407	0,402	0,483
aires initiales (nm)	3,76	3,43	3,83	7,00	6,07
aires estimées (nm)	3,86	3,50	3,92	6,60	5,69
erreur (%)	2,74	2,19	2,42	5,72	6,30

Tableau 2-2 : récapitulatif des paramètres estimés par moindres-carrés concernant les différents chemins optiques du pyromètre multispectral (annexe 7.1).

La conception du pyromètre a été détaillée précédemment. Il lui a été défini une fonction de transfert propre. En situation de mesure, d'autres éléments viennent s'ajouter entre la surface du matériau étudié et le premier collimateur (indice (1) sur la Figure 2.13).

Dans le cas du dispositif hautes températures (voir chapitre 3), le matériau à caractériser est placé dans un creuset et l'atmosphère est contrôlée : vide, argon, hélium. La mesure du flux radiatif du matériau est possible grâce à une fenêtre saphir placée en face supérieure du dispositif qui laisse passer le rayonnement. De plus, une lentille à la sortie du premier collimateur focalise à 400 mm sur une surface circulaire de 5,5 mm de diamètre. Les propriétés optiques de ces deux éléments sont tracées sur la Figure 2.22 et la Figure 2.23. Ces données sont à considérer dans la nouvelle fonction de transfert.

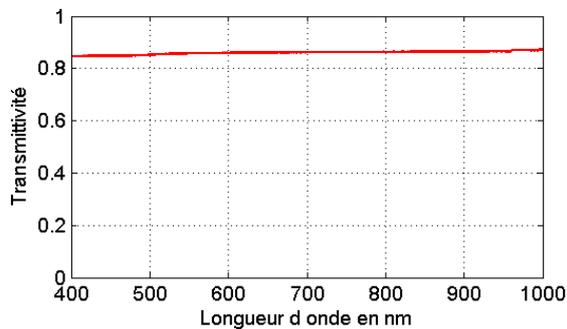


Figure 2.22 : transmittivité spectrale de la fenêtre saphir $\tau^s(\lambda)$.

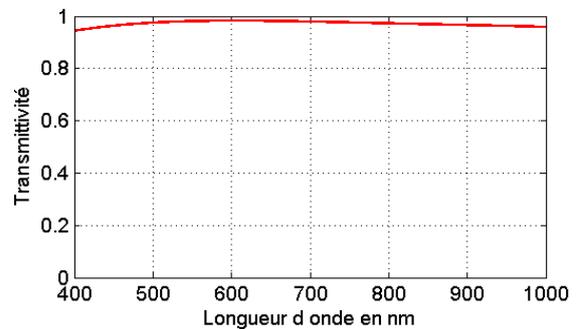


Figure 2.23 : transmittivité spectrale de la lentille de focalisation 400 mm $\tau^l(\lambda)$.

Tout considéré, l'expression du flux radiatif théorique mesuré par chaque thermopile est :

$$\phi_i^{th} = F_{12} s \int_0^{\infty} \varepsilon(\lambda) M^0(\lambda, T) g(\lambda) \tau^l(\lambda) \tau^s(\lambda) X h_i(\lambda) d\lambda \quad (2.36)$$

où s est la surface du matériau testé, $\varepsilon(\lambda)$ son émissivité, $M^0(\lambda, T)$ sa émittance donnée par la loi de Planck, F_{12} le facteur de forme entre la surface et la lentille de focalisation, $g(\lambda)$ la perturbation liée au gaz dans le dispositif, $\tau^s(\lambda)$ la transmittivité de la fenêtre saphir, $\tau^l(\lambda)$ la transmittivité de la lentille, X un facteur purement géométrique prenant en compte les pertes de flux non-quantifiables et $h_i(\lambda)$ la fonction de transfert du pyromètre définie par la relation (2.33). Le tout peut être considéré globalement par loi (2.37) par une fonction $H_{Mi}(\lambda)$, comme définie par la relation (2.34). Cette fonction est définie par étalonnage du pyromètre (voir chapitre 4).

$$\phi_i^{th} = F_{12} \delta \int_0^{\infty} \varepsilon(\lambda) M^0(\lambda, T) H_i(\lambda) d\lambda \cong F_{12} \delta \int_{\bar{\lambda}_i - 3\sigma_i}^{\bar{\lambda}_i + 3\sigma_i} \varepsilon(\lambda) M^0(\lambda, T) H_i(\lambda) d\lambda \quad (2.37)$$

Un exemple de flux mesurés lors d'une expérience de soudage MAG est présenté sur la Figure 2.24. Le diamètre de la surface visée est de 2 mm. Ces résultats ne sont ici pas analysés, mais montrent que les détecteurs ne sont pas saturés sachant que le constructeur annonce une étendue de mesure comprise entre 50 nW et 50 mW avec une résolution de 1 nW. Par ailleurs, les rapports des flux (Figure 2.25) confirment également les prévisions présentés dans le Tableau 2-1, à savoir, que les rapports des flux ξ_{12} et ξ_{45} sont trop faibles à très hautes températures.

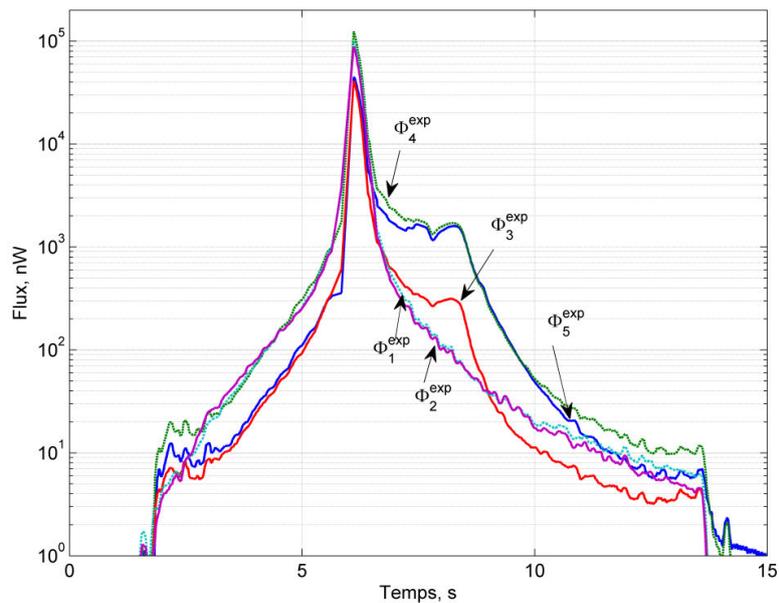


Figure 2.24 : exemple d'une mesure pyrométrique sur une opération de soudage.

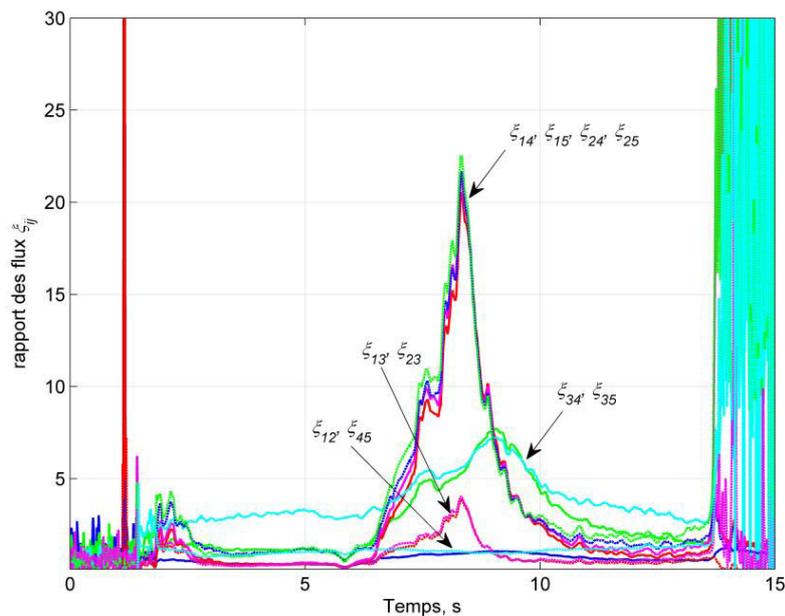


Figure 2.25 : rapport des flux sur une opération de soudage.

2.3. Incertitudes liées aux éléments du pyromètre

Même si l'étalonnage résout globalement les problèmes, parmi tous les paramètres considérés dans l'équation (2.36), quel est le poids des incertitudes de chaque paramètre et donc leur répercussion sur la valeur du flux enregistré par les photopiles ?

La lentille de focalisation a une distance focale de 400 mm (Figure 2.26) et un diamètre de la surface visée de 5,5 mm. Dans la configuration expérimentale avec le dispositif hautes températures, la fenêtre saphir, qui a une épaisseur de 5 mm, est mise à 100 mm de la lentille. Du point de vue de l'optique géométrique, sa présence décale la trajectoire du rayonnement. Ce décalage provoque une variation de la surface visée et du facteur de forme entre cette même surface et la lentille.

La loi de Snell-Descartes (2.38) décrit la déviation d'un rayon lumineux lorsqu'il passe d'un milieu d'indice de réfraction n_1 (ici d'abord l'air, puis le saphir) à un milieu d'indice de réfraction n_2 (ici le saphir puis l'air) :

$$n_1 \sin(i_1) = n_2 \sin(i_2) \quad (2.38)$$

La fenêtre saphir a une épaisseur de 5 mm, un indice de réfraction de 1,76 ; l'indice de l'air est de 1 (Jo and Noh, 1994). L'angle maximal que fait un faisceau lumineux correspondant à une lentille convergente de 25 mm de diamètre avec une focale à 400 mm et une tache focale de 5,5 mm de diamètre est : $i_1 = 1,4^\circ$ (Figure 2.27). Le faisceau d'angle i_1 traversant la fenêtre saphir a un angle $i_2 = 0,8^\circ$ (relation (2.38)). Le décalage sur 5 mm du faisceau est donc $\tan(1,4) \times 5 - \tan(0,8) \times 5 = 0,05$ mm et donc négligeable devant l'erreur de mesure du diamètre de la tache focale ($\pm 0,1$ mm).

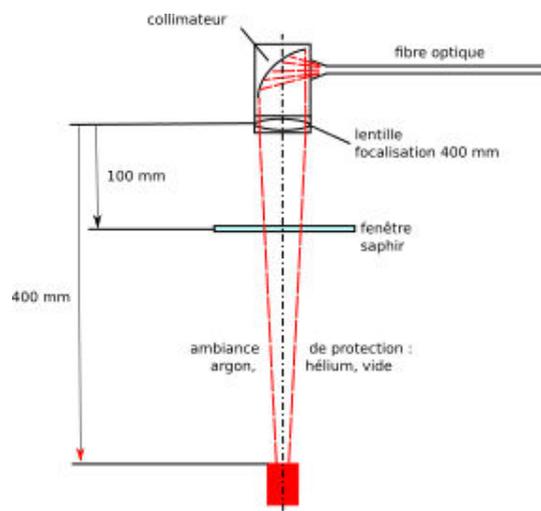


Figure 2.26 : partie du pyromètre équipée de la lentille de focalisation et de la fenêtre de saphir.

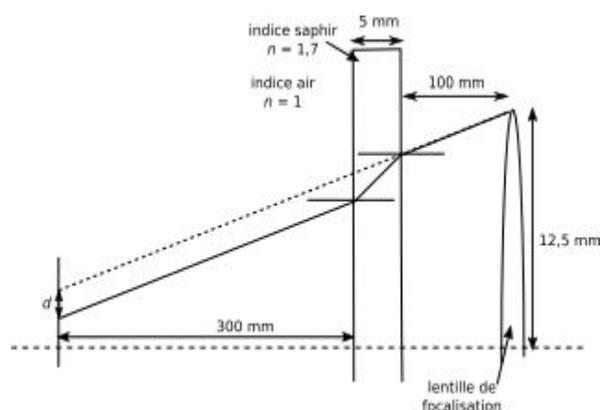


Figure 2.27 : déviation d'un rayon lumineux lors d'un changement de milieu (échelle non-respectée).

Dans cette étude, le facteur de forme est celui pour deux disques parallèles de rayons R_1 et R_2 , représentant respectivement le rayon de la surface émettrice et celui de la surface réceptrice. Le facteur de forme est donné par la relation :

$$F_{12} = \frac{1}{2X'^2} (1 + X^2 + X'^2)^2 - \sqrt{(1 + X^2 + X'^2) - 4X^2X'^2} \quad (2.39)$$

où $X = R_1/d$ et $X' = R_2/d$ avec d la distance entre les deux disques (Siegel, 2002).

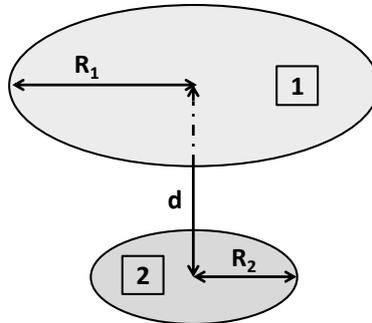


Figure 2.28 : facteur de forme entre deux disques parallèles de rayons différents.

Pour un facteur de forme calculé avec $h = 400 \text{ mm}$, $R_1 = 2,5 \text{ mm}$ et $R_2 = 11 \text{ mm}$, la Figure 2.29 présente la répercussion sur le facteur de forme de chaque paramètre. Il apparaît dans cette configuration que la précision sur les mesures de d et de la zone visée peut entraîner une erreur importante sur l'estimation du facteur de forme.

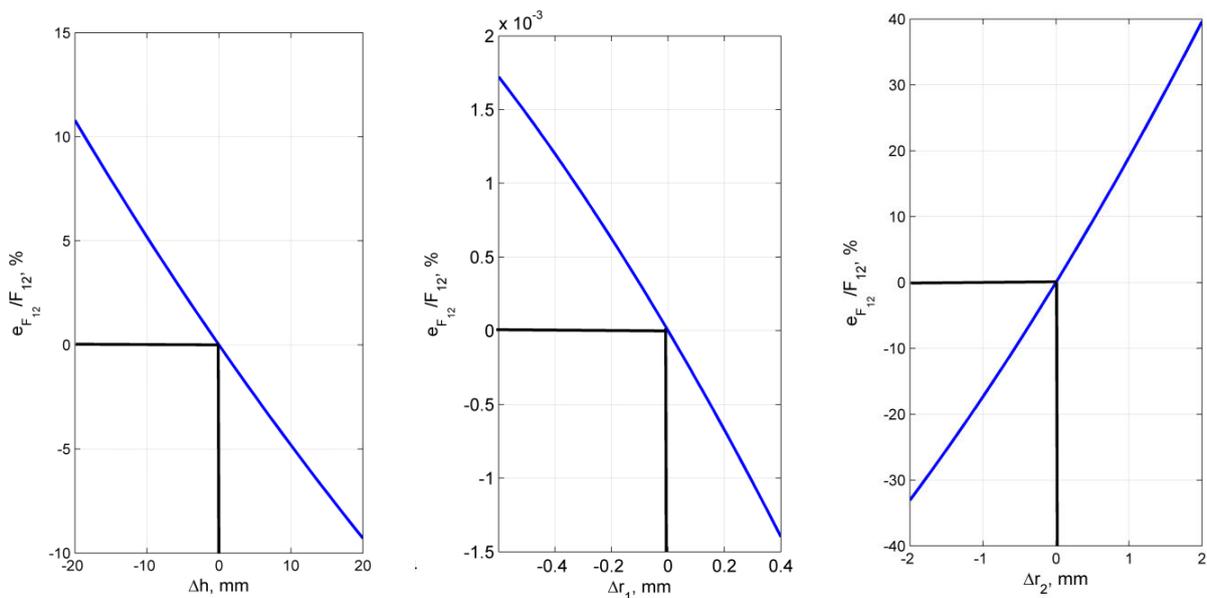


Figure 2.29 : erreur sur les paramètres du facteur de forme.

Sous sa forme complète, l'expression théorique du flux mesuré par les thermopiles (2.36) considère l'influence des gaz de protection. En soudage, il est commun d'utiliser des gaz tels que l'argon ou l'hélium pour stabiliser le procédé, pour améliorer la qualité des joints soudés mais aussi pour protéger le cordon de soudure contre l'oxydation (Sibillano *et al.*, 2006) ; de nombreux travaux expérimentaux et numériques ont été menés en ce sens (Campana *et al.*, 2009; Durgutlu, 2004 ; Gülenç *et al.*, 2005 ; Murphy *et al.*, 2009 ; Sibillano *et al.*, 2006 ; Tušek and Suban, 2000). Cependant, l'argon et l'hélium sont deux gaz monoatomiques rares et donc inertes. Et à notre connaissance, la physique d'absorption, d'émission et de diffusion dans les gaz concerne

essentiellement des gaz bi-, tri-atomiques ou formés d'autres molécules ($H_2O, O_3, SO_2, NO_2, H_2S, H_2O_2$) (Modest, 2003). Par conséquent, l'influence de l'argon et de l'hélium en tant qu'atmosphères participatives semble très limitée.

Néanmoins, l'ouvrage (Lide, 2004) présente les raies d'absorption-émission de l'argon et de l'hélium (Figure 2.30) en fonction de la longueur d'onde ; l'unité en ordonnée est arbitraire (u.a.) rendant difficile toute interprétation. Il s'avère tout de même que certaines raies remarquables sont localisées aux mêmes longueurs d'onde que les filtres monochromatiques du pyromètre.

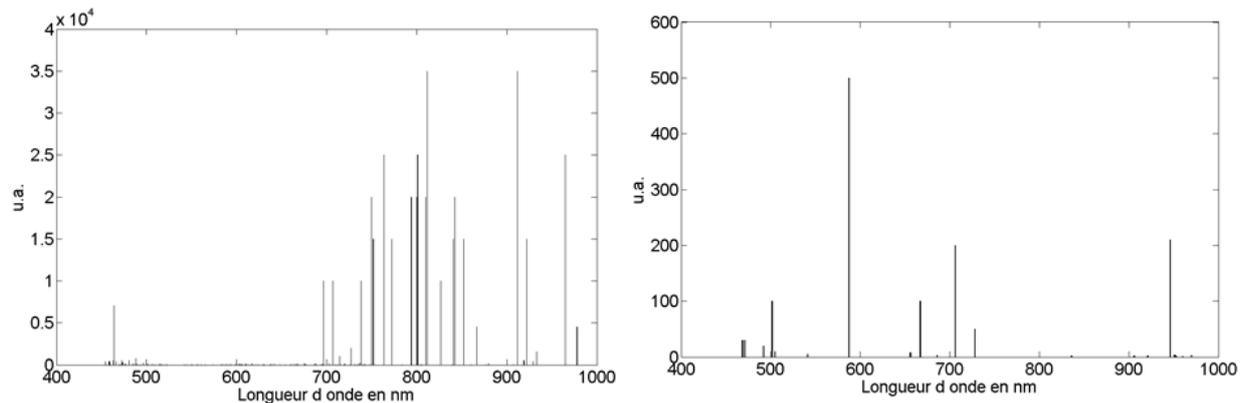


Figure 2.30 : raies d'émission et d'absorption spectrales de l'argon (à gauche) et de l'hélium (à droite).

Afin d'apprécier l'influence de l'atmosphère lors d'une mesure par pyrométrie, une étude a été réalisée à l'aide d'une machine Gleeble 3500[®]. En effet, au moment de cette étude, le dispositif à hautes températures n'était pas opérationnel. La machine d'essai Gleeble 3500[®] de traction/compression permet de chauffer des échantillons par effet Joule et de contrôler l'atmosphère. La Gleeble 3500[®] est capable de compenser les forces de compression liées à la dilatation de manière à garder une contrainte mécanique nulle.

Des éprouvettes de graphite R4550, de dimensions 150 mm × 25 mm × 1 mm, sont placées entre deux mors en cuivre refroidis par circulation d'eau (Figure 2.31 et Figure 2.32). Trois atmosphères sont testées : l'argon, l'hélium et le vide. Pour les besoins de l'étude, quatre thermocouples de type K sont soudés sur la surface supérieure de chaque éprouvette : le thermocouple Tc1 est placé au centre, il est utilisé pour la régulation thermique. Les thermocouples Tc2 et Tc3 sont placés de part et d'autre à 10 mm de Tc1. Le thermocouple Tc4 est placé à 30 mm de Tc1. Ces derniers sont utilisés pour contrôler l'homogénéité de la température. Comme le montre la Figure 2.32, ces thermocouples sont soudés verticalement ; cette position a compliqué les mesures à très hautes températures (dans leur limite). Les éprouvettes n'ont pu être chauffées au-delà de 900 °C (Tc1) sans rencontrer de problèmes et, par conséquent, seuls les flux radiatifs des voies 4 et 5, c'est-à-dire pour les filtres monochromatiques à 850 nm et 940 nm, sont exploitables (ces premiers constats ont permis de se faire une idée de la température minimale de fonctionnement du pyromètre). Enfin l'émissivité du graphite R4550 est supposée connue et constante $\varepsilon_{\lambda}' = \varepsilon = 0,93$ (Touloukian and DeWitt, 1970).

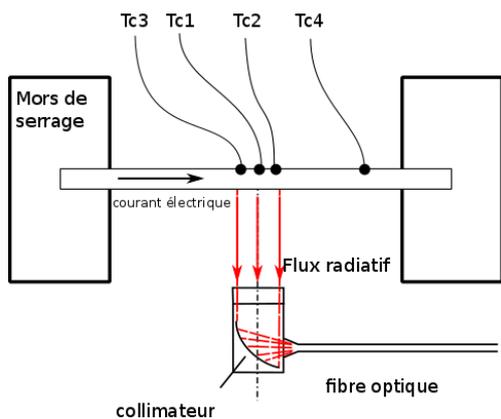


Figure 2.31 : schéma de l'expérience sur machine Gleeble®.

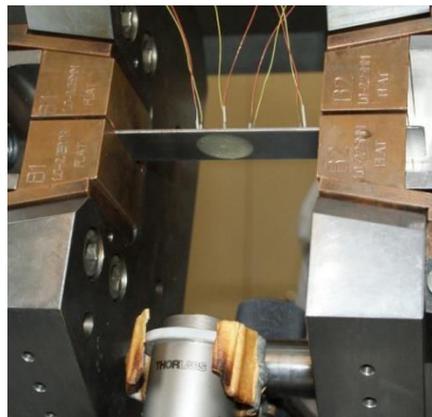


Figure 2.32 : photo de l'expérience sur machine Gleeble®.

La Figure 2.33 présente un exemple des évolutions des températures sur l'éprouvette *via* les quatre thermocouples. Il apparaît que les trois thermocouples Tc1, Tc2 et Tc3 présentent une variation de température de 0,6 % entre le centre de l'éprouvette (Tc1) et à 10 mm de part (Tc2) et d'autre (Tc3). La zone visée par le pyromètre (22 mm de diamètre) est ainsi considérée comme homogène en température. La Figure 2.34 est une illustration du protocole expérimental : pour les mesures sous argon et hélium, les éprouvettes sont chauffées seulement quand la chambre est tirée au vide (vide primaire), puis elle est remplie avec le gaz neutre. Pour les mesures sous vide secondaire, les éprouvettes sont chauffées seulement quand le vide secondaire est atteint. En parallèle sont tracés les flux radiatifs reçus par les photopiles 4 et 5. La Figure 2.35 est un agrandissement de la zone spectrale considérée, elle montre que l'argon possède quelques lignes spectrales autour de 850 nm et l'hélium autour de 940 nm.

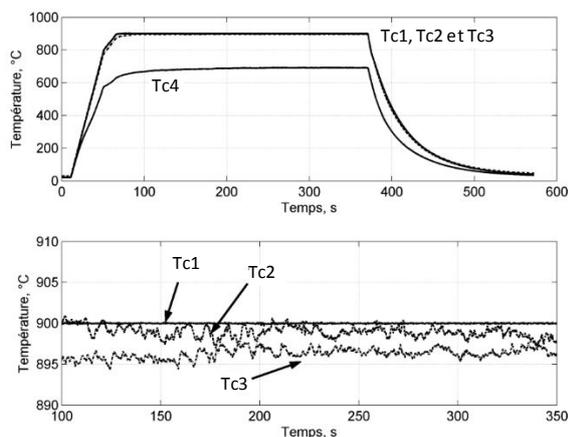


Figure 2.33 : températures données par les thermocouples.

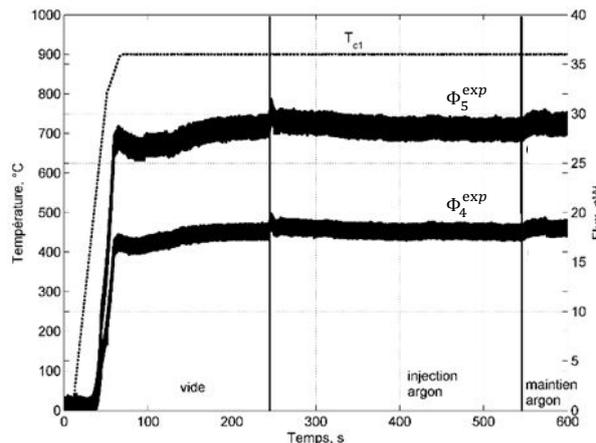


Figure 2.34 : température donnée par Tc1 et flux ϕ_4^{exp} et ϕ_5^{exp} .

Les flux radiatifs sont présentés dans le Tableau 2-3. Ils ont été estimés à partir de la moyenne et de l'écart-type des signaux mesurés sur plusieurs minutes. En première observation, le tableau montre un signal plus fort sous argon et plus faible sous hélium que sous vide pour les deux longueurs d'onde. Le ratio des signaux de l'essai sous vide a pour valeur 1,51. Le ratio des signaux de l'essai sous argon a pour valeur 1,49, ce qui correspond à une baisse de 1,3 %. Le ratio des signaux de

l'essai sous hélium a pour valeur 1,53, ce qui correspond à une augmentation de 1,3 %. Dans les intervalles de confiance estimés, le rapport $\Phi_5^{exp} / \Phi_4^{exp}$ reste le même quelle que soit l'atmosphère. Si les gaz avaient eu une influence, cela se serait observé sur ce même rapport car dans chacun des cas, une seule des longueurs d'onde aurait été impactée. L'influence du gaz sur les flux semble donc négligeable à ces températures et pour cette distance entre la surface visée et le collimateur. Cependant, il reste tout de même des interrogations sur le niveau de flux plus faible pour l'hélium. Une hypothèse est posée sur la variation de l'échange de chaleur sur la surface du matériau en présence ou non de gaz.

	Φ_4^{exp} (nW)	Φ_5^{exp} (nW)	$\Phi_5^{exp} / \Phi_4^{exp}$
vide	$20,3 \pm 0,1$	$30,7 \pm 0,1$	$1,51 \pm 0,2$
argon	$22,4 \pm 0,1$	$33,4 \pm 0,1$	$1,49 \pm 0,2$
hélium	$16,0 \pm 0,1$	$24,5 \pm 0,1$	$1,53 \pm 0,2$

Tableau 2-3: résultats des flux radiatifs mesurés sous les trois atmosphères différentes.

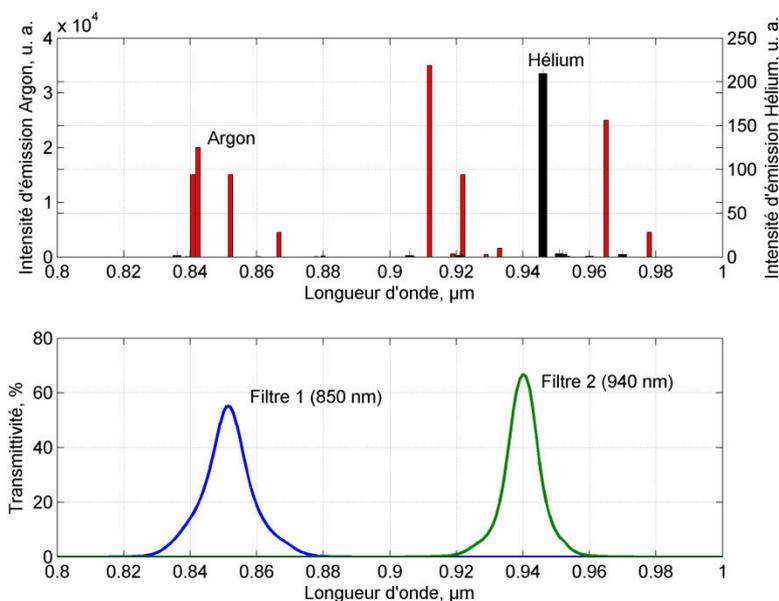


Figure 2.35 : comparaison des raies d'émission des gaz avec les longueurs d'onde du pyromètre.

2.4. Conclusion

Ce chapitre a été consacré au développement du pyromètre multispectral. Les choix technologiques ont été présentés et motivés par des considérations théoriques. Les écarts entre les différentes longueurs d'onde choisies sont justifiés pour des températures comprises entre 1 000 °C et 3 000 °C. De plus, l'influence de chaque élément de la chaîne pyrométrique a été prise en compte. Une étude sur l'influence de l'atmosphère environnante a montré que cette dernière est négligeable pour une utilisation sur un dispositif à hautes températures ou sur une opération de soudage (faible distance par rapport à la zone de visée). Étant donné le fait que les données optiques du pyromètre

ne sont que théoriques (données du «constructeur»), l'étape suivante concernant le pyromètre est donc l'étalonnage de ces données.

3 Dispositif à hautes températures

Sommaire

3 Dispositif à hautes températures	59
3.1. Objectif	60
3.2. Précautions à prendre lors du dimensionnement du dispositif hautes températures	61
3.2.1. Les réactions chimiques.....	61
3.2.2. Le contrôle de l'énergie	63
3.2.3. Les mesures de température.....	65
3.3. Présentation du dispositif.....	65
3.4. Procédure de mise en température	68
3.5. Simulation numérique	69
3.5.1. Introduction	69
3.5.2. La géométrie	70
3.5.3. Formulation mathématique du modèle magnéto-thermique	72
3.5.4. Modélisation du courant dans les spires de l'inducteur	76
3.5.5. Étude de convergence spatiale.....	77
3.5.6. Couplage entre les problèmes thermiques et électromagnétiques.....	81
3.5.7. Analyse des résultats numériques et confrontation avec les expériences	82
3.6. Les premiers essais : retour d'expériences.....	89
3.6.1. Problèmes d'étanchéité.....	89
3.6.2. Problèmes d'arc électrique.....	90
3.6.3. Problèmes d'alignement.....	91
3.7. Conclusion.....	92

La caractérisation de propriétés thermophysiques à hautes températures nécessite un moyen de chauffer et de maintenir en température l'échantillon le temps des mesures. Bien que le laboratoire dispose de plusieurs fours, au début de ces travaux, aucun d'eux n'avait la capacité de chauffer un échantillon au-delà de 1 500 °C. Il a donc été nécessaire, dans le cadre du développement de la caractérisation à hautes températures, de travailler sur un dispositif pouvant atteindre 2 500 °C.

Ce chapitre traite du développement de ce dispositif. Afin de mieux comprendre les choix technologiques effectués, nous présentons les différentes réflexions sur le sujet dans un ordre chronologique, avec d'abord la définition des objectifs de ce dispositif, puis des points de vigilance à prendre en compte lors de sa création. Suite à ces remarques préliminaires, nous présentons le modèle numérique magnéto-thermique qui servira à confirmer les choix technologiques et le dimensionnement des différentes pièces constituant le dispositif de chauffe. Nous aborderons ensuite, les premiers retours d'expérience ainsi que la validation du modèle. Enfin, ce chapitre se conclut sur les évolutions technologiques mises en place.

3.1. Objectif

L'objectif à l'origine du dispositif à hautes températures est de fournir un environnement permettant d'effectuer des mesures sur des aciers à l'état liquide. Le fer étant le principal composant des aciers, l'objectif de température maximale d'utilisation du dispositif à hautes températures est la température de vaporisation de ce dernier, c'est-à-dire 2 861 °C. Ce niveau de température a été atteint par le passé en régime transitoire (Boivineau *et al.*, 1993a) ou par chauffage électromagnétique en lévitation (Kobatake *et al.*, 2012). Cependant, à l'exception des cellules de points fixes (voir annexe 3), les recherches bibliographiques effectuées dans le cadre de ces travaux n'ont pas permis de trouver un dispositif à hautes températures permettant d'effectuer des mesures de propriétés thermophysiques d'acier à l'état liquide en état stationnaire et sans perturbation externe supplémentaire telle qu'un champ magnétique important à l'intérieur de l'échantillon. L'objectif de ces travaux est donc la création d'un dispositif capable d'élever un échantillon métallique à des températures de l'ordre de 2 500 °C (inférieure à la température d'évaporation du fer) dans un état stationnaire et sans autre type de perturbation (magnétique ou autre).

Cet objectif nécessite une puissance de chauffage importante. La source de chauffage retenue dans le cadre de cette étude est un dispositif de chauffage par induction de 25 kW initialement présent au sein du laboratoire.

Le choix d'un chauffage par induction alors que l'un des objectifs est l'absence de champ magnétique au niveau de l'échantillon semble *a priori* contradictoire. Néanmoins, le champ magnétique généré par cette source ne doit pas venir perturber l'instrumentation proche de l'échantillon. Une solution pour assurer cette condition est de placer l'échantillon à l'intérieur d'un élément massif chauffant absorbant la totalité du champ magnétique généré par l'induction.

En conséquence, le matériau composant le corps de chauffe doit être compatible avec un mode de chauffage inductif et garder son état solide aux températures impliquées. Le carbone répond à ces deux critères. De plus, un porte-échantillon en nitrure de bore est placé à l'intérieur du corps de chauffe. Le nitrure de bore possède deux avantages que le carbone n'a pas. Premièrement, il n'y a pas de risque de contamination de l'échantillon par diffusion contrairement au carbone dans l'acier.

Deuxièmement, le nitrure de bore est utilisé dans les fonderies pour ses propriétés de surface (Rudolph, 1993).

Deux couches d'isolant, thermique et électrique, séparent les spires de l'inducteur de la paroi du creuset. Le tout est placé dans une enceinte refroidie par circulation d'eau et dans laquelle l'atmosphère est contrôlée.

Ce chapitre détaille les réalisations techniques (dimensionnement, matériaux, instrumentation). Il comporte également une partie réservée à la simulation numérique du dispositif (équations de conservation, conditions aux limites, choix du maillage) et une confrontation du modèle numérique avec les résultats expérimentaux (mesures de température).

3.2. Précautions à prendre lors du dimensionnement du dispositif hautes températures

La première étape vers la caractérisation de métaux à hautes températures est la maîtrise du dispositif développé. À l'échelle du matériau étudié, il existe trois verrous :

- les réactions chimiques de l'échantillon avec l'environnement ;
- le contrôle de l'apport d'énergie ;
- les mesures.

3.2.1. Les réactions chimiques

Le chauffage de matériaux à hautes températures favorise et accentue les réactions chimiques. Il est donc important d'être vigilant avec chacun des composants du dispositif à hautes températures pour ce qu'ils ne réagissent pas entre eux, ou que leur réaction ne soit pas dommageable pour l'échantillon.

Le dispositif à hautes températures est composé de plusieurs éléments susceptibles de réagir chimiquement :

- le gaz de l'enceinte ;
- les éléments de constitution du four ;
- l'échantillon.

De façon complémentaire, l'instrumentation en thermocouples de la zone de chauffage peut engendrer des réactions entre ces capteurs et l'environnement.

3.2.1.1. Le gaz de l'enceinte

Le gaz de l'enceinte étant en contact avec tous les éléments du dispositif, il est essentiel que le gaz soit complètement inerte. Pour des raisons de coût et de disponibilité, le gaz inerte choisi est l'argon.

Le fait de mettre un gaz de protection implique également qu'il faut une enceinte de confinement pour ce gaz. Cette enceinte doit être aussi mise sous vide avant le chargement en gaz.

3.2.1.2. Les éléments de constitution du four

Les éléments de constitution du four sont les éléments les plus contraignants. Ils doivent correspondre à différents critères selon leur fonction sans pour autant réagir chimiquement entre eux. Ainsi, il est nécessaire de trouver un élément compatible (ou couplant) pour le chauffage par induction, un élément isolant non-couplant avec l'induction à placer entre l'élément chauffant et l'inducteur, un élément bon conducteur thermique de manière à avoir une température homogène autour de l'échantillon.

L'élément compatible avec le chauffage par induction doit être capable d'être porté à des températures supérieures à 2 500 °C. Cela ne laisse que très peu de possibilité, à savoir, le carbone et le tungstène. Ici, le carbone a été choisi pour sa faible dilatation thermique et pour le maintien de ses propriétés mécaniques en fonction de la température, de plus, c'est également le choix le plus économique.

L'isolant autour de l'élément de chauffage doit également être capable de maintenir son intégrité à 2 500 °C et être inerte chimiquement au carbone chauffé à cette température. Pour cela, les procédés de mise en forme du carbone permettent de créer un feutre isolant en graphite répondant aux critères cités précédemment. Cependant, ce choix technologique entraîne deux inconvénients : le feutre isolant graphite est compatible avec l'induction à des fréquences supérieures à 80 kHz et n'est pas rigide. Le fait que le feutre ne soit pas rigide peut être considéré comme un avantage ou un inconvénient selon son degré de rigidité. En effet, la rigidité du feutre influe sur la précision de montage de l'assemblage et permet ainsi un jeu qui facilite l'assemblage mais réduit la reproductibilité du positionnement.

3.2.1.3. L'échantillon

Le cadre de ces études étant l'amélioration des simulations de soudage, il est indispensable que le dispositif puisse accueillir un acier pour les mesures. Selon la nuance d'acier, de nombreux éléments chimiques peuvent être présents dans l'échantillon. Le nitrure de bore peut être utilisé jusqu'à 3 000 °C sous atmosphère contrôlée. Il est utilisé dans l'industrie et possède la particularité de ne pas être mouillé par la plupart des métaux fondus (fiche technique de Final Materials (Final materials, 2016)) :

« Dans des atmosphères inertes et réductrices, le nitrure de bore résiste à des températures supérieures à 2 000 °C. De plus, il n'est pas mouillé par la plupart des métaux fondus et des scories et peut donc être utilisé comme récipient pour la plupart des métaux fondus, notamment l'aluminium, la cryolithe, le sodium, le fer, l'acier, le silicium, le bore, le germanium d'étain et le cuivre. »

3.2.1.4. Les thermocouples

Le suivi en température du dispositif autorise partiellement l'utilisation de thermocouples. De plus, la zone et le niveau atteint en température induisent des choix particuliers en type de thermocouples ($T < 1\,200$ °C, type K ; $T < 2\,300$ °C, type C). En complément, soulignons que la caractérisation se faisant à hautes températures, la mesure thermique passera par l'utilisation de

pyromètre. Ainsi, l'objectif de la mesure thermique par thermocouple n'est que de travailler sur la validation du modèle numérique lors des phases de montée en température.

De plus, le fort champ magnétique présent à proximité de l'inducteur vient perturber les thermocouples qui nécessitent donc une gaine de blindage magnétique. Cette gaine doit non seulement protéger le thermocouple du champ magnétique, mais également le protéger des réactions chimiques.

Le choix de ces gaines est limité par leur interaction avec l'environnement à hautes températures. Les fournisseurs de thermocouples proposent des gaines de protection en tantale ou en molybdène, qui permettent d'effectuer des mesures jusqu'à 2 200 °C contrairement aux gaines « classiques » d'alumine qui ne permettent pas de dépasser 1 650 °C. Cependant, la réaction du tantale avec le carbone au-delà de 1 100°C et la forte capacité d'induction du molybdène soustraient ces possibilités dans notre cas de figure. Les réactions chimiques à hautes températures obligent donc le choix de l'alumine comme gaine protectrice pour les thermocouples. Cela implique que les mesures par thermocouples ne pourront pas dépasser 1 650 °C et donc que le modèle numérique ne pourra pas être validé expérimentalement au-delà de cette température à partir des thermocouples. De plus, la présence de champ magnétique perturbant la mesure par thermocouple, il est donc nécessaire qu'en plus d'une gaine d'alumine pour protéger des réactions chimiques, une gaine supplémentaire soit présente pour protéger des champs magnétiques.

3.2.2. Le contrôle de l'énergie

3.2.2.1. Le courant généré par l'inducteur

Le laboratoire a mis à disposition une source de chauffage par induction de 25 kW fonctionnant avec une fréquence de 105 kHz. L'induction est un moyen de chauffage rapide, qui consiste à placer le matériau à chauffer dans un champ magnétique variable. Les courants induits dans le matériau, appelés courants de Foucault, génèrent une source de chaleur responsable de son échauffement (effet Joule). Ce mode de chauffage n'est donc compatible qu'avec les matériaux conducteurs de l'électricité, c'est-à-dire avec une résistivité électrique comprise entre $10^{-8} \Omega.m$ (cuivre) et $10^{-1} \Omega.m$ (verres fondus). De plus, la fréquence du champ électromagnétique contrôle la profondeur de pénétration des courants de Foucault et par conséquent, l'épaisseur chauffée. En effet, le champ magnétique alternatif qui pénètre dans le matériau décroît rapidement pour disparaître et avec lui les courants induits. Dans le cas d'un cylindre de rayon infini, la densité de courant dans la pièce décroît exponentiellement. La profondeur de pénétration e_0 est définie par le point où la densité de courant est égale à 37 % de sa valeur maximale. Pour ce cas simple, elle se calcule, de manière approximative, selon la relation :

$$e_0 = \sqrt{\frac{1}{\pi f \mu_0 \mu_r \sigma_{elec}}} \quad (3.1)$$

avec e_0 l'épaisseur de peau en m , μ_0 la perméabilité magnétique du vide, μ_r la perméabilité magnétique relative, σ_{elec} la conductivité électrique en $S.m^{-1}$ et f la fréquence du courant imposé dans l'inducteur en Hz . Ainsi, pour un élément cylindrique en carbone ($\mu_r = 1$, σ_{elec} à 20 °C = 78 125 $S.m^{-1}$) et pour $f = 105 kHz$, l'épaisseur de peau ainsi obtenue est

de 7,1 mm. Cependant, la forte conductivité thermique du carbone ($108 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ à 20 °C) permet d'obtenir une pièce massive de température uniforme comme cela sera vu avec les simulations numériques. À noter que ce modèle permet de résoudre plus rigoureusement la répartition des courants et l'énergie dissipée dans les différents matériaux à l'aide des équations de Maxwell. La thermo-dépendance dépendance de σ_{elec} et de μ_r pourra également être prise en compte.

L'objectif de ce dispositif est d'accumuler un maximum d'énergie dans la zone désirée de manière homogène tout en limitant les pertes qui restent importantes à hautes températures. Cela se traduit par un matériau possédant une forte diffusivité thermique entouré d'un isolant.

L'un des objectifs supplémentaires est de réaliser un dispositif dans lequel l'échantillon ne subit pas ou peu les effets de l'induction magnétique : le champ magnétique résiduel doit donc être négligeable autour de l'échantillon (partie centrale du dispositif). Cela se traduit par une épaisseur (un diamètre) de l'élément chauffé suffisamment importante pour que la quasi-totalité du champ magnétique soit absorbée en périphérie de ce dernier.

En termes de phénomènes et donc de leur modélisation, le premier point à maîtriser est la connaissance du courant traversant l'inducteur. Cette valeur peut être déduite d'une mesure de tension prise aux bornes de l'inducteur. De plus, au niveau du réglage de la puissance, celle-ci est réglée soit *via* un régulateur dont la consigne peut venir d'un thermocouple, soit manuellement *via* une molette graduée de 0 à 100 %. Lors des premiers essais, les observations ont permis de constater que la tension réagit de manière linéaire par rapport au réglage de la puissance. Cette proportionnalité entre la puissance et la tension permet ainsi d'effectuer une mesure à 20 % de la puissance afin de calculer une tension à 20 % et en déduire la tension supposée à 100 %. La tension crête a été mesurée à l'aide d'un oscilloscope branché en parallèle aux bornes de la spire en condition de chauffage.

La tension crête mesurée est $(170 \pm 5) \text{ V}$. L'inducteur a été dimensionné et est composé de $N = 3$ spires rectangulaires creuses de section $S = (1,28 \pm 0,38) \times 10^{-4} \text{ m}^2$. La longueur de la bobine est de $l = (0,100 \pm 0,002) \text{ m}$. La précision de la molette contrôlant la puissance à 20 % est estimée à $\pm 1 \%$. La fréquence mesurée est $(103 \pm 2) \text{ kHz}$.

$$L_{ind_{bobine}} = \frac{\mu_0 N^2 S}{l} \quad (3.2)$$

L'application numérique de l'équation (3.2) donne $L_{ind_{bobine}} = 1,36 \times 10^{-8} \pm 0,07 \text{ H}$. En négligeant la résistance de la bobine par rapport à son inductance ($R_{bobine} = 2 \times 10^{-8} \ll L\omega = 1,36 \times 10^{-8} \times 2\pi \times 103\,000$), il est possible de remonter au courant à l'aide de l'équation (3.3) :

$$I = \frac{U}{L_{ind}\omega} \quad (3.3)$$

Le courant traversant l'inducteur est donc $I_{20\%} = (19,4 \pm 2) \text{ kA}$. La valeur maximale du courant traversé est donc $I_{100\%} = (97 \pm 10) \text{ kA}$.

La valeur maximale de courant utilisée dans la simulation du chauffage du dispositif est donc de 100 kA.

3.2.2.2. Le champ magnétique dans la zone de l'échantillon

Pour un courant de 100 kA, à une distance de 10 cm au sein du carbone, entre la zone périphérique induite et la zone centrale où se situe l'échantillon, le modèle numérique, présenté ultérieurement, prédit un champ magnétique résiduel inférieur à 5 μT (champ magnétique terrestre 47 μT).

Bien que cette épaisseur soit nécessaire pour limiter le champ magnétique résiduel au niveau de l'échantillon, elle est également un frein à la température maximale atteignable à cause de la quantité de matière à chauffer. Cela entraîne également une inertie thermique plus importante.

3.2.3. Les mesures de température

Les méthodes de mesure avec contact sont particulièrement compliquées au-delà de 1 500 °C, ce qui incite à se tourner vers les techniques de mesures non-intrusives (voir partie 1.2). La plupart de ces techniques requiert un accès optique à l'échantillon. Cet accès doit être suffisamment grand pour obtenir un niveau de rayonnement suffisant et suffisamment petit pour ne pas dissiper trop d'énergie par rayonnement.

3.3. Présentation du dispositif

Suite à ces réflexions, le projet de dispositif à hautes températures a vu le jour. Ce dispositif a, par la suite, été amené à évoluer aux regards des retours d'expérience en lien avec les premiers essais. Ainsi, ce paragraphe présente le dispositif avant les premiers essais de manière à pouvoir mieux présenter ceux-ci et les conclusions qui en ont été tirées. De plus, c'est également sur ce dispositif que se sont basées les premières simulations numériques permettant ainsi de prévoir l'emplacement des thermocouples et d'établir les premières confrontations avec les résultats expérimentaux.

Le dispositif (Figures 3.1 et 3.4) est composé d'une enceinte étanche, de 12 mm d'épaisseur, en aluminium limitant les couplages électromagnétiques (Figure 3.2) et assurant la protection gazeuse des éléments à chauffer. Quatre trappes de visite sont réalisées afin de pouvoir introduire les différents éléments et y intervenir. À l'intérieur de cette enceinte, une superposition de plusieurs éléments permet, d'une part, de positionner un bloc de graphite R4550 chauffé par induction et d'autre part, de centrer et d'isoler cette partie centrale qui doit atteindre la haute température. La Figure 3.3 présente cette tour avec ses éléments (cœur du dispositif en R4550, isolant en GFA10, support en stumatite...).

L'élément chauffé, en R4550 (Figure 3.4 et Figure 3.5), est entouré d'un isolant souple GFA10 (en graphite également). L'espace entre l'isolant souple et l'inducteur est comblé par un isolant électrique en alumine d'épaisseur moyenne 4 mm (Figure 3.1). Une chambre pour l'échantillon est creusée à l'intérieur du R4550. Un support en graphite R4550 est placé à l'intérieur de cette chambre et sert de centrage par rapport à la cheminée au-dessus de lui. Cette cheminée ainsi que sa jumelle

sont prévues pour la mesure pyrométrique (respectivement pour l'échantillon et pour une référence corps noir). Les cheminées sont également en R4550. Un emplacement est prévu au-dessous du porte-échantillon pour une mesure par thermocouple (Figure 3.4).

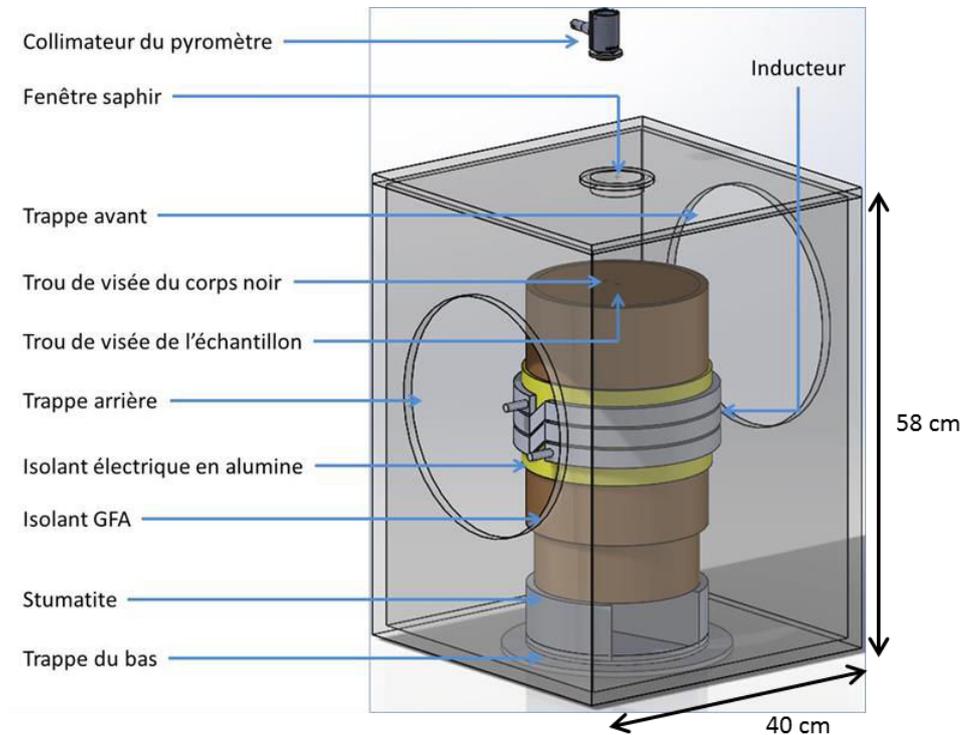


Figure 3.1 : description générale des composants du dispositif à hautes températures.



Figure 3.2 : enceinte en aluminium.

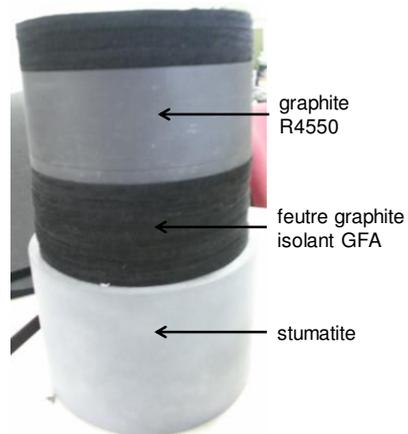


Figure 3.3 : assemblage de la tour.

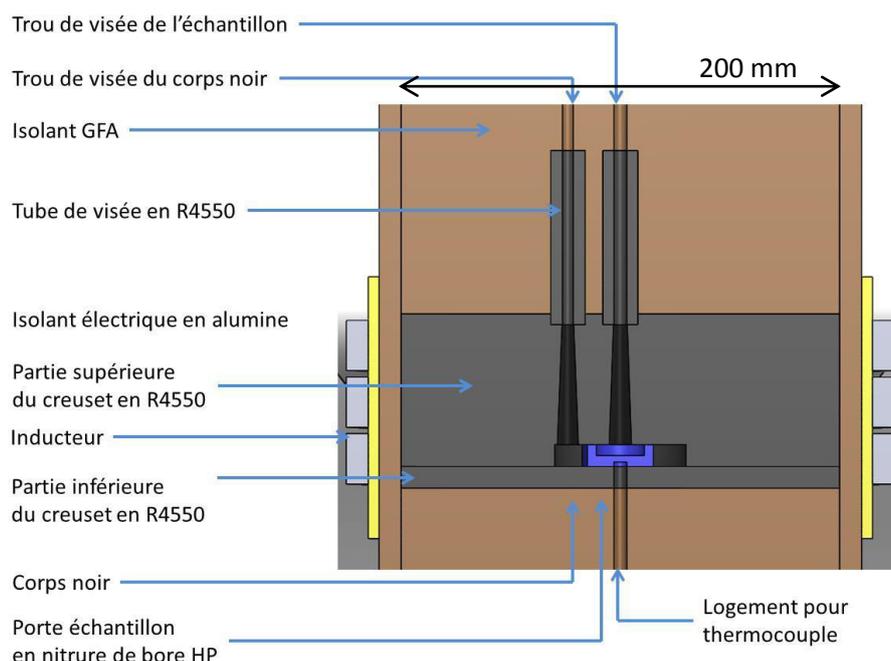


Figure 3.4 : vue en coupe de l'intérieur de la tour de chauffage.

L'échantillon est placé dans le porte échantillon en nitrure de bore HP (a) de la Figure 3.5) est placé à l'intérieur du porte échantillon (b) de la Figure 3.5) qui lui-même est placé dans le corps de chauffe (c) de la Figure 3.5)). Cet assemblage permet un placement de l'échantillon centré sur le tunnel de visé (assemblage corps de chauffe – porte-échantillon) tout en limitant l'utilisation du nitrure de bore qui peut alors être changé en cas de réactions chimiques (assemblage porte échantillon-creuset).



Figure 3.5 : vues d'un creuset en nitrure de bore (a), de son support (b) et de la partie centrale chauffée (c).

Sur l'enceinte extérieure, en plus des quatre trappes, sont prévus, d'une part, des passages sur la trappe inférieure pour des thermocouples : deux pour des thermocouples de type K et deux pour des thermocouples de type C ; d'autre part, une ouverture dans la partie supérieure qui permet d'inclure une fenêtre saphir permettant la visée pyrométrique (Figure 3.6).

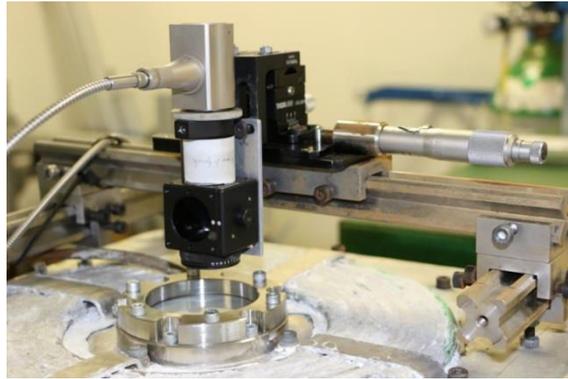


Figure 3.6 : visée pyrométrique et fenêtre saphir.

3.4. Procédure de mise en température

Le chauffage à hautes températures implique une atmosphère neutre (voir paragraphe 3.2.1). C'est pourquoi l'enceinte est raccordée à un système de pompe à vide couplé à une bouteille d'argon (Figure 3.7).



Figure 3.7 :raccords pompe à vide et bouteille d'argon.

Le feutre d'isolation GFA emprisonne de l'air de par sa nature de feutre. Cet air contenu dans le feutre s'échappe difficilement lors de la mise au vide de l'enceinte. Lors de la montée en température, la dilatation thermique des pores du feutre isolant GFA entraîne une relaxation partielle de l'oxygène résiduel conservé. Cette relaxation peut entraîner une oxydation des matériaux et causer ainsi des dommages irréversibles. Pour éviter ce genre de désagrément, une procédure de mise en température a été établie (voir Tableau 3-1)

N° d'étape	Étapes à suivre
1	Mise en route de la pompe à vide et ouverture de la vanne de la pompe.
2	Mise en route du four à induction à une puissance de 20%.
3	Ouverture de la vanne d'argon 1 h après la mise en route du four à induction.
4	Fermeture de la vanne de la pompe à vide.
5	Ouverture de la vanne de pompe à vide à une pression comprise entre 800 et 900 mbar.
6	Fermeture de la vanne d'argon.
7	Ouverture de la vanne d'argon 1h après la fermeture.
8	Fermeture de la vanne de la pompe à vide.
9	Ouverture de la vanne de pompe à vide à une pression comprise entre 800 et 900 mbar.
10	Fermeture de la vanne d'argon.
11	Ouverture de la vanne d'argon 1h après la fermeture.
12	Fermeture de la vanne de la pompe à vide.
13	Réglage de la pression à l'intérieur de l'enceinte à 1 100 mbar.

Tableau 3-1 : Procédure de mise en route du four hautes températures.

N° d'étape	Justification de l'étape
1	Cette étape vide progressivement les porosités qui vont se dilater après l'étape n°2.
2	La puissance de 20% est un compromis entre la vitesse de chauffe et l'homogénéité de la température.
3 et 4	Elles permettent d'injecter de l'argon dans les porosités dilatées, de plus, la vanne d'argon s'ouvre avant l'arrêt de la pompe à vide de manière à aspirer toute impureté qui pourrait être dans les tuyaux.
5	Le fait de garder une pression inférieure à la pression atmosphérique permet de s'assurer du maintien des parois et donc de l'étanchéité au niveau des joints de ces dernières.
6	Idem n°3 et 4.
7	Cette étape permet d'injecter de l'argon dans les nouvelles porosités dilatées.
8 et 9	idem n°3 et 4.
10	Idem n°5.
11	Idem n°7.
12	Idem n°5.
13	Une légère surpression dans l'enceinte permet de s'assurer que l'air ne s'infiltrer pas à l'intérieur de l'enceinte.

Tableau 3-2 : justification des étapes de la procédure de mise en route du four hautes températures.

3.5. Simulation numérique

3.5.1. Introduction

Un modèle numérique magnéto-thermique a été créé à partir de la géométrie du dispositif avant les premiers retours d'expérience (Figure 3.1 et Figure 3.4). Comme cela a déjà été précisé, il a servi à valider les différents choix technologiques qui ont été présentés.

Le modèle numérique a été développé à l'aide du logiciel commercial Comsol Multiphysics®. Les parties qui vont suivre présentent la géométrie, les équations de conservations, les conditions aux limites, le maillage utilisé, puis les premiers résultats qui sont comparés aux mesures par thermocouples.

3.5.2. La géométrie

La géométrie du dispositif est représentée par un modèle 2D axisymétrique. Cette hypothèse, permettant de réduire considérablement les temps de calcul, implique une erreur au niveau de la géométrie de l'enceinte en aluminium qui est en réalité de base carrée. Le rayon simulé correspond au cercle inscrit de la base carrée.

Remarque : l'intérieur de la chambre de l'échantillon n'est pas modélisé (porte-échantillon, creuset et échantillon), ce qui correspond également aux conditions expérimentales.

3.5.2.1. Géométrie générale

La Figure 3.8 présente la géométrie globale de la simulation avec les matériaux associés tandis que la Figure 3.9 reprend cette même figure mais avec les cotes associées.

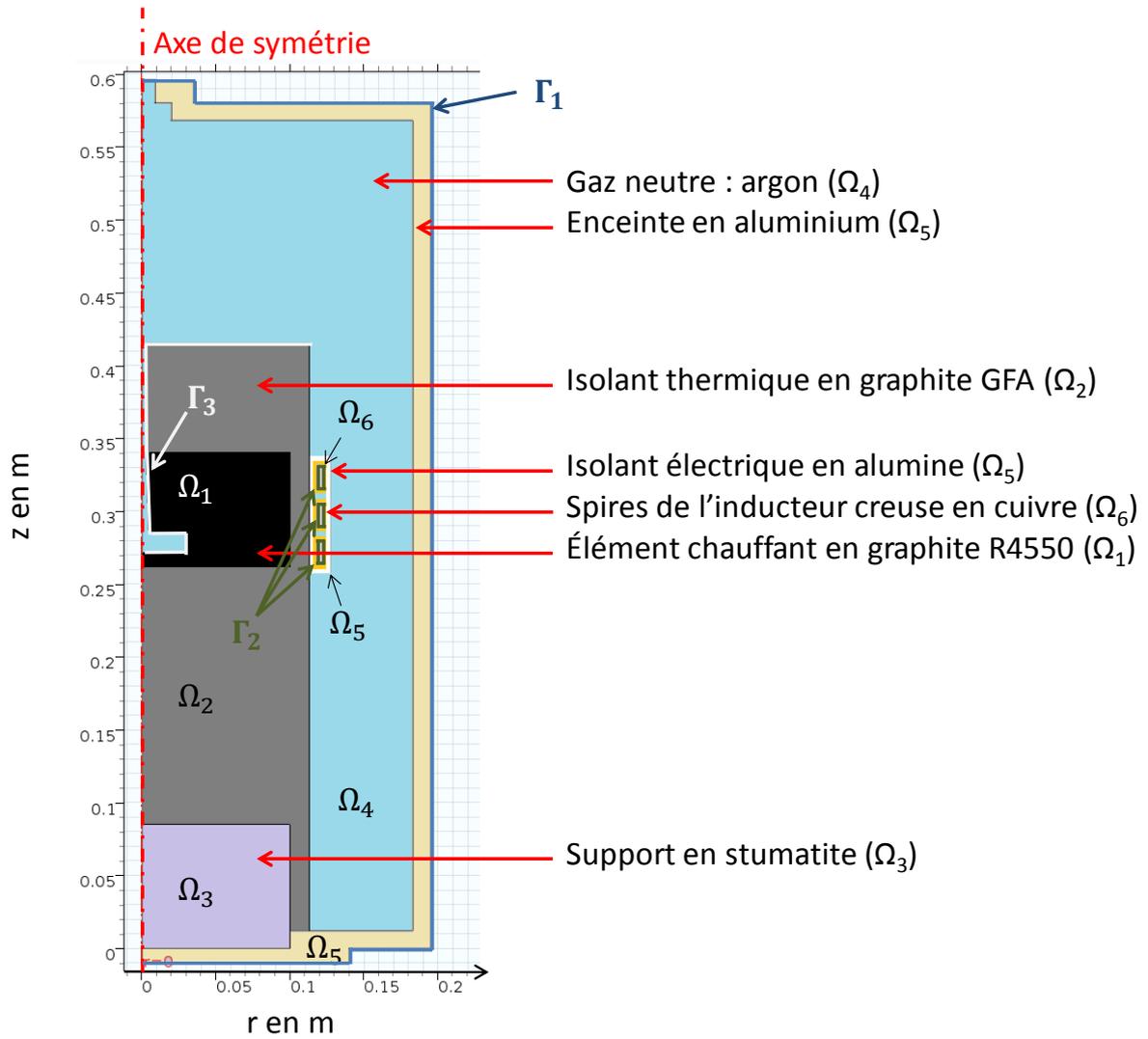


Figure 3.8 : présentation générale de la géométrie (2D axisymétrique).

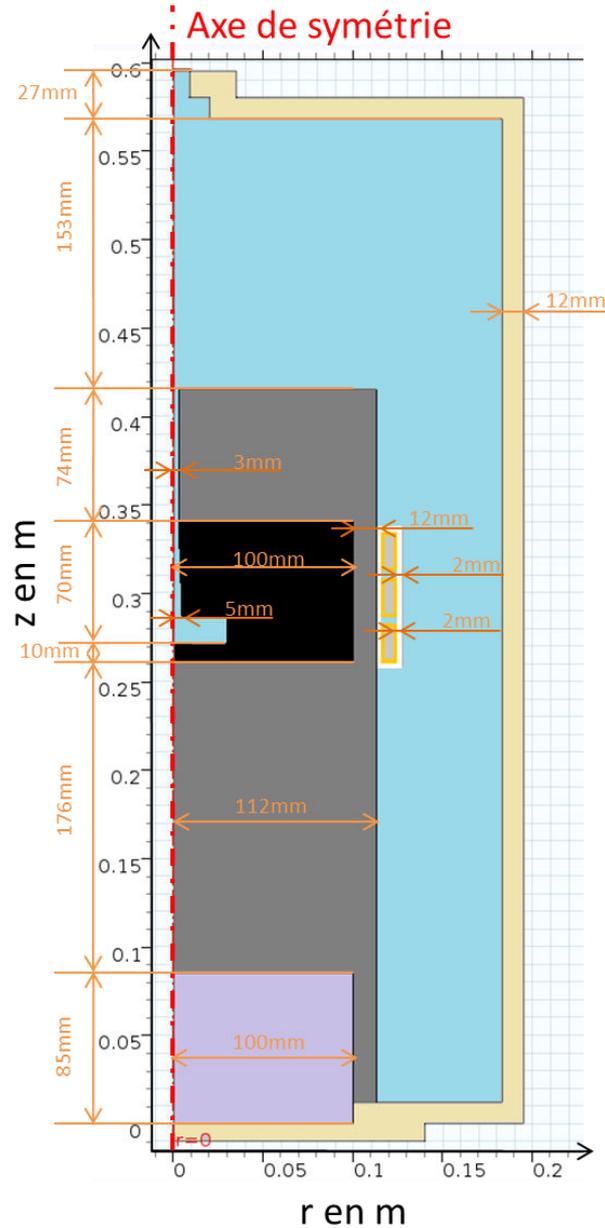


Figure 3.9 : dimensions des différents éléments du modèle 2D axisymétrique.

3.5.3. Formulation mathématique du modèle magnéto-thermique

Les phénomènes physiques simulés sont les transferts de chaleur et l'électromagnétisme. La mécanique des fluides liée aux mouvements de convection de l'argon à l'intérieur de l'enceinte n'est pas modélisée. La prise en compte de la convection naturelle au sein de l'argon imposerait un maillage fin pour ce domaine et des pas de temps réduits, ce qui est fortement pénalisant pour les temps de calcul sachant que les cinétiques de chauffe sont de l'ordre de une à deux heures. De plus, l'échantillon est placé dans une zone relativement homogène en température, comme il est montré plus loin, limitant ainsi les phénomènes convectifs.

Enfin, pour les deux problèmes physiques simulés, les résistances de contact entre les différents domaines sont négligées.

3.5.3.1. Les transferts de la chaleur

Les transferts de la chaleur la conduction et le rayonnement. Les contacts entre les différents matériaux sont considérés comme parfaits, comme indiqué précédemment.

L'équation de transfert de la chaleur par conduction utilisée est appliquée dans tous les domaines Ω_i (Figure 3.8) :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla \cdot \lambda \nabla T + Q \quad (3.4)$$

avec ρ en $kg.m^{-3}$, C_p en $J.kg^{-1}.K^{-1}$, T en K , λ en $W.m^{-1}.K^{-1}$, Q en $W.m^{-3}$.

Les caractéristiques thermophysiques des différents matériaux sont prises fonction de la température. Ces données sont issues de la littérature et sont présentées en annexe 5.

Q est la source de chaleur générée par l'induction définissant le couplage thermoélectrique discuté dans le paragraphe 3.5.3.2. Cette source de chauffage volumique, calculée par le modèle électromagnétique, est appliquée à l'ensemble de la géométrie à l'exception de l'argon, de l'inducteur et de l'alumine recouvrant ce dernier. L'équation de la chaleur est résolue à l'aide de la méthode des éléments finis. Des éléments de type linéaire sont utilisés.

Pour les conditions aux limites, étant donné que les contacts entre domaines sont considérés comme parfaits, seuls restent à définir les conditions à l'extérieur de l'enceinte ainsi que les échanges radiatifs à l'intérieur du corps de chauffe et entre la tour centrale et les parois intérieures de l'enceinte.

Ainsi, toutes les parois extérieures de l'enceinte en aluminium sont soumises à un rayonnement vers l'extérieur ($T_{ext} = 20 \text{ °C}$, $\varepsilon = 0,1$) ainsi qu'à un flux convectif ($h = 10 \text{ W.m}^{-2}.K^{-1}$) à l'exception de la paroi supérieure pour laquelle la température est imposée à 20 °C de manière à représenter le refroidissement à eau présent sur le dispositif (Figure 3.6) :

$$-\lambda \frac{\partial T}{\partial n} = \varepsilon \sigma (T^4 - T_{ext}^4) + h(T - T_{ext}) \quad (3.5)$$

Pour les échanges radiatifs à l'intérieur, l'hypothèse de corps gris est prise. Il faut donc introduire une condition à la limite intégrant les radiosités. De plus, nous considérons que le gaz est transparent. Toutes les parois en contact avec de l'argon sont soumises à un rayonnement avec une émissivité de 0,85 pour le R4550 et le GFA, de 0,7 pour l'alumine et de 0,1 pour l'aluminium. L'intérieur des spires de l'inducteur n'est pas modélisé pour le problème thermique, une température de 20 °C est imposée sur l'intérieur des spires de manière à simuler le refroidissement par circulation d'eau.

Les équations de transfert de chaleur par voies radiatives sont :

$$-\lambda \frac{\partial T}{\partial n} = \varepsilon [E_{clairement} - n^2 \sigma T^4] + h(T - T_{ext}) \quad (3.6)$$

$$(1 - \varepsilon)E_{\text{clairement}} = J - \varepsilon n^2 \sigma T^4 \quad (3.7)$$

Symbole	Définition
n	Normal à la surface
n	Indice de réfraction (pris ici égal à 1)
λ	Conductivité thermique en $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$
$E_{\text{clairement}}$	Éclairement (densité de flux reçu) en $W \cdot m^{-2} \cdot sr^{-1}$
ε	Émissivité
M	Émittance (densité de flux émis) en $W \cdot m^{-2} \cdot sr^{-1}$
J	Radiosité (densité de flux émis + réfléchi) en $W \cdot m^{-2} \cdot sr^{-1}$
T	Température en K
σ	Constante de Stefan-Boltzmann en $W \cdot m^{-2} \cdot K^{-4}$

Les éléments finis utilisés pour la modélisation du rayonnement sont de type quadratique.

3.5.3.2. L'électromagnétisme

La source de chaleur présente dans l'équation de la chaleur est liée à l'induction. Pour pouvoir définir et quantifier cet apport, avec aussi une compréhension des niveaux des champs électromagnétiques tout particulièrement dans la zone où vont être analysés les matériaux, les équations relatives à l'électromagnétisme ont été résolues. Il s'agit des équations de Maxwell :

$$\begin{array}{l} \text{Équation du flux} \\ \text{magnétique} \end{array} \quad \nabla \cdot B = 0 \quad (3.8)$$

$$\begin{array}{l} \text{Équation de} \\ \text{Maxwell-Gauss} \end{array} \quad \nabla \cdot D = \rho_{\text{total}} \quad (3.9)$$

$$\begin{array}{l} \text{Équation de} \\ \text{Maxwell-Faraday} \end{array} \quad \nabla \times E = -\frac{\partial B}{\partial t} \quad (3.10)$$

$$\begin{array}{l} \text{Équation de} \\ \text{Maxwell-Ampère} \end{array} \quad \nabla \times H = J + \frac{\partial D}{\partial t} \quad (3.11)$$

avec B l'induction magnétique, D le vecteur déplacement électrique, E le champ électrique, H le champ magnétique, J la densité de courant électrique associée aux charges libres, et ρ_{total} la densité de charge totale regroupant les charges liées et les charges libres. $\nabla \times$ désigne l'opérateur rotationnel.

L'équation (3.8) traduit le fait que le vecteur induction magnétique B est à flux conservatif. Cette relation implique également que l'induction magnétique dérive d'un potentiel vecteur magnétique A défini par la relation :

$$B = \nabla \times A \quad (3.12)$$

Aux équations de Maxwell s'ajoutent les lois constitutives qui s'écrivent classiquement :

$$B = \mu_0 \mu_r H \quad (3.13)$$

$$D = \varepsilon_0 \varepsilon_r E \quad (3.14)$$

avec μ_0 la perméabilité magnétique du vide ($4\pi \times 10^{-7} T.m.A^{-1}$), μ_r la perméabilité magnétique relative du matériau, ε_0 la permittivité diélectrique du vide ($\frac{1}{36\pi} 10^{-9} F.m^{-1}$) et ε_r la permittivité relative du matériau.

À la majorité des matériaux constituant notre dispositif correspond $\mu_r = 1$ et $\varepsilon_r = 1$. Pour les aciers, la perméabilité relative est supérieure à 1 pour les températures inférieures au point de Curie (égal à 770 °C pour le fer), mais devient égale à 1 au-delà.

Par ailleurs, la densité de courant présente dans l'équation (3.11) se décompose selon la loi d'Ohm :

$$J = \sigma_{elec} (E + U \times B) + J_{ext} \quad (3.15)$$

avec U la vitesse déplacement du matériau et J_{ext} une densité de courant extérieur. Dans notre cas, U est considéré égal à 0 et J_{ext} représente le courant électrique circulant dans l'inducteur (domaine Ω_6 uniquement sur la Figure 3.8).

L'équation (3.11) s'écrit alors, en tenant compte de l'équation (3.13) :

$$\nabla \times H = \sigma_{elec} E + J_{ext} + \frac{\partial(\varepsilon_0 \varepsilon_r E)}{\partial t} \quad (3.16)$$

La résolution de cette équation transitoire est généralement réalisée à l'aide d'une approximation harmonique. Celle-ci est basée sur le fait que pour un matériau non-magnétique soumis à un champ électromagnétique extérieur oscillant sinusoïdalement, les champs électromagnétiques générés dans la pièce vont également osciller de manière sinusoïdale. Dans notre cas, cela suppose que l'inducteur est parcouru par un courant de source sinusoïdale. Tous les champs électriques et magnétiques décrivant les courants sources et induits, oscillent à la même fréquence mais peuvent être déphasés. Ainsi, pour un courant périodique sinusoïdal de fréquence f et de pulsation $\omega = 2\pi f$ appliquée aux bornes de l'inducteur, les dérivées temporelles peuvent s'exprimer en complexe selon :

$$E = -\frac{\partial A}{\partial t} = -j\omega A \quad (3.17)$$

Ce qui donne dans l'équation (3.16) après réarrangement des termes :

$$(j\omega\sigma_{elec} - \omega^2\varepsilon_0\varepsilon_r)A + \nabla \times H = J_{ext} \quad (3.18)$$

Cette formulation en régime harmonique est réalisée dans le logiciel Comsol Multiphysics® en choisissant le solveur fréquentiel lors de la résolution. L'absence de la variable temps dans cette équation permet de réduire considérablement les temps de calcul. Concernant les éléments finis, une interpolation de type cubique est utilisée.

À noter que l'introduction du terme de courant source, présent dans l'inducteur, peut s'introduire de deux manières, soit directement dans l'équation (3.18) à travers le terme J_{ext} exprimé en $A.m^{-2}$, soit en tant que courant imposé sur la surface extérieure de l'inducteur, exprimé en $A.m^{-1}$. L'influence de ce choix est discutée dans le paragraphe 3.5.4.

À ces équations sont associées différentes conditions aux limites. Sur les parois externes de l'enceinte (Γ_1), une isolation magnétique est considérée ($n \times A = 0$), et, sur les spires de l'inducteur (Γ_2), le courant de l'inducteur est imposé, comme discuté précédemment.

La résolution de l'ensemble de ces équations permet de calculer les différentes grandeurs électromagnétiques (E, J, B, H, A) en tout point des matériaux. Il est ainsi possible de déterminer le terme source de l'équation de la chaleur. Dans le logiciel Comsol Multiphysics®, celui-ci est calculé, en régime harmonique, à l'aide de la relation :

$$Q = \frac{1}{2} Re(J \cdot E^*) + \frac{1}{2} Re(j\omega \cdot B \cdot H^*) \quad (3.19)$$

Le premier terme représente les pertes résistives, le deuxième représente les pertes magnétiques. L'exposant * indique qu'il agit des nombres complexes conjugués. $Re()$ représente la partie réelle. La gestion du couplage entre les deux problèmes thermique et électromagnétique est discutée au paragraphe 3.5.4.

3.5.4. Modélisation du courant dans les spires de l'inducteur

Le courant traversant une spire a été mesuré dans le paragraphe 3.2.2.1 comme étant de l'ordre de 100 kA . La répartition de ce courant peut être soit surfacique soit linéique (paragraphe 3.5.3). Dans le cas d'un conducteur cylindrique de longueur infinie (rayon du conducteur négligeable devant la longueur), la résolution des équations (3.10) et (3.11) avec $\vec{E} = \rho \vec{j}$ et $\vec{B} = \mu_0 \mu_r \vec{H}$ montre que la densité de courant n'est pas uniforme dans le conducteur (Ferrieux and Forest, 2006). La majorité du courant se concentre sur l'épaisseur de peau, c'est-à-dire la périphérie du conducteur cylindrique sur une épaisseur d_0 qui peut être calculée par l'équation (3.1) rappelée ici:

$$d_0 = \frac{1}{\sqrt{\pi f \mu_0 \mu_r \sigma_{elec}}} \quad (3.20)$$

En appliquant l'équation (3.20) au cas d'une spire de l'inducteur avec $f = 105 \text{ kHz}$, $\mu_r = 1$ et $\sigma_{elec} = 59,6 \times 10^6 \text{ S.m}^{-1}$, l'épaisseur de peau est de $0,2 \text{ mm}$, soit un dixième de l'épaisseur considérée. Il semble donc plus pertinent d'appliquer une répartition de courant linéique plutôt que surfacique. À titre de vérification, les deux cas ont tout de même été modélisés : il apparaît que lorsque le courant est réparti sur la section des spires, le modèle prédit une température maximale de 550 °C à 100 % de la puissance disponible tandis qu'un courant réparti de manière linéique sur les surfaces externes des spires prédit des variations de températures du même ordre de grandeur que les mesures par thermocouples présentées dans le paragraphe 3.5.7.2. Un choix de la répartition linéique du courant I_0 dans le modèle a donc été retenu Figure 3.10 avec j_{ext} exprimé en $A.m^{-1}$.

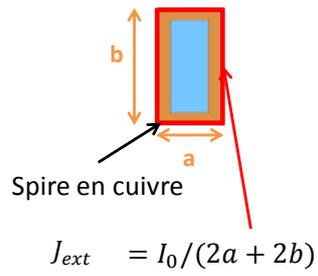


Figure 3.10 : modélisation de la répartition du courant sur une spire du modèle.

3.5.5. Étude de convergence spatiale

Afin de spécifier un maillage adapté aux différentes zones, nous avons distingué le maillage de l'inducteur (Figure 3.11), le maillage de l'isolant (Figure 3.12), le maillage de l'élément chauffant (Figure 3.13) et le maillage entre l'inducteur et l'élément chauffant (Figure 3.14).

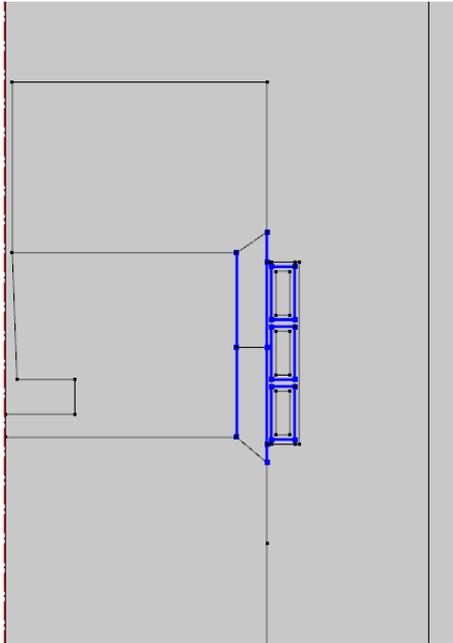


Figure 3.11: zone de maillage inducteur.

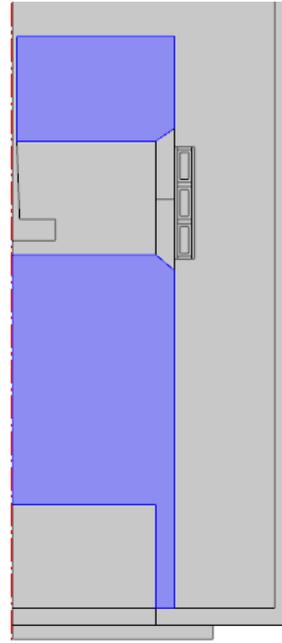


Figure 3.12: zone de maillage GFA.

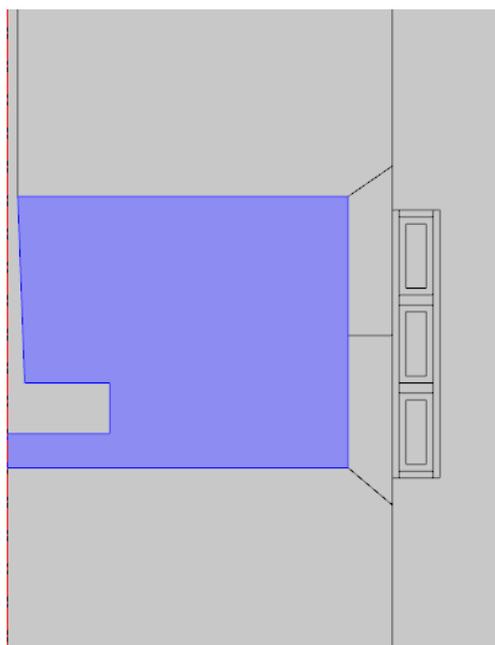


Figure 3.13: zone de maillage R4550.

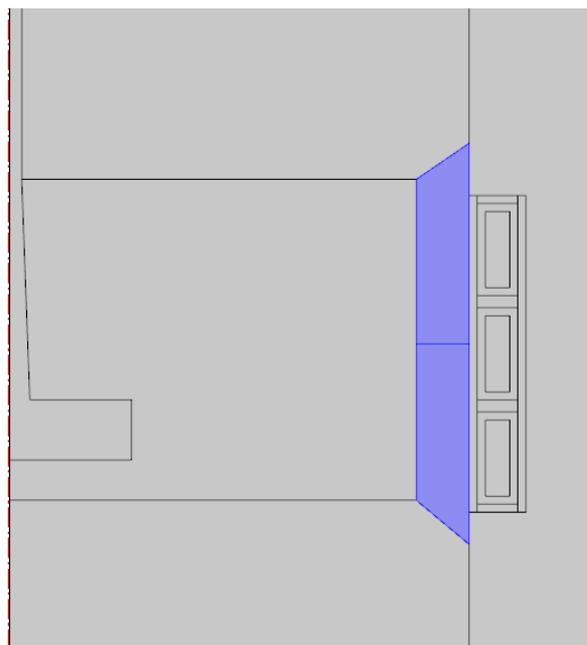


Figure 3.14: zone de maillage entre l'inducteur et l'élément chauffant.

Une étude de convergence a été réalisée de manière à optimiser ce dernier dans les différentes zones.

Taille de maille maximale dans le R4550 en mm	Taille de maille maximale entre le GFA et le R4550 en mm	Facteur de croissance maximal entre deux mailles dans l'inducteur	Taille de maille maximale dans l'inducteur en mm	champ B moyen sur la périphérie du R4550 en T	Puissance d'induction dans le GFA près de l'inducteur en W	Puissance d'induction dans R4550 en W	temps de calcul en s
10	10	1,1	0,1	0,006796	299,7	1864	34
20	20						1,2
		1,4	0,4	0,006868	305,9	1903	
							23
30	30	1,4	0,8	0,006868	305,9	1903	12
							7
							5

Tableau 3-3 : optimisation du maillage électromagnétique.

Le Tableau 3-3 montre l'optimisation du maillage concernant la partie électromagnétique du calcul. Les variables utilisées sont les tailles maximales de maille dans le R4550 (Figure 3.13), entre le R4550 et le GFA (Figure 3.14), dans l'inducteur (Figure 3.11) et le facteur de croissance maximal entre deux mailles dans le maillage de l'inducteur. Chaque cas représente la variation d'un seul paramètre à l'exception du dernier cas présenté (en rouge). Les observables sont le champ magnétique moyen sur la périphérie du R4550, la puissance d'induction dans le GFA près de l'inducteur (Figure 3.14), la

puissance d'induction dans le R4550 et le temps de calcul. Les puissances d'induction sont obtenues en intégrant le terme source Q de l'équation (3.19) pour chaque domaine considéré. Ces calculs sont réalisés pour un courant de 40 kA imposé sur la frontière extérieure de l'inducteur (courant acceptable pour la validation du modèle avec des mesures par thermocouples).

Les valeurs calculées avec le maillage le plus fin sont considérées comme « plus justes ». Tant que les observables sont identiques, la taille de maille est augmentée. Si le résultat varie légèrement, alors la taille de maille précédente est conservée et le paramètre suivant est évalué. Les paramètres en vert (avant dernière ligne) du Tableau 3-3 sont conservés permettant ainsi un calcul avec des valeurs identiques à 0,5 % près des valeurs calculées précédemment. À titre comparatif la dernière ligne de ce tableau présente le gain de temps pour un maillage plus grossier : le gain de temps (2 s) est compensé par une erreur de 2 %. Étant donné les temps de calcul courts (7 s), la précision du calcul a été privilégiée dans ce cas. À noter que cette étude de convergence spatiale a été réalisée en résolvant uniquement le problème électromagnétique, donc avec des propriétés indépendantes de la température.

Pour la conduction, la zone de maillage entre l'inducteur et l'élément chauffant (Figure 3.14) est une zone où d'importants gradients thermiques peuvent apparaître (exemple : jusqu'à 2 000 °C sur une épaisseur de 12 mm lorsque le corps de chauffe est à 2 500 °C). Bien que le problème électromagnétique montre qu'un maillage plus grossier peut être suffisant, il a été choisi arbitrairement d'avoir une taille de maille maximale entre le GFA et le R4550 de 1 mm contrairement à ce qui est préconisé dans le Tableau 3-3.

Une étude sur la convergence spatiale pour le calcul des flux radiatifs a également été effectuée et est présentée dans le Tableau 3-4. Afin d'effectuer le calcul des facteurs de forme entre deux surfaces qui rayonnent à partir d'une géométrie 2D axisymétrique, Comsol Multiphysics® crée une géométrie 3D virtuelle par révolution du maillage 2D des éléments de frontière en un maillage 3D. La résolution de ce maillage 3D selon la direction azimutale est contrôlée par le nombre de secteurs azimutaux (2^{ème} colonne du Tableau 3-4). Par ailleurs, le calcul des facteurs de forme est réalisé ici en choisissant la méthode de l'hémi-cube qui permet de tenir compte des effets de masque. La précision des calculs dépend également de la résolution choisie des faces de l'hémi-cube (1^{ère} colonne du Tableau 3-4). Cette étude s'est effectuée sur un calcul stationnaire électromagnétique avec en première partie une étude sur l'influence des paramètres de résolution pour le calcul des flux radiatifs et du degré d'interpolation des éléments finis du problème thermique, puis, tout en conservant les premiers paramètres trouvés, une partie sur la taille maximale des éléments triangulaires de la géométrie 2D axisymétrique. La méthode employée est la même que celle pour le maillage électromagnétique. Les observables sont le rayonnement à l'intérieur de la chambre de l'échantillon (intégrale du rayonnement émis sur toutes les frontières du corps de chauffe dans la chambre de l'échantillon) et le rayonnement perçu par la fenêtre en haut de l'enceinte (intégrale de l'éclairement sur la surface de la fenêtre saphir). Ces calculs sont réalisés pour un courant d'inducteur de 40 kA.

résolution pour la radiation	Nombre de secteurs azimutaux	Interpolation des éléments finis	radiosité de la chambre en W	éclairage du saphir en W	Temps de calcul
256	256	Linéaire	13974	1,928	3 min 24s
512	256	Linéaire	13974	1,9308	3 min 26s
1024	256	Linéaire	13974	1,9306	3 min 43s
512	512	linéaire	13974	1,9306	3 min 35s
512	256	quadratique	13973	1,8802	4 min 18s
512	256	cubique	13972	1,885	4 min 42s

max maillage rayonnement	rayonnement de la chambre	irradiation du saphir	Temps de calcul
3,00E-03	13975	1,8869	3 min 32s
2,00E-03	13977	1,8882	5min 8s

Tableau 3-4 : optimisation du maillage pour le rayonnement.

Un aperçu du maillage final (paramètres en vert dans le Tableau 3-3 et le Tableau 3-4) est présenté sur la Figure 3.15. Il est composé de 26 106 éléments de domaine triangulaires, 1 961 éléments de frontière et 126 241 degrés de liberté.

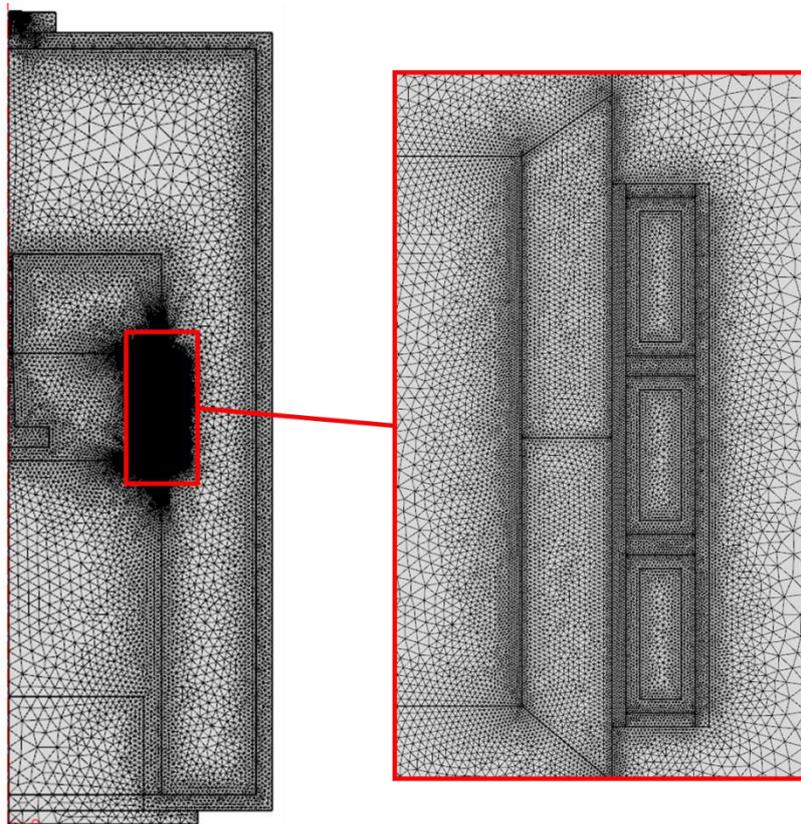


Figure 3.15 : présentation générale du maillage.

3.5.6. Couplage entre les problèmes thermiques et électromagnétiques

La gestion du couplage entre le calcul électromagnétique et le calcul thermique est essentielle à la production d'une simulation cohérente avec la réalité. Dans ce cas, la simulation est divisée en deux parties. La première partie consiste en un calcul fréquentiel et concerne le problème électromagnétique tandis que la seconde est un calcul temporel utilisant le résultat des pertes électromagnétiques (effet Joule du courant induit) de la première partie comme source de chaleur du problème thermique.

Le calcul électromagnétique est fréquentiel et donc distinct du calcul thermique temporel. Si la variation de la source de chaleur n'évolue pas au cours du temps, il est possible de ne calculer qu'une seule fois la partie électromagnétique (cas n°1) sinon il est nécessaire de recalculer cette partie avant chaque nouveau pas de temps en utilisant les propriétés des matériaux à la température du pas de temps précédent (cas n°2) comme l'explique la Figure 3.16.

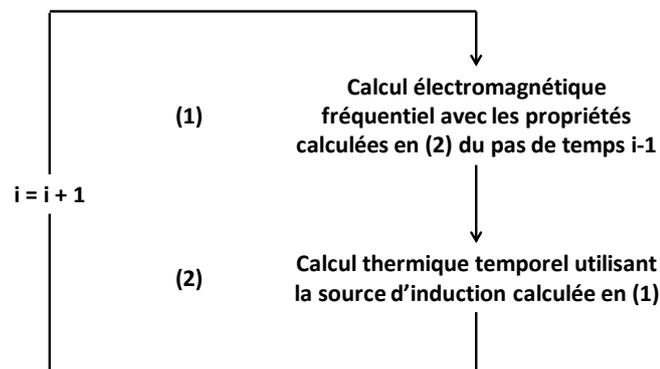


Figure 3.16 : schématisation des étapes de calcul du cas n° 2.

Afin d'optimiser les temps de calculs, les deux cas ont été mis en données. Deux points sont comparés à savoir : un point A situé à 10 mm de la périphérie du corps de chauffe et un point B situé au milieu de l'isolant GFA (Figure 3.17). La comparaison des champs magnétiques en ces points présentée sur la Figure 3.18 montre que les écarts de champs magnétiques entre les cas 1 et 2 aux points A et B sont faibles. Cependant, les écarts entre les deux cas pour la source de chaleur (Figure 3.19) et donc pour la température (Figure 3.20) sont différents.

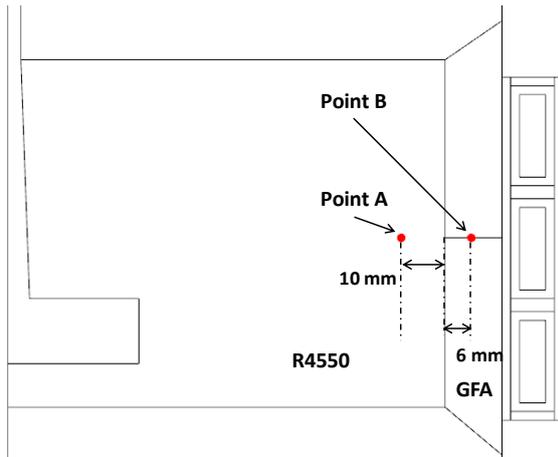


Figure 3.17 : positionnement des points A et B.

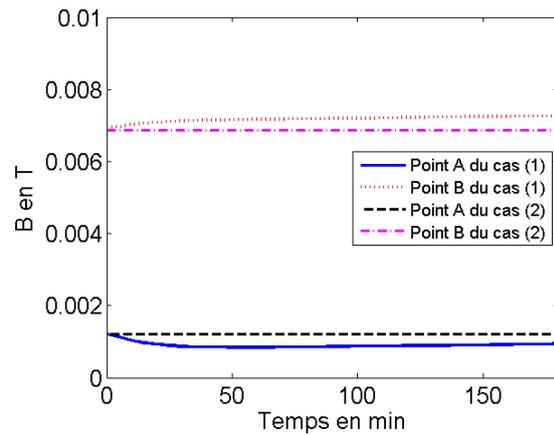


Figure 3.18 : comparaison des champs magnétiques lors d'une chauffe à 40 %.

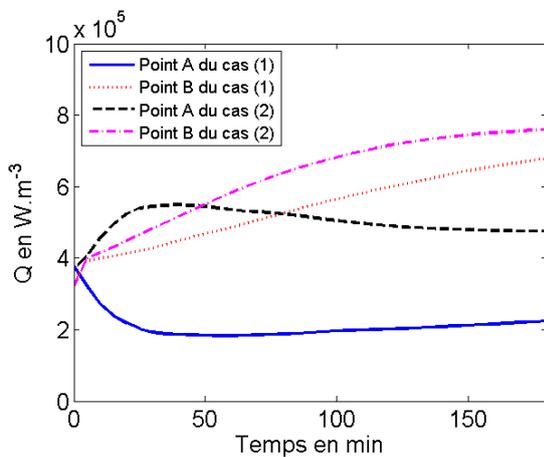


Figure 3.19 : comparaison des sources de chaleur Q lors d'une chauffe à 40 %.

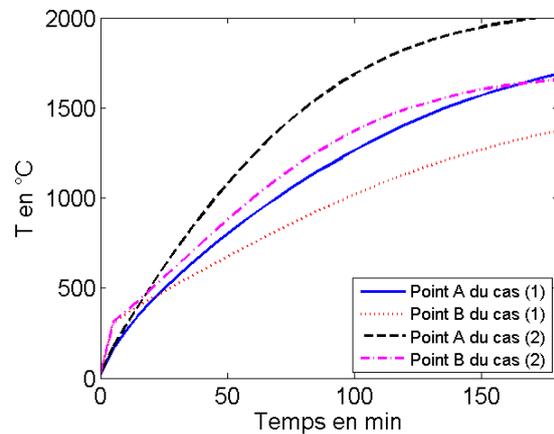


Figure 3.20 : comparaison des températures lors d'une chauffe à 40 %.

L'effet Joule varie en fonction de la valeur de la conductivité électrique du matériau qui elle-même varie en fonction de la température. La comparaison des cas n°1 et 2 montre l'importance de la prise en compte de ces variations. Il n'est donc pas souhaitable de réduire les temps de calcul de la manière proposée par le cas n°1, le cas n°2 est donc celui retenu pour la mise en donnée.

Les calculs simulent une durée de chauffage de trois heures ce qui permet d'atteindre un état stationnaire au niveau de la chambre de l'échantillon. Les résultats sont stockés toutes les 60 s. Le pas de temps maximal de calcul est aussi fixé à 60 s de sorte que le terme source du chauffage soit mis à jour régulièrement et évolue en fonction de la température.

3.5.7. Analyse des résultats numériques et confrontation avec les expériences

L'analyse des résultats de la simulation est réalisée suivant plusieurs étapes. Dans un premier temps, une analyse des sources thermiques d'origine électromagnétique est mise en place. Cette approche permet de comprendre comment les champs électromagnétiques se répartissent dans les

différentes pièces et surtout où les sources thermiques s'établissent. Dans un second temps, le flux de chaleur diffuse dans la tour principale et l'objet est de comprendre comment la partie centrale monte en température et quels sont l'homogénéité et le niveau en température obtenus. Enfin, afin de vérifier la maîtrise des phénomènes, deux points de mesure en température sont analysés.

3.5.7.1. Les différentes étapes de chauffage lors de la mise en température d'un échantillon

La Figure 3.21 présente la répartition des champs magnétiques à plusieurs temps (5 min, 30 min et 60 min) en considérant que l'inducteur est utilisé à 40 % de ses capacités soit un courant de surface de 606 kA.m^{-1} .

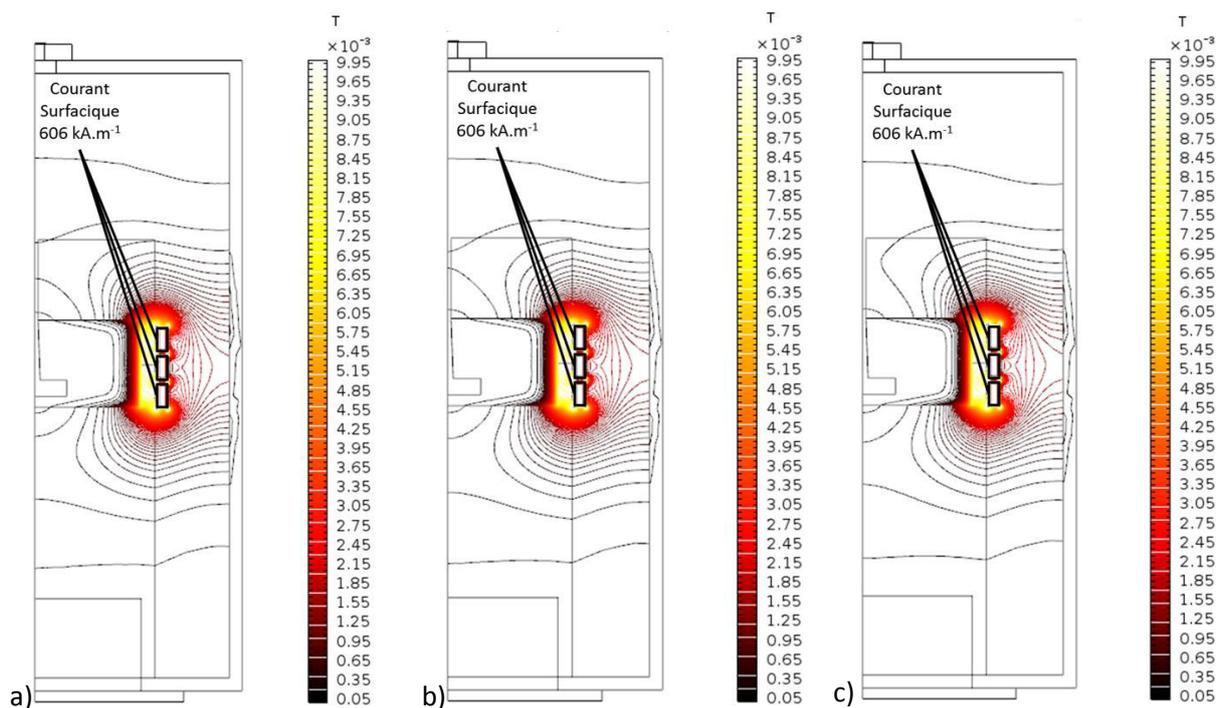


Figure 3.21 champs magnétiques à différents temps (a) 5, b) 30 et c) 60 mn).

Nous pouvons noter sur ces figures que les lignes de champs (espacées de $50 \mu T$) se concentrent principalement en périphérie de la pièce en R4550. De plus, nous pouvons noter sur l'axe que le champ magnétique reste faible, et particulièrement dans la chambre de l'échantillon où les valeurs de champs calculées sont inférieures à $5 \mu T$ (rappel : champ magnétique terrestre = $47 \mu T$). La valeur du champ magnétique au centre de la chambre de l'échantillon est plus précisément représentée sur la Figure 3.22 et montre qu'elle est négligeable.

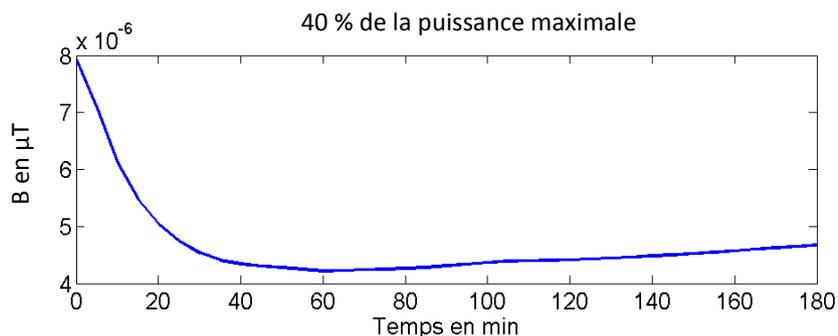


Figure 3.22 : champ magnétique au centre de la chambre de l'échantillon.

La première étape concerne les cinq à dix premières minutes de la période de chauffage. Lors de cette période, un couplage, non recherché, s'établit dans le GFA10. En effet, l'isolant GFA situé entre les spires de l'inducteur et le creuset en carbone R4550 chauffe beaucoup plus vite que ce dernier.

La deuxième étape commence lorsque l'énergie de chauffage injectée dans le GFA par l'inducteur est contrebalancée par le refroidissement des spires de l'inducteur. En effet, ces dernières sont en contact avec de l'alumine, qui lui-même est en contact avec l'isolant GFA. La deuxième étape consiste donc à chauffer le centre du creuset en R4550 tout en refroidissant l'isolant autour de ce dernier. Les gradients de température entre le creuset et les spires sont donc particulièrement élevés, de l'ordre de la centaine de degrés par millimètre voire plus à très hautes températures.

La troisième étape est la stabilisation de la température dans le creuset. Lorsque cette dernière est atteinte, la température se diffuse dans l'isolant tandis qu'elle ne varie plus dans le creuset.

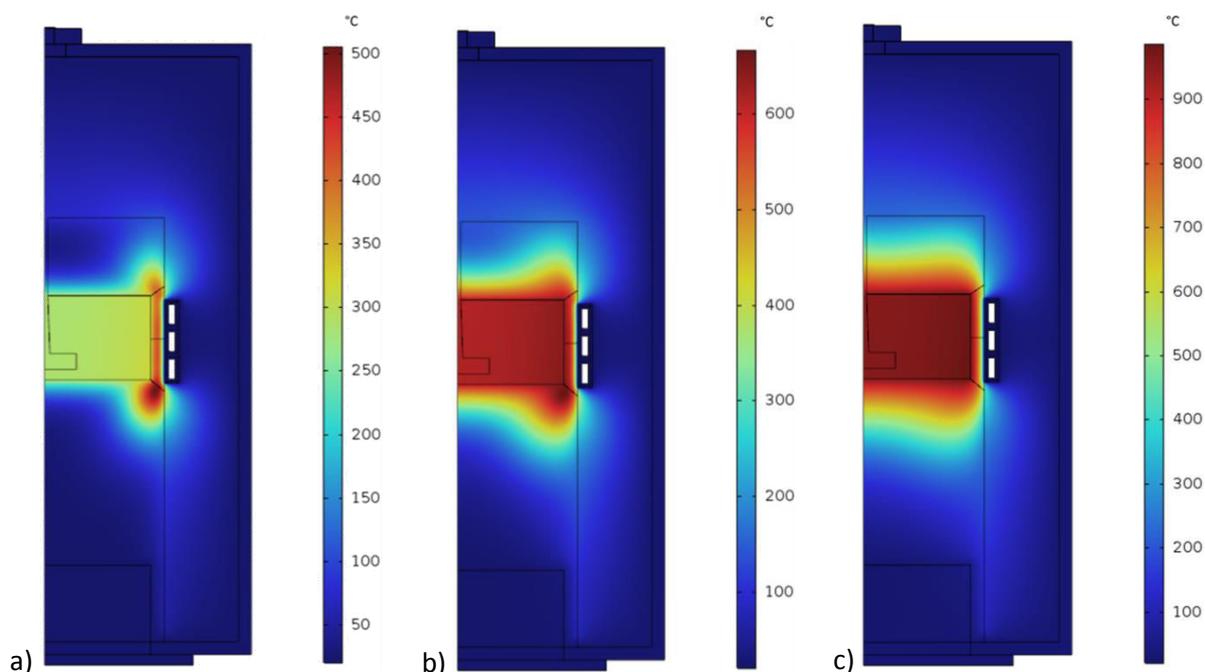


Figure 3.23 champs thermiques à différents temps (a) 5 min, b) 30 min et c) 60 min).

Le fait que la température soit la plus élevée d'abord dans l'isolant puis dans le R4550 montre l'importance que joue le refroidissement des spires dans la cinétique thermique. En effet, la forte conductivité de l'alumine et le contact alumine/GFA provoquent une source froide dans l'élément qui est chauffé par induction. Le rendement du chauffage doit donc pouvoir être grandement amélioré en séparant l'alumine du GFA. Étant donné que l'alumine ne peut être changée, il faut diminuer l'épaisseur de GFA de manière à supprimer son contact avec l'alumine.

3.5.7.2. Comparaison entre les mesures par thermocouples et les températures calculées

Afin de poursuivre la validation du modèle numérique, un essai de chauffage à 40 % de la puissance totale de l'inducteur a été réalisé. Au regard des gradients de température dans le R4550, principalement dans la direction radiale, l'essai a été instrumenté avec deux thermocouples de type C munis d'un blindage magnétique en hafnium. Le hafnium, réagissant avec le carbone à hautes températures, a été recouvert d'une protection en alumine. De plus, le hafnium est également compatible avec l'induction, c'est pourquoi la gaine d'hafnium a été reliée par un fil de cuivre à la terre. Le premier thermocouple a été placé au centre de la tour sous le porte échantillon, le second a été placé à 75 mm du centre et à la même hauteur que le premier pour contrôler le gradient thermique radial (Figure 3.24).

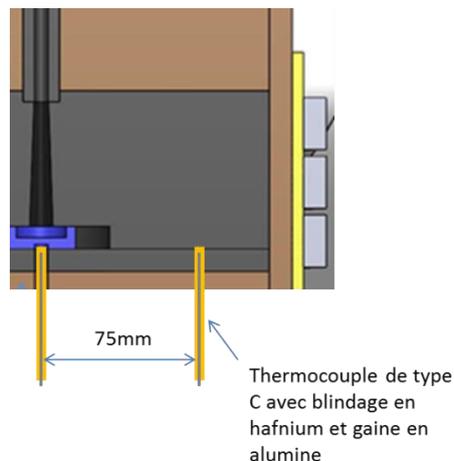


Figure 3.24 : positionnement des thermocouples.

L'isolant GFA est fourni par plaque feutre de 10 mm d'épaisseur, c'est pourquoi, l'épaisseur prévue d'isolant GFA entre l'alumine et le R4550 est de 10 mm. En pratique, lors de sa mise en place, le GFA est enroulé autour du R4550. Ce faisant, son épaisseur devient légèrement supérieure à 10 mm (environ 12 mm). L'isolant doit donc être compressé pour pouvoir le glisser dans l'espace initialement prévu pour lui de 10 mm, ce qui implique que, lors du montage, les propriétés de l'isolant sont altérées.

La Figure 3.25 montre les températures mesurées par les thermocouples et une comparaison avec celles simulées. Il apparaît que l'élévation de température simulée est plus lente que celle calculée. De plus, au bout de 100 min, les températures simulées sont plus importantes que les températures mesurées. Cela peut être expliqué par le fait que l'isolant GFA est compressé entre le

cylindre de R4550 et l'alumine. En effet, l'espace prévu initialement est de 10mm, cependant, lorsque l'isolant est placé de manière cylindrique, son épaisseur (de 10 mm à plat) est de l'ordre de 12 mm. Lors de sa mise en place, l'isolant est donc comprimé et ses propriétés d'isolation diminuent en conséquence.

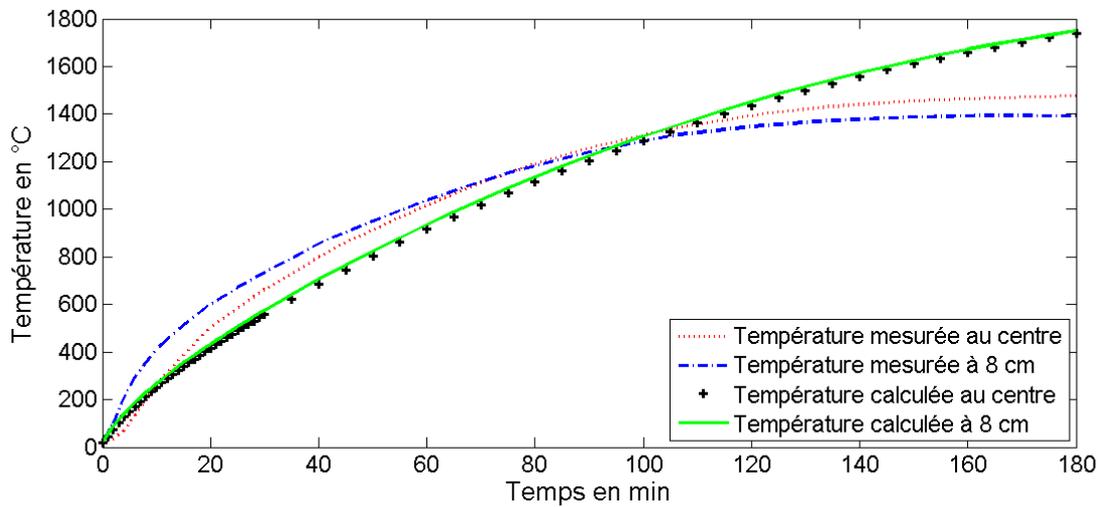


Figure 3.25 : comparaison entre les températures calculées et mesurées par thermocouples à 40 % de puissance.

En prenant en compte ces observations, le même calcul est relancé avec un courant $I_0 = 40 \text{ kA}$ et avec les propriétés du GFA ($\lambda, \rho, \sigma_{elec}$) multipliées par 2,5 simulant ainsi la dégradation des propriétés liées à la compression. Les résultats (Figure 3.26) montrent une meilleure concordance des résultats par rapport aux calculs précédents, ce qui vient donc valider les hypothèses présentées concernant les sources d'erreurs possibles. Une forte erreur demeure cependant dans les trente premières minutes de la chauffe, elle est attribuée à l'erreur de mesure par thermocouple. En effet, le thermocouple étant dans une gaine d'alumine (conductivité thermique de l'ordre de $30 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à 20 °C), il est possible que la gaine ait été chauffée par l'isolant GFA (Figure 3.24 et zone chaude de la Figure 3.23).

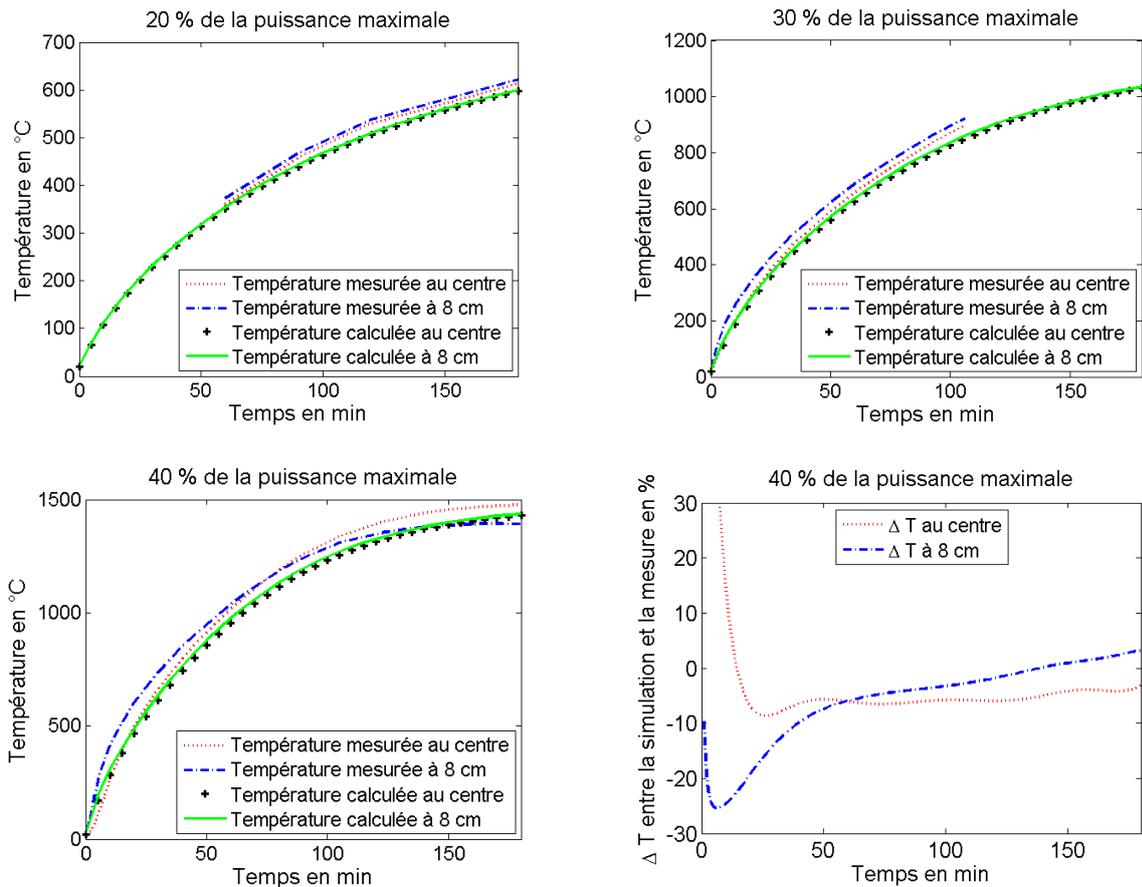


Figure 3.26 : comparaison entre les températures calculées et mesurées avec le GFA compressé.

3.5.7.3. Analyse des températures dans la chambre de l'échantillon

L'analyse des températures calculées dans la chambre de l'échantillon a porté sur les quatre points identifiés sur la Figure 3.27. L'écart maximal de température entre les quatre points est de 2°C à 20 %, 3 °C à 40 % et 26 °C à 100 % de la puissance maximale (Figure 3.28). Les écarts de températures maximaux apparaissent lorsque la vitesse de chauffe aux parois du corps de chauffe est la plus importante. Lorsque la température tend vers un état d'équilibre, alors les écarts dans la chambre de l'échantillon diminuent, ce qui indique que la chambre de l'échantillon est relativement homogène en température.

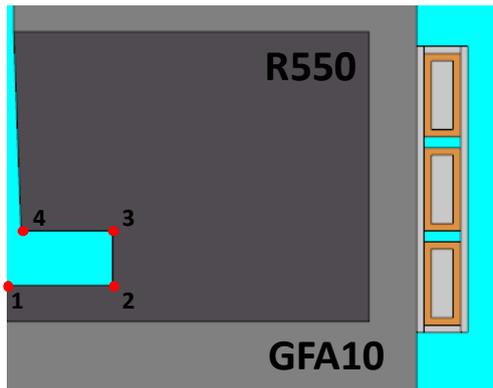


Figure 3.27 : points d'analyse de la température.

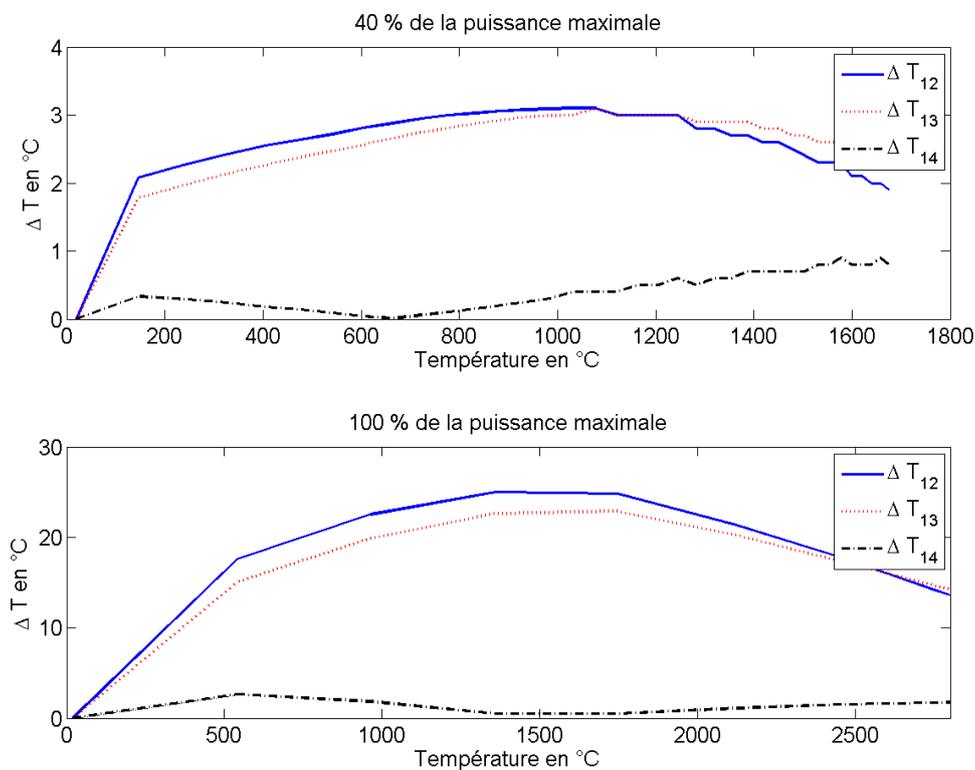


Figure 3.28 : écart de température T_{1j} des points j par rapport au point 1 de la Figure 3.27.

Étant donné l'homogénéité en température, la chambre de l'échantillon peut être considérée comme un corps noir du point de vue du rayonnement, facilitant ainsi les mesures de températures par voie optique sur les futurs échantillons.

L'élévation de température dans la chambre de l'échantillon (au point 1 de la Figure 3.27) est présentée sur la Figure 3.29 pour une chauffe à 20, 40, 60, 80 et 100 % de la puissance maximale du dispositif. Les puissances plus élevées permettent d'atteindre des températures plus élevées et un état stationnaire plus rapidement. Les températures supérieures à 2 100 °C ne sont pas à prendre en compte étant donné le fait que la conductivité thermique et électrique de l'élément chauffant sont mal définies au-delà de cette température. Seul 60 % de la puissance est requise pour atteindre les 2 500 °C. Une puissance de chauffage supplémentaire peut néanmoins accélérer le processus.

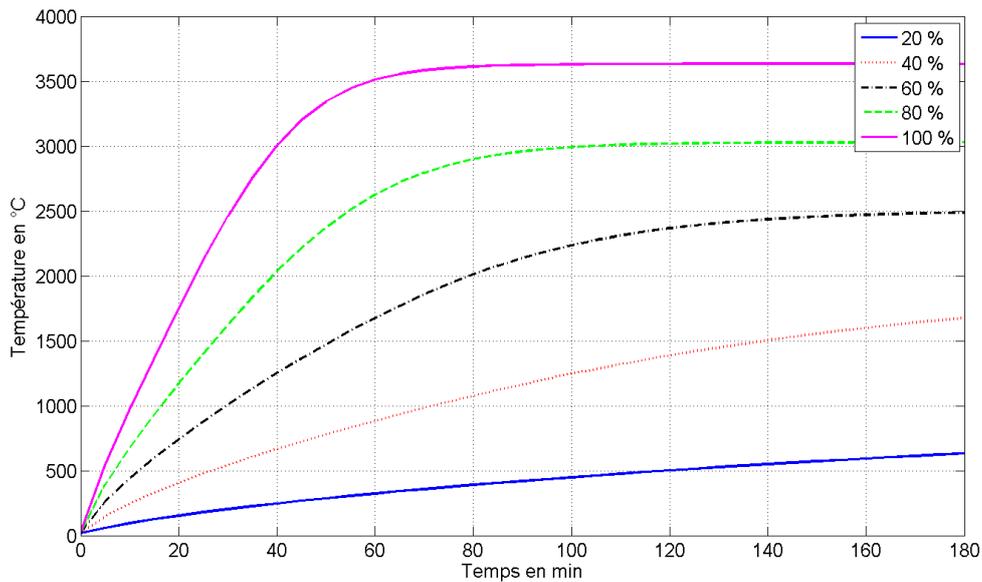


Figure 3.29 : températures dans la chambre de l'échantillon en fonction du temps selon le pourcentage de puissance du dispositif utilisé.

3.6. Les premiers essais : retour d'expériences

Les premiers essais de chauffe de l'enceinte ont également apporté les premiers retours d'expérience. En effet, plusieurs problèmes ont pu être identifiés, à savoir : des problèmes d'étanchéité de l'enceinte, des problèmes d'alignement lors de la mise en température, des problèmes de mesure de la température par thermocouple et des problèmes d'arc électrique. La partie qui va suivre traite de ces différents problèmes, de leur analyse ainsi que de leur résolution.

3.6.1. Problèmes d'étanchéité

L'étanchéité de l'enceinte permet de s'assurer que l'échantillon à mesurer ne s'oxyde pas et également d'augmenter la durée de vie des matériaux utilisés pour le four. Sous air, l'élément principal du corps de chauffe étant le carbone, une température supérieure à 600 °C entraîne la création de CO₂. La création de ce gaz est une bonne chose puisqu'il est peu réactif et fait diminuer la présence d'oxygène dans l'enceinte. Cependant, cela consume petit à petit les éléments du four. Il est donc intéressant de remarquer qu'il faut éliminer au mieux l'oxygène présent dans l'enceinte, mais que la présence de carbone vient ajouter une assurance supplémentaire à la non-contamination de l'échantillon par de l'oxygène.

Lors de la mise en route de la pompe à vide pour la première fois sur l'enceinte, le manomètre a indiqué une pression de 200 millibar, ce qui est clairement au-dessous des capacités de la pompe à vide. La première hypothèse a été de remettre en cause l'entretien de la pompe à vide. Après un démontage et remontage complet, la pression indiquée par le manomètre est passée à 80 millibar. La pression étant encore trop élevée, une recherche de fuite a été menée.

Deux principales sources de fuite ont été découvertes. La première est due à des porosités de l'enceinte et la seconde est située au niveau du passage de l'inducteur dans l'enceinte.

Les porosités de l'enceinte ont été rebouchées à l'aide d'un joint silicone résistant à 275°C.

L'utilisation de graisse à vide sur le passage de l'inducteur, moins stable dans le temps, garde le coulisement de l'inducteur dans l'enceinte mais implique que de la graisse à vide soit remise régulièrement (séchage de la graisse, mouvement de l'enceinte).

Ces actions ont permis de faire descendre la pression au-dessous de 20 millibar (limite de la plage de lecture du manomètre).

3.6.2. Problèmes d'arc électrique

Lors des tests préliminaires, la montée en puissance au-delà de 40 % de la puissance totale de l'inducteur a produit une détérioration de l'isolant électrique Miglasil® (principalement composé de mica ; épaisseur : 0,5 mm) ainsi qu'une détérioration des spires (en cuivre) de l'inducteur. L'origine de ces détériorations est la création d'un arc électrique entre la tour et les spires de l'inducteur.

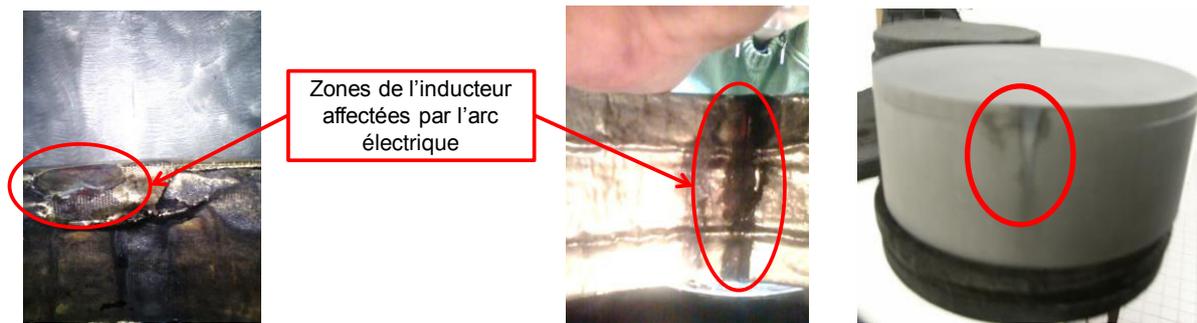


Figure 3.30 : impact de l'arc sur l'inducteur.

Figure 3.31 : impact de l'arc sur l'élément chauffant.

Le courant généré par l'arc est passé des spires de l'inducteur à la tour, puis de la tour au thermocouple. En effet, la présence de thermocouple rajoute une masse à l'ensemble de la tour. Le carbone étant électriquement conducteur, le montage devient l'équivalent d'une capacité. De plus la tension de claquage de l'argon diminue avec l'élévation de la température ce qui accentue le phénomène.

L'ajout d'un isolant électrique résistant à hautes températures a permis de résoudre le problème. La solution choisie est une couche d'alumine déposée sous forme de feutre humide qui se solidifie par évaporation de son solvant à l'air.

En tant que protection supplémentaire pour la centrale d'acquisition, la gaine de blindage magnétique du thermocouple a été reliée à la terre. Cela a eu pour effet collatéral une baisse importante du bruit de mesure.

3.6.3. Problèmes d'alignement

Les températures visées autour de l'échantillon sont de l'ordre de 2 500 °C. Il n'existe pas d'isolant rigide à ces températures. L'isolation autour du corps de chauffe en R4550 a été dans un premier temps de privilégier l'utilisation de GFA10 à travers un empilement de plusieurs disques. Lors de la mise en température, les gradients de température dans les couches successives d'isolant entraînent une dilatation non-uniforme de ces dernières. Cette hétérogénéité entraîne le glissement des couches les unes par rapport aux autres et engendre des problèmes d'alignement.

En effet, les couches sous l'élément chauffant ne se dilatent pas de manière uniforme et font incliner légèrement la tour, entraînant une non-perpendicularité de cette dernière mais également un rapprochement voire des contacts avec l'inducteur.

Le déplacement des couches au-dessus de l'élément chauffant est problématique pour d'autres raisons. En effet, ce déplacement vient obstruer le chemin optique prévu pour les mesures sans contact sur l'échantillon. Bien que cette obstruction ne soit pas totale, combinée avec l'inclinaison de la tour citée précédemment, elle implique de nombreux problèmes pour le positionnement de la pyrométrie par la suite.

L'une des solutions envisagées a été d'attacher les couches grâce à un fil en carbone. Cette solution a entraîné une compression des empilements et donc une baisse de leur pouvoir isolant. De plus, il s'est avéré que le fil en carbone est particulièrement compatible avec l'induction, ce qui a entraîné une dégradation locale de l'isolant ainsi qu'une perte de la cohésion des empilements. Cette solution n'a donc pas été conservée.

La rigidification complète de la tour ne peut donc passer que par l'utilisation d'éléments rigides. Ces éléments rigides ne peuvent être aussi isolants et sont à l'origine de ponts thermiques. Le choix s'est porté sur un isolant carbone rigide de conductivité thermique similaire au feutre GFA10 avec cependant une tenue en température limitée à 2 200 °C. Afin de ne pas réduire considérablement les températures maximales atteignables par le dispositif à hautes températures, cette solution est choisie comme solution partielle comme isolant pour les parties supposées inférieures à 2 000 °C. La rigidification de la distance entre l'élément chauffant et l'isolant passe par trois piliers tubulaires de graphite vitreux dont la conductivité thermique est de $6 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Sur la partie supérieure, le même principe est utilisé, deux tubes de graphite vitreux viennent assurer le chemin optique sur lesquels vient se poser un isolant rigide à partir d'une hauteur où la température est strictement inférieure à 2 000 °C (Figure 3.32).

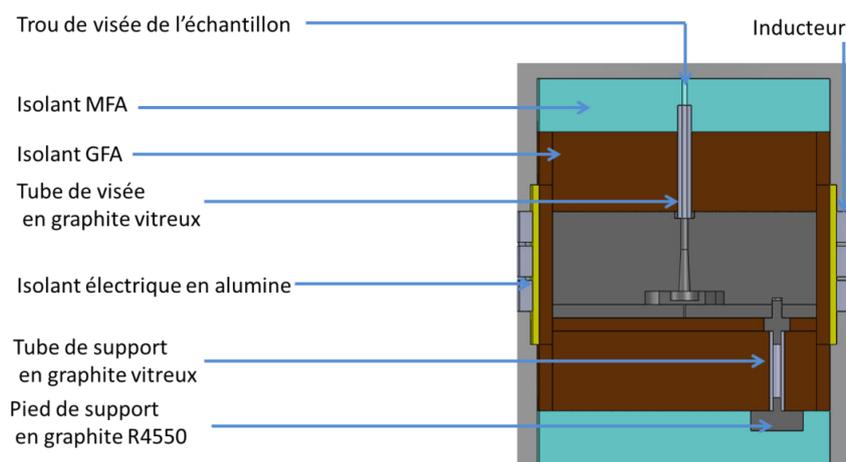


Figure 3.32 : nouvelle configuration de la tour.

3.6.3.1. Les mesures de température

Les mesures de température par thermocouples sont possibles en théorie jusqu'à 2 200 °C avec des thermocouples de type C. Cependant, cela reste près de 300 °C au-dessous du niveau de température recherché. De plus, comme expliqué dans la partie 3.2.1.4, la protection nécessaire aux thermocouples empêche toute mesure au-delà de 1 650 °C. Afin de pouvoir réaliser des mesures au-delà de cette gamme de température, il est donc nécessaire d'utiliser la pyrométrie. Néanmoins, afin d'étalonner et de vérifier la dérive de la mesure, les deux moyens de mesure sont utilisées. Pour les mesures jusqu'à 1 650 °C, un thermocouple passe à travers l'isolant GFA situé au-dessous du creuset, traverse le creuset et vient se loger à l'intérieur du porte échantillon, à 5 mm au-dessous de l'échantillon.

La mesure par pyrométrie se fait directement au-dessus de l'échantillon, le creuset est percé en son milieu de manière conique avec un diamètre de 10 mm en bas et 6 mm en haut. Ce tunnel de visée se poursuit à travers l'isolant. Le haut de l'enceinte est percé de manière à positionner une fenêtre en saphir au-dessus. Cette visée optique permet non seulement le positionnement de la pyrométrie mais également celui du chemin optique pour une sollicitation envisagée de l'échantillon par un laser. Cette solution permet d'envisager des mesures de diffusivité thermique par méthode flash avant.

3.7. Conclusion

Un dispositif à hautes températures permettant d'atteindre des températures jusqu'à 2 500 °C a été créé ainsi que son modèle numérique. Ce dernier a été validé à l'aide de mesures par thermocouple lors d'une utilisation à faible puissance (jusqu'à 40 %). La simulation a permis de valider le fait que la température est homogène dans la chambre de l'échantillon et que le champ magnétique résiduel y est négligeable. Les premiers essais ont également permis de mettre en évidence des problèmes d'étanchéité, d'isolation électrique et de rigidité pour lesquels des solutions ont été appliquées avec succès.

4 Mesures radiatives et étalonnage du pyromètre

Sommaire

4 Mesures radiatives et étalonnage du pyromètre	93
4.1. Rappel des procédures d'étalonnage	94
4.2. Étalonnage à l'aide du dispositif n°1	96
4.2.1. Acier peint.....	97
4.2.2. Tungstène peint.....	101
4.2.3. Conclusion sur l'étalonnage avec le dispositif n°1.....	102
4.3. Étalonnage avec le dispositif n°2	103
4.3.1. Présentation de l'expérience.....	103
4.3.2. Nickel	106
4.3.3. Fer	112
4.3.4. Analyse des résultats sur l'étalonnage utilisant l'induction	115
4.3.5. Conclusion sur l'étalonnage avec le dispositif n°2.....	116
4.4. Étalonnage à l'aide du dispositif à hautes températures	117
4.4.1. Essai sur le cuivre.....	118
4.4.2. Essai sur du nickel.....	120
4.4.3. Fer	123
4.4.4. Chrome	125
4.4.5. Niobium	126
4.4.6. Conclusion sur l'étalonnage avec le dispositif à hautes température.....	129
4.5. Conclusion sur l'étalonnage du pyromètre	130

4.1. Rappel des procédures d'étalonnage

L'objectif de ce travail de thèse est double. Tout d'abord, comme nous l'avons vu dans le chapitre 1, nous voulons travailler sur la caractérisation des matériaux et avons développé un dispositif permettant d'atteindre des hautes températures. Ensuite, la mesure de température par pyrométrie multispectrale doit être appliquée à plusieurs dispositifs, d'une part pour de la mesure de température autour des bains de soudage et, d'autre part, pour le suivi en température du dispositif à hautes températures développé et décrit dans le chapitre 3. Ainsi, le pyromètre, présenté dans le chapitre 2, doit être étalonné dans les différents contextes expérimentaux.

Pour rappel, l'expression du flux théorique $\Phi_i^{th}(T)$ reçu par le pyromètre pour chaque chemin optique est donnée par la relation :

$$\Phi_i^{th}(T) = F_{12} s \int_0^\infty \varepsilon(\lambda, T) \alpha_{atm}(\lambda, T) M^0(\lambda, T) H_{M_i} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{\bar{\lambda}_i - \lambda}{\sigma_i} \right)^2} d\lambda \quad (4.1)$$

où F_{12} est le facteur de forme, s la surface, $\varepsilon(\lambda, T)$ l'émissivité, $\alpha_{atm}(\lambda, T)$ le facteur d'absorption de l'atmosphère, $M^0(\lambda, T)$ l'émittance et $H_{M_i} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{\bar{\lambda}_i - \lambda}{\sigma_i} \right)^2}$ la fonction de transfert pour chaque filtre i représenté sous la forme d'une fonction gaussienne d'amplitude H_{M_i} , de longueur d'onde moyenne $\bar{\lambda}_i$ et d'écart type σ_i . Les différents acteurs de cette équation sont notés sur la Figure 4.1.

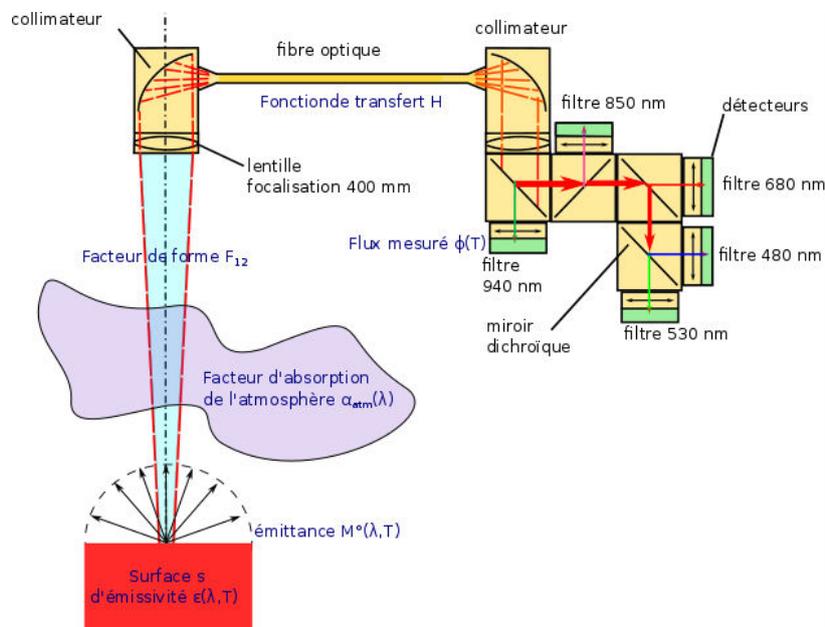


Figure 4.1 : schéma de principe des différents acteurs lors de l'utilisation du pyromètre polychromatique.

Certaines grandeurs de l'équation (4.1) ont été discutées dans le chapitre 2 et sont à présent considérées comme connues :

- Suite à l'étude sur la machine Gleeble présentée dans le paragraphe 2.3, le facteur d'absorption $\alpha_{atm}(\lambda, T)$ est négligé dans le cas de courtes distances (sans présence de flamme ni de plasma – point qui pourra être discuté dans le cadre du soudage).
- La surface s et le facteur de forme F_{12} sont calculables et les incertitudes associées ont été présentées au paragraphe 2.3.
- La longueur d'onde moyenne $\bar{\lambda}_i$ et l'écart-type σ_i de la loi de Gauss ont été estimés par moindres-carrés au paragraphe 2.2.

Les flux expérimentaux $\Phi_i^{exp}(T)$ devant servir à estimer la température et l'émissivité, le dernier paramètre inconnu est l'amplitude H_{M_i} de chaque chemin optique. Un étalonnage est ainsi nécessaire au cours duquel la température et l'émissivité doivent être fixées. En ce sens, deux dispositifs – notés n°1 et n°2 dans le Tableau 4-2– ont été développés parallèlement à celui détaillé au chapitre 2. Systématiquement, l'objectif est de chauffer la surface d'un matériau dont l'émissivité est connue à une température qui permette d'obtenir assez de signal exploitable pour les cinq détecteurs.

Le principe de l'étalonnage est le suivant. Pour une température et une émissivité données et connues, l'estimation de H_{M_i} s'effectue par minimisation de la fonctionnelle suivante entre les flux radiatifs théorique Φ_i^{th} et expérimental Φ_i^{exp} et pour chaque chemin optique i :

$$J_i = \int_0^{t_f} |\Phi_i^{th}(H_{M_i}) - \Phi_i^{exp}|^2 dt \quad (4.2)$$

Le Tableau 4-2 fait le bilan des valeurs retenues des facteurs de forme (détaillées dans le Tableau 4-1), des surfaces, des températures atteintes ainsi que des émissivités en citant les références utilisées. Entre autres critères économiques, le choix des matériaux s'est appuyé sur plusieurs critères comme leur température de fusion ou encore leur capacité à réagir avec leur support. La Figure 4.2 présente une échelle de température de fusion des matériaux testés du cuivre au niobium qui permettent d'étalonner de deux à cinq chemins optiques.

lentille de focale 150 mm : données (mm)				lentille de focale 400 mm : données (mm)			
R2 (surface émettrice)	1	dR2	0,1	R2 (surface émettrice)	2,6	dR2	0,1
d	150	dd	1	d	400	dd	1
R1 (surface réceptrice)	11,5	dR1	0,1	R1 (surface réceptrice)	11,5	dR1	0,1
FF	5,84E-03	dF12	1,32E-03	FF	8,26E-04	dF12	7,08E-05
		dF12/F12	22,53%			dF12/F12	8,58%
surface	3,14E-06	ds	6,28E-07	surface	2,12E-05	ds	1,63E-06
		ds/s	20,00%			ds/s	7,69%

Tableau 4-1 : calcul d'incertitude sur les mesures géométriques.

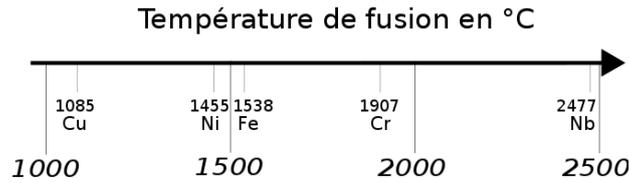


Figure 4.2 : température de fusion des corps purs utilisés pour l'étalonnage.

dispositif	n°1		n°2		hautes températures			
matériaux testés	acier peint	tungstène peint	nickel	fer	nickel	fer	chrome	niobium
surface s (10^{-6} m^2)	3,14	21,37	21,37		6,03			
facteur de forme $F_{12} \times 10^5$	584,3	76,25	76,25		6,57			
émissivité $\epsilon(\lambda, T)$	0.85	0.85	(Watanabe et al., 2003b)		Voir paragraphe 3.5.7.3			
température θ (°C)	entre 900 et 1 100	2 000	1 455	1 538	1 455	1 538	1 907	2 477
numéro du filtre étalonné	4 et 5	1 à 5	3 à 5	3 à 5	3 à 5	3 à 5	1 à 5	1 à 5

Tableau 4-2 : bilans des valeurs retenues des différents paramètres lors de l'étalonnage.

4.2. Étalonnage à l'aide du dispositif n°1

La Figure 4.4 représente un schéma et une photographie du dispositif n°1. Un métal est chauffé sur sa face arrière à l'aide d'un chalumeau (mélange oxygène acétylène). La face avant est instrumentée de thermocouples puis recouverte d'une peinture à base de noir carbone. Cette peinture possède une émissivité de $0,85 \pm 0,05$ (mesures spectroradiométriques réalisées au laboratoire à 20 °C présentées en Figure 4.3) et considérée *a priori* constante jusqu'à sa température limite d'utilisation définie à 1 100 °C (Touloukian and DeWitt, 1970).

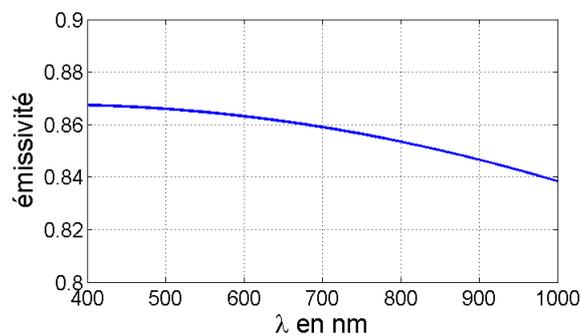


Figure 4.3 : émissivité de la peinture pulvegraph D31 A de chez Acheson.

Le pyromètre vise une surface entre les thermocouples. Deux matériaux de géométries différentes sont testés : une plaque d'acier et un cylindre de tungstène, ce qui modifie légèrement la configuration expérimentale. Pour minimiser le bruit, le pyromètre a été placé entièrement dans un caisson métallique (configuration qui est retenue pour l'ensemble des essais). De plus, les expériences montrent qu'en deçà de 30 nW, les signaux ne sont pas exploitables en raison d'un faible rapport signal sur bruit. Par ailleurs, le chauffage par le chalumeau est effectué manuellement par l'expérimentateur, ce qui explique les brusques variations de flux observables sur la Figure 4.5.

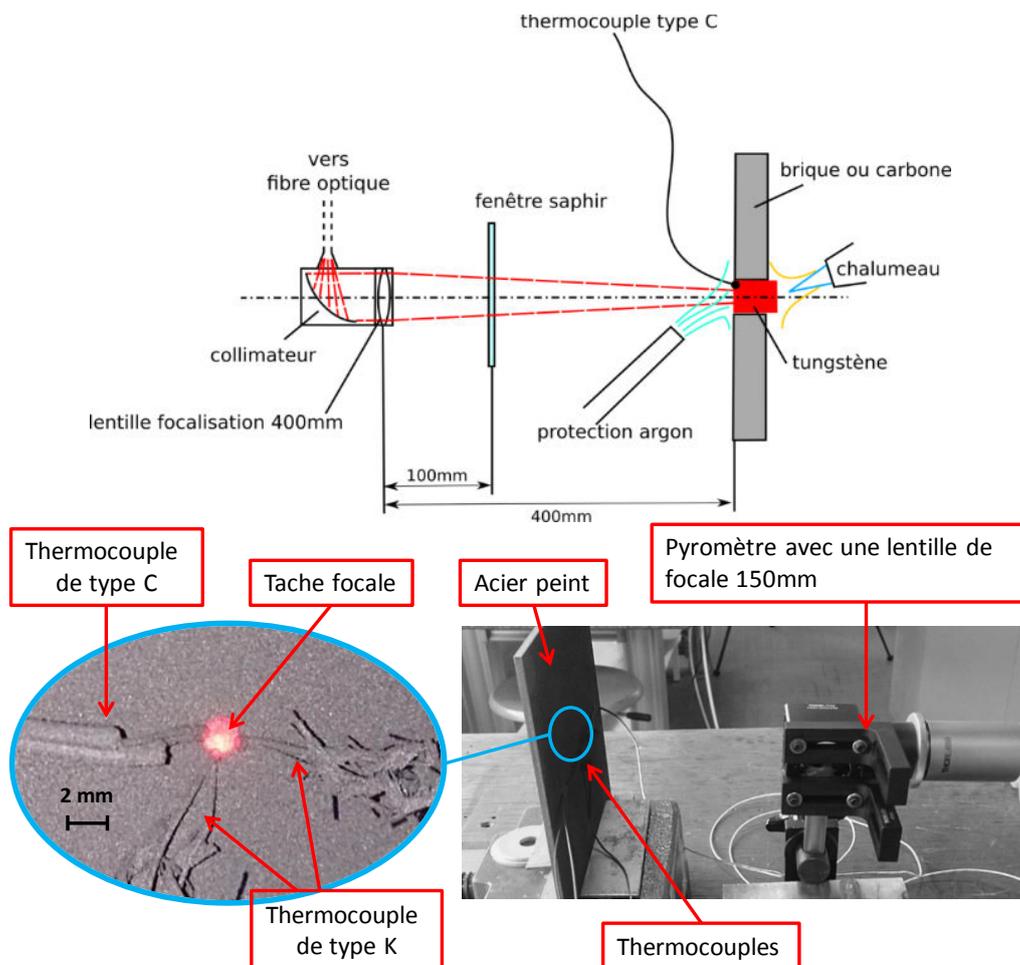


Figure 4.4 : présentation du dispositif n°1.

4.2.1. Acier peint

La plaque d'acier, d'une épaisseur de 3 mm, est instrumentée de trois thermocouples : un thermocouple de type C et deux de type K. Un des deux thermocouples de type K ajuste le positionnement de la flamme de manière à ne pas dépasser 1 100 °C (température proche de la limite d'utilisation des thermocouples de type K). Le pyromètre, placé à 150 mm de la plaque, vise une tache de 2 mm de diamètre (Figure 4.4). Un exemple de résultats expérimentaux est présenté sur la Figure 4.5. Parmi les signaux bruts mesurés, seuls les flux Φ_4^{exp} et Φ_5^{exp} offrent des mesures suffisamment élevées pour être exploitables.

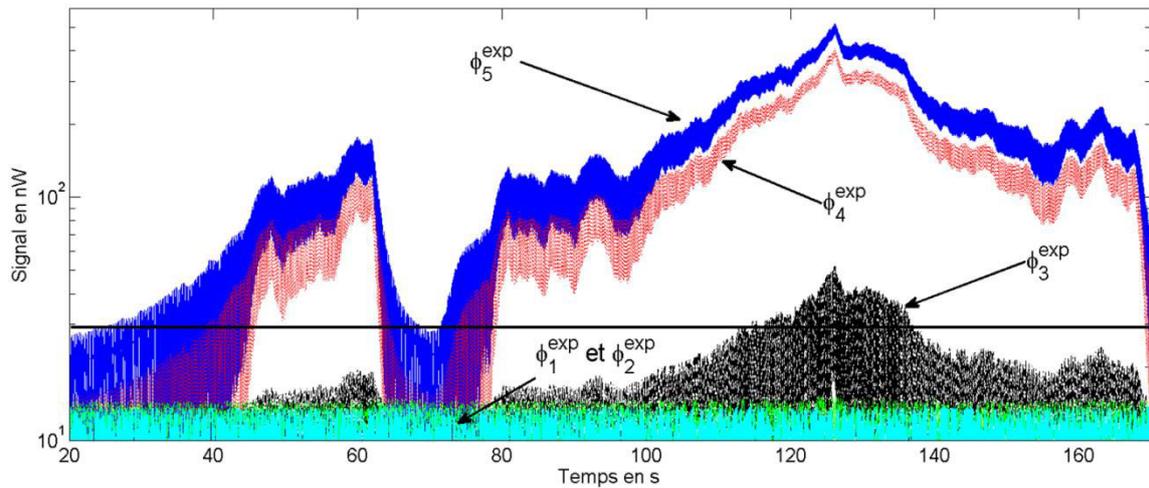


Figure 4.5 : signaux enregistrés lors de l'essai de chauffe sur la plaque d'acier peinte.

Le calcul des amplitudes H_{M_i} s'effectue en ne considérant que les températures supérieures à 1 000 °C. Ce calcul a été réalisé de manière à minimiser la fonctionnelle (4.2) avec l'émissivité fixée à 0,85 et la température comme étant celle donnée par le thermocouple de type K. De plus, une estimation pas à pas en fonction du temps est réalisée (Figure 4.6). Enfin, une valeur moyenne de H_{M_i} et de son écart-type sont calculés.

Ainsi les amplitudes estimées pour les chemins optiques 4 et 5 sont respectivement $H_{M_4} = 0,2463 \pm 0,0188$ soit à 7,7 % près et $H_{M_5} = 0,2793 \pm 0,0234$ soit à 8,4 % (code de calcul en annexe 7.2). En intégrant les erreurs systématiques (facteur de forme, surface, forme des filtres), les amplitudes H_{M_i} sont définies avec une incertitude plus importante : 56,2 % et 56,9 % respectivement pour H_{M_4} et H_{M_5} , démontrant ainsi la nécessité de quantifier précisément les grandeurs géométriques.

La Figure 4.6 trace les deux températures T_4 et T_5 retrouvées en fonction du temps à l'aide des amplitudes moyennes estimées précédemment. L'écart moyen entre la température mesurée à l'aide du pyromètre et celle mesurée avec le thermocouple au-delà de 900 °C est de 8 °C avec un écart maximal de 27 °C.

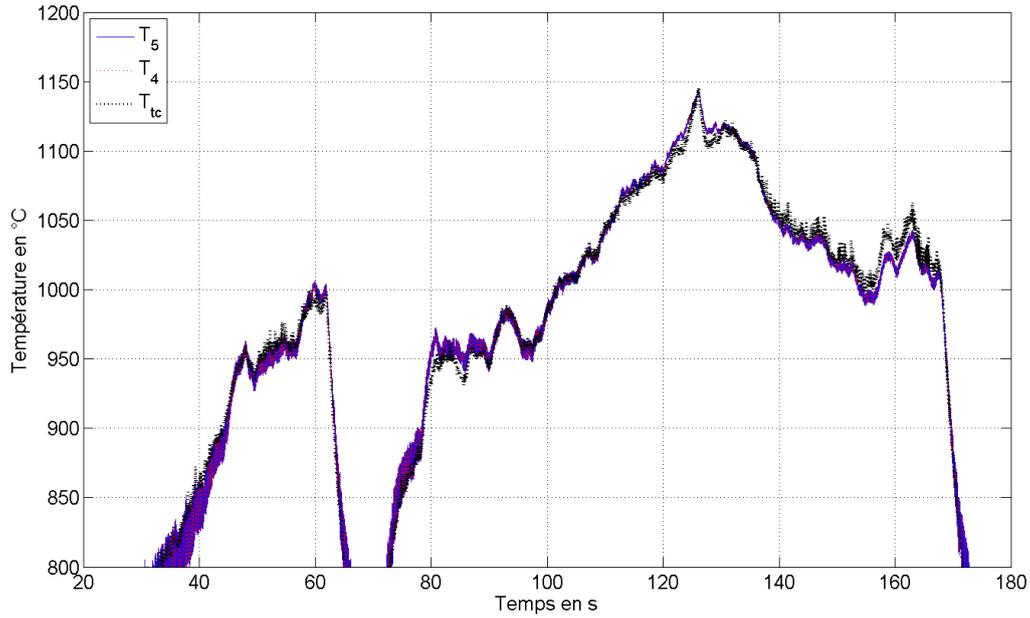


Figure 4.6 : températures calculées après étalonnage.

La forte incertitude liée à la géométrie (22,53 % pour le facteur de forme et 20 % pour la surface) incite à utiliser une technique bichromatique pour corroborer les premiers résultats.

L'étalonnage par méthode bichromatique peut se faire en estimant un ratio (ici $\frac{H_{M_5}}{H_{M_4}}$). Pour des raisons de calcul, il est plus simple de calculer un terme en fonction de l'autre tel que $H_{M_5} = \beta H_{M_4}$ avec β le coefficient à estimer. Ainsi la fonction à minimiser est exprimée selon (4.3) :

$$coef_{\lambda_i} = \frac{\phi_i^{exp}}{\phi_j^{exp}} - \frac{\int_{\lambda_i-\delta\lambda}^{\lambda_i+\delta\lambda} H_{M_{\lambda_i}} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{\lambda-\bar{\lambda}_i}{\sigma_{\lambda_i}^2}\right)^2} \frac{C_1 \lambda_i^{-5}}{\frac{C_2}{e^{\lambda_i T-1}}}}{\int_{\lambda_j-\delta\lambda}^{\lambda_j+\delta\lambda} \beta H_{M_{\lambda_j}} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{\lambda-\bar{\lambda}_j}{\sigma_{\lambda_j}^2}\right)^2} \frac{C_1 \lambda_j^{-5}}{\frac{C_2}{e^{\lambda_j T-1}}}} \quad (4.3)$$

Dans le cas présenté précédemment, les valeurs de β sont présentées sur la Figure 4.7 (code de calcul en annexe 0).

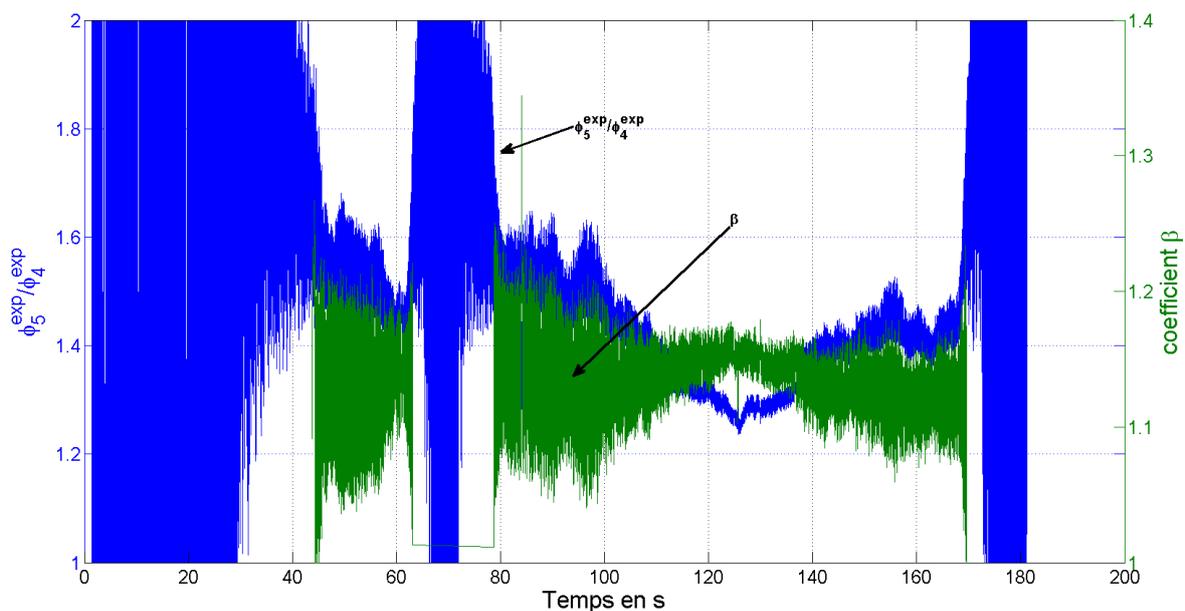


Figure 4.7 : calcul du coefficient β pour les températures supérieures à 900 °C.

La Figure 4.7 montre que le calcul du coefficient β est plus précis lorsque le signal est plus fort (entre 110 et 140 s). Le calcul indique alors que la valeur de β est $1,15 \pm 0,02$. D'après l'étalonnage monochromatique réalisé précédemment, la valeur de β est de $\frac{0,2793}{0,2463} = 1,13$, soit un écart de 0,01. Le faible écart entre les deux calculs laisse penser que l'incertitude sur le facteur géométrique a certainement été surestimée dans ce cas.

Comme le pyromètre est amené à travailler dans des configurations différentes, c'est-à-dire avec d'autres fenêtres de protection et d'autres lentilles dont les propriétés optiques sont différentes, la transmittivité de la lentille de 150 mm utilisée pour cette expérience est retirée des valeurs de H_{M_i} (mesure par spectroradiométrie effectuée au laboratoire présentée en Figure 4.8).

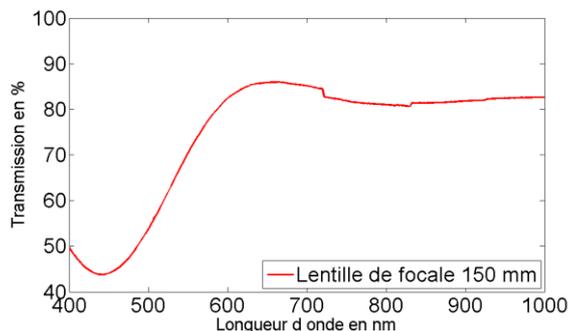


Figure 4.8 : Transmission de lentille de focale 150 mm.

En supposant que l'incertitude due à la lentille est négligeable (données «constructeur»), les valeurs des amplitudes sont finalement $H_{M_4} = 0,343 \pm 0,193$ soit à 56,2 % près et $H_{M_5} = 0,299 \pm 0,170$ soit à 56,9 % près (Tableau 4-3). La Figure 4.9 présente finalement les valeurs

étalonnées en comparaison de celles obtenues à partir des données «constructeur» selon l'équation 2.33.

Étalonnage de H_m à l'aide de la plaque d'acier peinte		Incertitude
		$\frac{\Delta\sigma}{\sigma} + \frac{\Delta\varepsilon}{\varepsilon} + \left(\frac{\Delta F_{12}}{F_{12}} + \frac{\Delta s}{s}\right)$
H_{M_5}	0,2988	$7,7 + 5,9 + 42,6 = 56,2 \%$
H_{M_4}	0,3430	$8,4 + 5,9 + 42,6 = 56,9 \%$

Tableau 4-3 : résumé de l'étalonnage sur la plaque peinte.

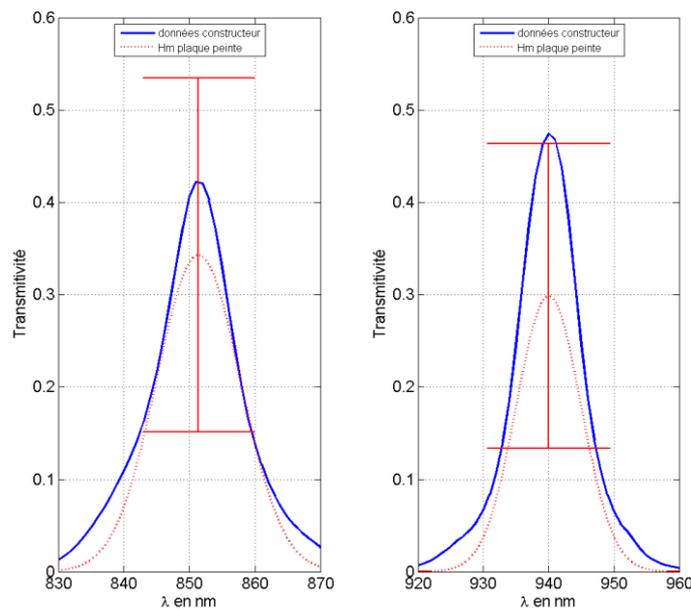


Figure 4.9 : étalonnage avec la plaque peinte.

4.2.2. Tungstène peint

Suite au premier étalonnage pour les chemins optiques 4 et 5 lors d'essais sur la plaque d'acier, une expérience similaire a été préparée avec une barre de tungstène de manière à pouvoir monter plus haut en température (2 300 °C environ) et étalonner ainsi les autres chemins optiques. Une barre de tungstène est recouverte d'une peinture à base de carbone d'émissivité connue et est équipée de deux thermocouples de type C sertis.

Lors de l'expérience présentée sur la Figure 4.10, malgré un signal supérieur à 30 nW, l'étalonnage ne peut pas être réalisé. En effet, une mauvaise accroche de la peinture sur le tungstène est constatée, impliquant une dégradation totale de celle-ci dès 1 000 °C. Par ailleurs, les écarts de mesure entre les deux thermocouples sertis étant de l'ordre de 200 °C à 2 000 °C, la précision de la mesure de température est jugée insuffisante pour un étalonnage.

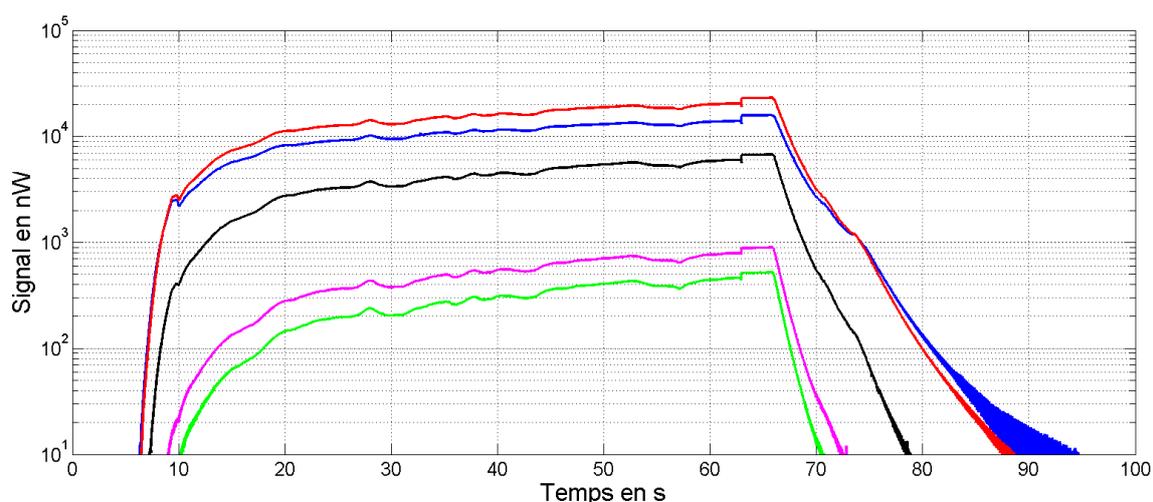


Figure 4.10 : évolution des flux et des températures mesurés lors d'une expérience avec un barreau de tungstène.

4.2.3. Conclusion sur l'étalonnage avec le dispositif n°1

L'utilisation de peinture d'émissivité connue a permis un étalonnage des chemins optiques 4 et 5 entre 900 °C et 1 000 °C avec une précision évaluée autour de 50 % (Tableau 4-4). Une température plus élevée peut permettre d'étalonner les autres chemins, cependant, la peinture se détériore et l'utilisation de métaux à très hauts points de fusion (tungstène) pose des problèmes quant à l'instrumentation en thermocouple. L'utilisation de peinture étant écartée, la connaissance de l'émissivité peut être connue grâce à la littérature, cependant, l'état de surface du matériau jouant un rôle prépondérant, ces données ne semblent pas utilisables pour des matériaux solides. À l'état liquide et à une température donnée, l'état de surface est le même.

Expérience	H_{M_5}	H_{M_4}	H_{M_3}	H_{M_2}	H_{M_1}
Plaque peinte	0,2988 ± 56,2 %	0,3430 ± 56,9 %	X	X	X

Tableau 4-4 : étalonnage réalisé à l'aide d'un chalumeau.

Le paragraphe suivant présente l'utilisation du second dispositif grâce auquel des métaux purs testés sont chauffés par induction jusqu'à leur température de fusion et au-delà. Ce procédé a pour objectif de ne pas instrumenter les échantillons et d'éviter un biais de mesure par intrusion de la sonde. Cependant, si la température de fusion des métaux purs est bien connue dans la littérature, c'est moins le cas en ce qui concerne celle de l'émissivité. C'est pourquoi l'utilisation de la littérature pour la connaissance de l'émissivité à la température de fusion d'un corps pur avant solidification semble un choix pertinent pour un étalonnage entre 1 500 °C et 2 500 °C.

4.3. Étalonnage avec le dispositif n°2

4.3.1. Présentation de l'expérience

L'objectif est d'étalonner le pyromètre sans instrumentation en thermocouple grâce à des métaux purs portés à très hautes températures par chauffage inductif. L'étalonnage se fait par l'observation des plateaux de fusion et de solidification de ces métaux afin de pouvoir valider la reproductibilité de l'opération à différents niveaux de température. Deux métaux sont testés, le nickel et le fer.

Un échantillon métallique est placé dans un creuset en nitrure de bore puis chauffé par induction (voir Figure 4.11). Une mesure pyrométrique s'effectue sur la surface supérieure de l'échantillon. La tâche visée par le pyromètre est mesurée comme ayant un diamètre de 5,2 mm. Une photographie est prise après mesure pour vérifier l'emplacement de la zone visée (Figure 4.12) laquelle est supposée plane. Un film est réalisé pour chaque essai afin de visualiser l'évolution de l'échantillon au cours de la fusion et de la solidification. Enfin, de l'argon est soufflé sur l'échantillon pour limiter les phénomènes d'oxydation.

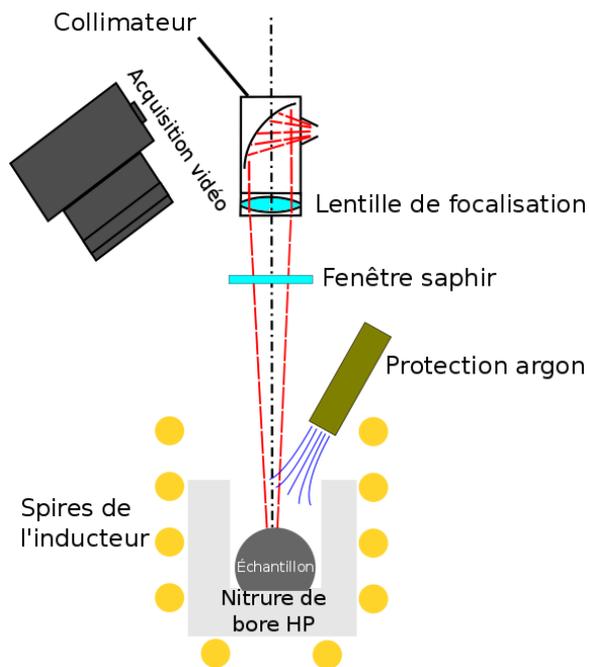


Figure 4.11 : schéma de l'expérience.



Figure 4.12 : zone de mesure.

Les températures de solidification du nickel et du fer sont, respectivement, de 1 455 °C et de 1 538 °C. Les émissivités du nickel et du fer sont extraites de (Watanabe *et al.*, 2003b) que les auteurs estiment avec 5 % d'incertitudes (Figure 4.13 et Figure 4.14). À partir des données graphiques de la publication, l'émissivité du nickel liquide a été interpolée par un polynôme d'ordre 4 dans la gamme spectrale de travail du pyromètre [0,4 μm – 1,1 μm] :

$$\varepsilon_{\lambda,liq}^{Ni} = a_0 + a_1\lambda + a_2\lambda^2 + a_3\lambda^3 + a_4\lambda^4 \quad (4.4)$$

dont les coefficients polynômiaux sont les suivants pour une longueur d'onde exprimée en mètre :

$$a_0 = 0,777\ 3 ; a_1 = -1,05 \times 10^6 ; a_2 = 9,033\ 9 \times 10^{11} ; a_3 = -4,070\ 7 \times 10^{17} ; a_4 = 7,432\ 2 \times 10^{22}.$$

En ce qui concerne l'émissivité du nickel solide et toujours selon la figure 4.13 de (Watanabe *et al.*, 2003b), il est considéré ici que :

$$\varepsilon_{\lambda,sol}^{Ni} = \varepsilon_{\lambda,liq}^{Ni} - 0,027 \quad (4.5)$$

L'émissivité du fer liquide a été interpolée par un polynôme du second ordre :

$$\varepsilon_{\lambda,liq}^{Fe} = a_0 + a_1\lambda + a_2\lambda^2 \quad (4.6)$$

de coefficients pour une longueur d'onde exprimée en mètre :

$$a_0 = 0,558\ 4 ; a_1 = -2,968\ 7 \times 10^5 ; a_2 = 8,072\ 1 \times 10^{10}.$$

Toujours selon le même principe, l'émissivité pour le fer solide est déduite de l'observation de la Figure 4.14 issue de (Watanabe *et al.*, 2003b) et il est considéré que :

$$\varepsilon_{\lambda,sol}^{Fe} = \varepsilon_{\lambda,liq}^{Fe} - 0,015 \quad (4.7)$$

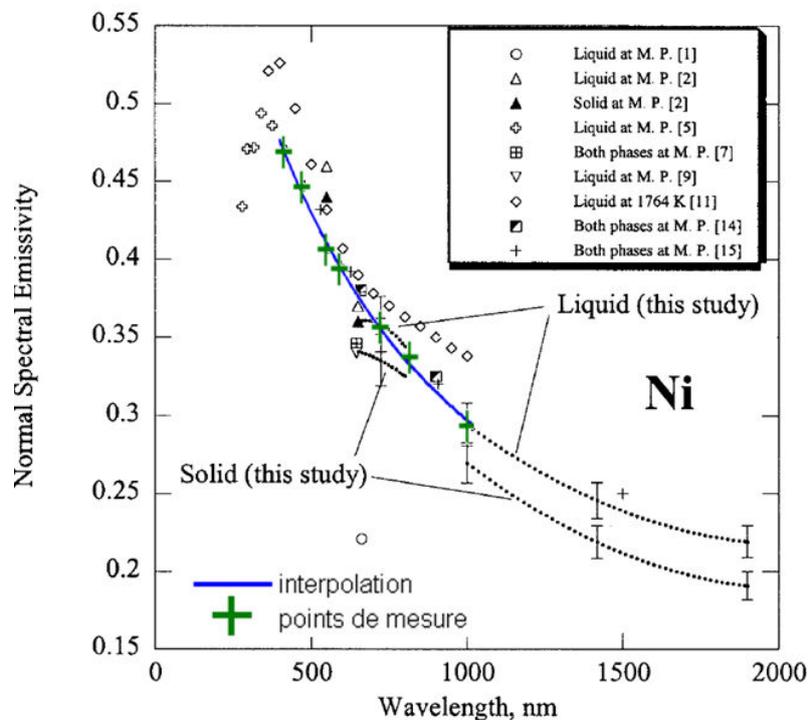


Figure 4.13 émissivité du nickel (Watanabe *et al.*, 2003b).

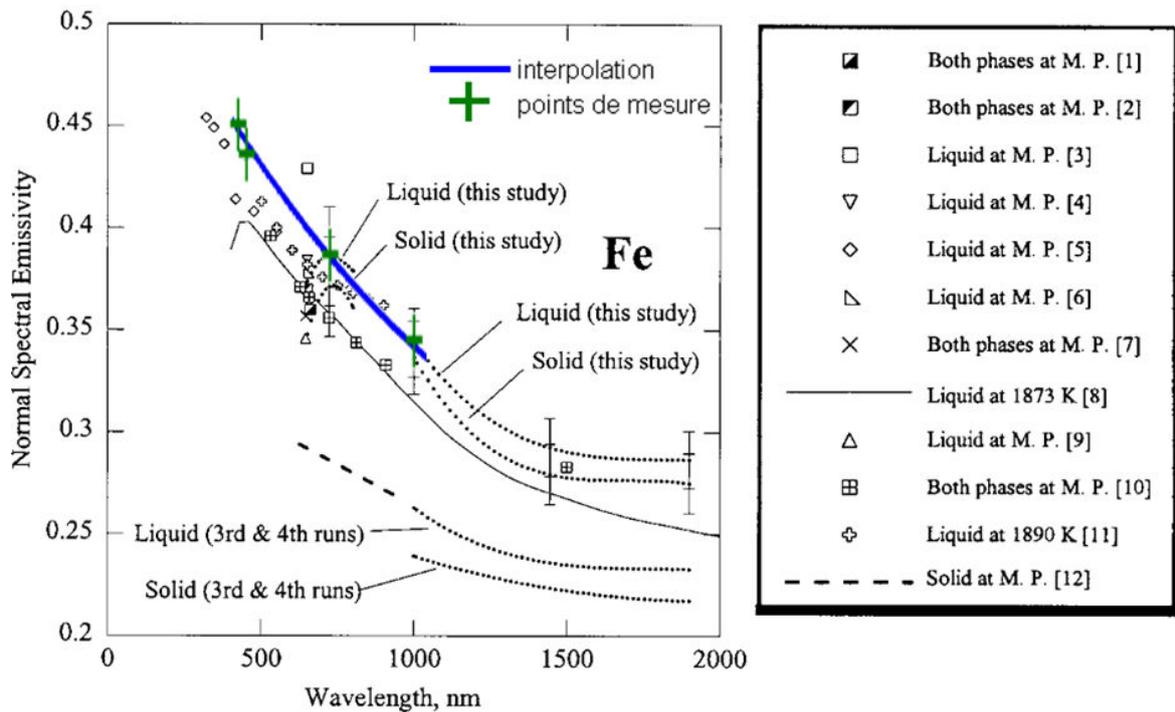


Figure 4.14 : émissivité du fer (Watanabe *et al.*, 2003b).

Lorsque la température de fusion est atteinte, un bain liquide est formé. Celui-ci est alors soumis à différentes forces, en particulier celles de Lorentz créées par l'inducteur. Le bain liquide prend alors la forme d'une ogive (Figure 4.15), dont la surface fluctue fortement. Il a été remarqué que lors de la chauffe, une puissance moindre entraîne des forces de Lorentz plus faibles et par conséquent un bain plus stable.

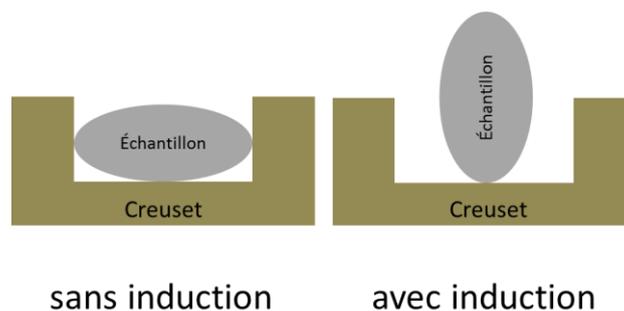


Figure 4.15 : schématisation de l'effet de l'induction sur un échantillon métallique liquide.

Parmi les dix essais réalisés sur le nickel, un seul est particulièrement pertinent grâce à son taux très faible d'oxyde à sa surface (Figure 4.12). Des essais avec du fer pur ont également été effectués, mais avec une oxydation plus rapide et plus importante (Figure 4.16) que pour le nickel.



Figure 4.16: exemple de fer oxydé.

4.3.2. Nickel

La Figure 4.17 présente un exemple d'évolution des cinq flux radiatifs au cours du temps lors d'une montée en température au-delà du point de fusion (étude du chauffage et du refroidissement du nickel). Initialement à l'état solide, les flux relevés augmentent de façon ininterrompue jusqu'à $t = 15$ s puis un plateau est observé. En parallèle, l'observation des films montre bien que l'échantillon commence à fondre vers 15 s en commençant par la base inférieure. Tant que les deux phases solide et liquide coexistent, les signaux restent stables, preuve de la présence du plateau de fusion (l'échantillon est supposé thermiquement mince avec une température homogène dans son volume). Une fois complètement fondu ($t = 57$ s), le nickel se décolle des parois et prend une forme ovoïdale (phénomène lié aux forces électromagnétiques principalement) ; les flux augmentent à nouveau jusqu'à l'arrêt brusque du chauffage ($t = 93$ s). Lorsque l'induction est arrêtée, le métal reprend une forme plane en surface. Entre $t = 105$ s et $t = 106$ s, nous notons une surfusion avant d'atteindre le plateau de solidification. Le flux ϕ_5^{exp} a quasiment doublé de valeur (de 455 nW à 830 nW) comme le montre la Figure 4.17.

C'est sur ce plateau que l'étalonnage est réalisé à l'aide de la relation (4.2) : dans cette expression, la température T est celle de fusion du nickel et l'émissivité ε est celle à l'état solide (4.5) et à l'état liquide (4.4). L'estimation des coefficients H_{M_i} est réalisée par moindres-carrés. Les résultats sont regroupés dans le Tableau 4-5.

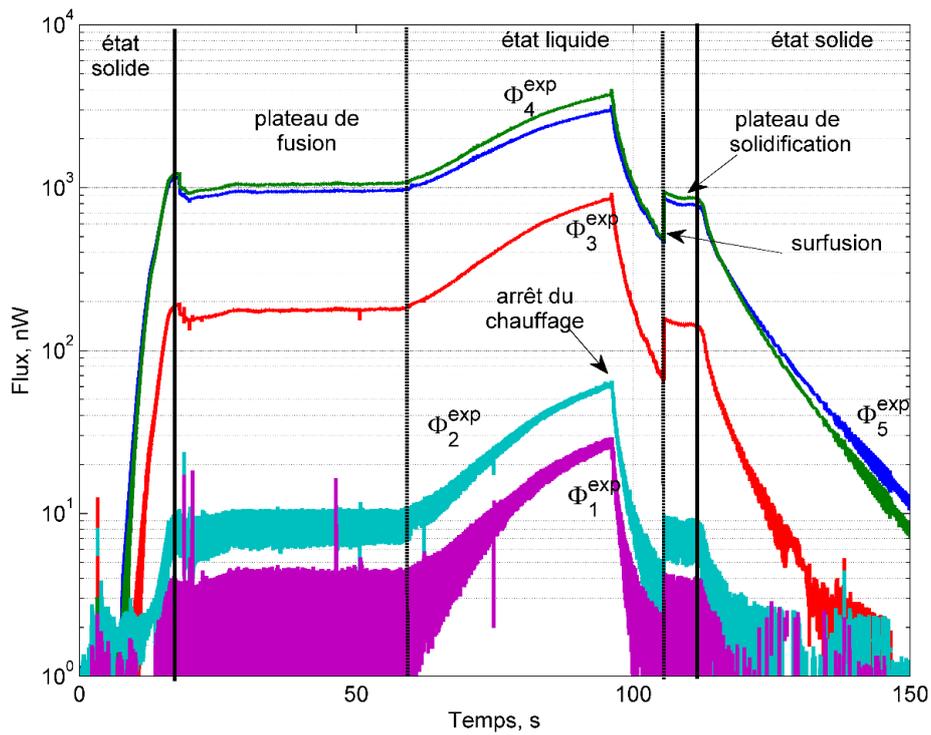


Figure 4.17 : flux radiatifs expérimentaux lors d'un essai sur du nickel.

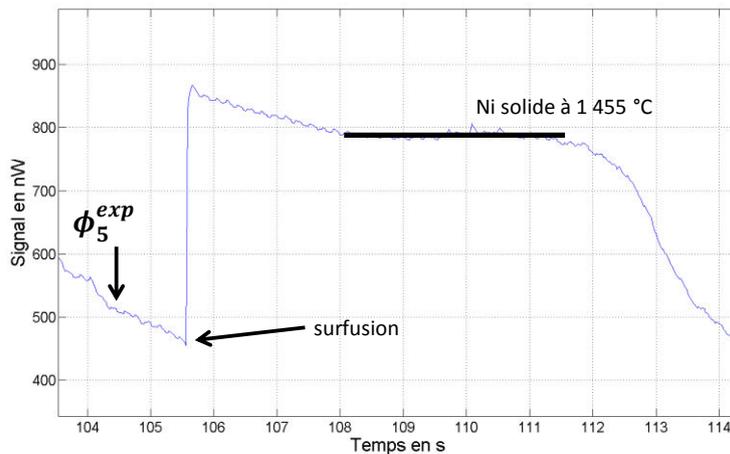


Figure 4.18 : zoom sur la solidification pour le chemin optique 5.

H_{M_i}	nickel liquide	nickel solide	moyenne
H_{M_5}	0,1946	0,1947	0,1946
H_{M_4}	0,2372	0,2364	0,2367
H_{M_3}	0,2068	0,2028	0,2048
H_{M_2}	0,0592	0,0786	0,0689
H_{M_1}	0,0278	0,1272	0,0775

Tableau 4-5: bilan des résultats des amplitudes estimées pour chaque chemin optique.

La première observation est que l'incertitude sur l'estimation de l'amplitude H_{M_i} est faible pour les chemins optiques 3, 4 et 5, et que celle des chemins optiques 1 et 2 est plus importante en raison du bruit de mesure (ratio signal/bruit) et d'un niveau de signal de l'ordre de la limite basse de détection du pyromètre (30 nW). À partir des amplitudes estimées pour les chemins optiques 3, 4 et 5, les tracés de la température au cours du temps (Figure 4.19) montrent trois courbes confondues du début à la fin de l'expérience, ce qui laisse penser que l'étalonnage du pyromètre est très satisfaisant pour ces trois chemins optiques. Le calcul de la température permet d'estimer un saut de température d'environ 100 °C lors de la surfusion, cette valeur est cohérente car inférieure à la celle maximale théorique de 490 °C pour le nickel pur (Belyaev, 1965).

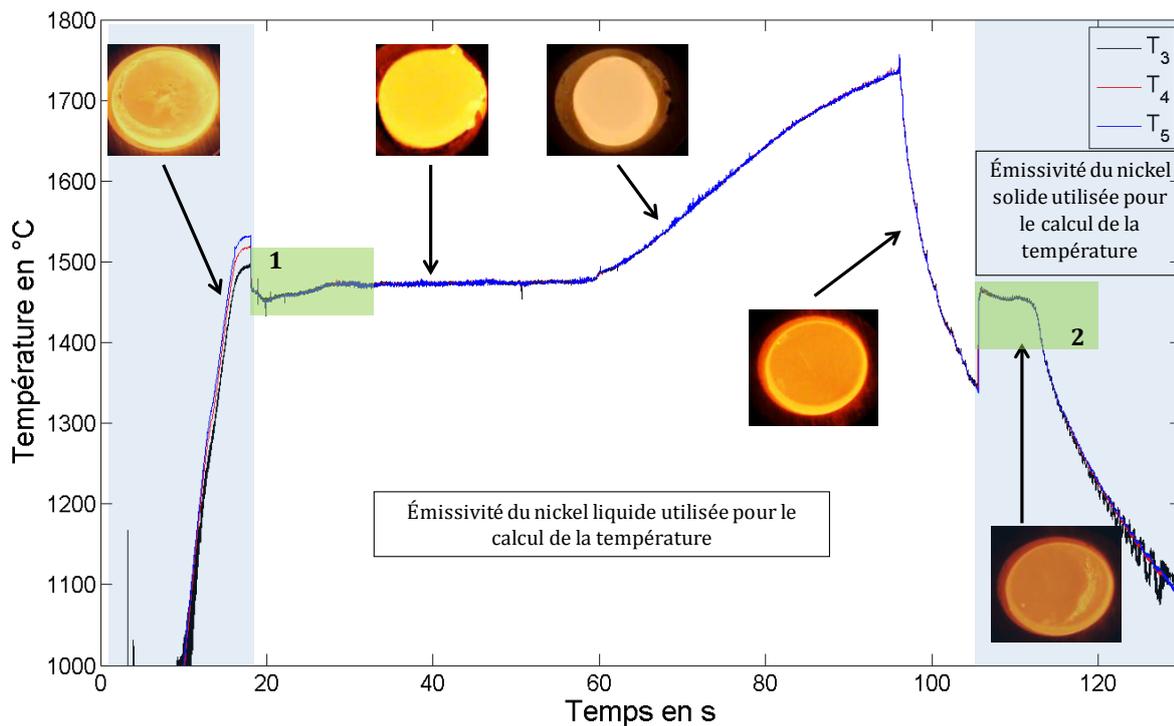


Figure 4.19 : Températures T_3 , T_4 et T_5 calculées à partir des amplitudes estimées.

En plus des 5 % d'incertitude sur l'émissivité assurée par les auteurs de (Watanabe *et al.*, 2003b), il faut ajouter celle liée à sa variation au cours du temps en raison de la présence d'oxyde ou de sa dépendance avec la température. Lesquelles modifient l'émissivité de manière différente pour chaque longueur d'onde et impliquent que les températures calculées aux différentes longueurs d'onde sont donc différentes (voir la partie solide avant la fusion de la Figure 4.19). Cette incertitude est difficilement quantifiable ; cependant, si l'on analyse la Figure 4.19, en phase liquide et à une émissivité donnée, la température est identique pour les trois longueurs d'onde à $\pm 0,2$ % quelle que soit la température en phase liquide. Il est donc possible d'en déduire que la présence d'oxyde est négligeable et que l'évolution de l'émissivité en fonction de la température est également négligeable. La différence de $\pm 0,2$ % est attribuée au bruit de mesure. Le même raisonnement peut être utilisé pour démontrer que l'évolution du facteur de forme en fonction du déplacement de la surface libre est négligeable.

L'incertitude sur les facteurs géométriques (16,8 %) se répercute également directement sur l'étalonnage (paragraphe 2.3). Finalement, l'incertitude de mesure est donc 22,0 %, c'est-à-dire la somme des incertitudes sur l'émissivité (5 %), sur le signal mesuré (0,2 %), sur la surface visée et sur les facteurs géométriques.

L'analyse des températures entraîne des interrogations sur les paliers qui représentent les températures de fusion et de solidification (zones 1 et 2 en vert sur la Figure 4.19).

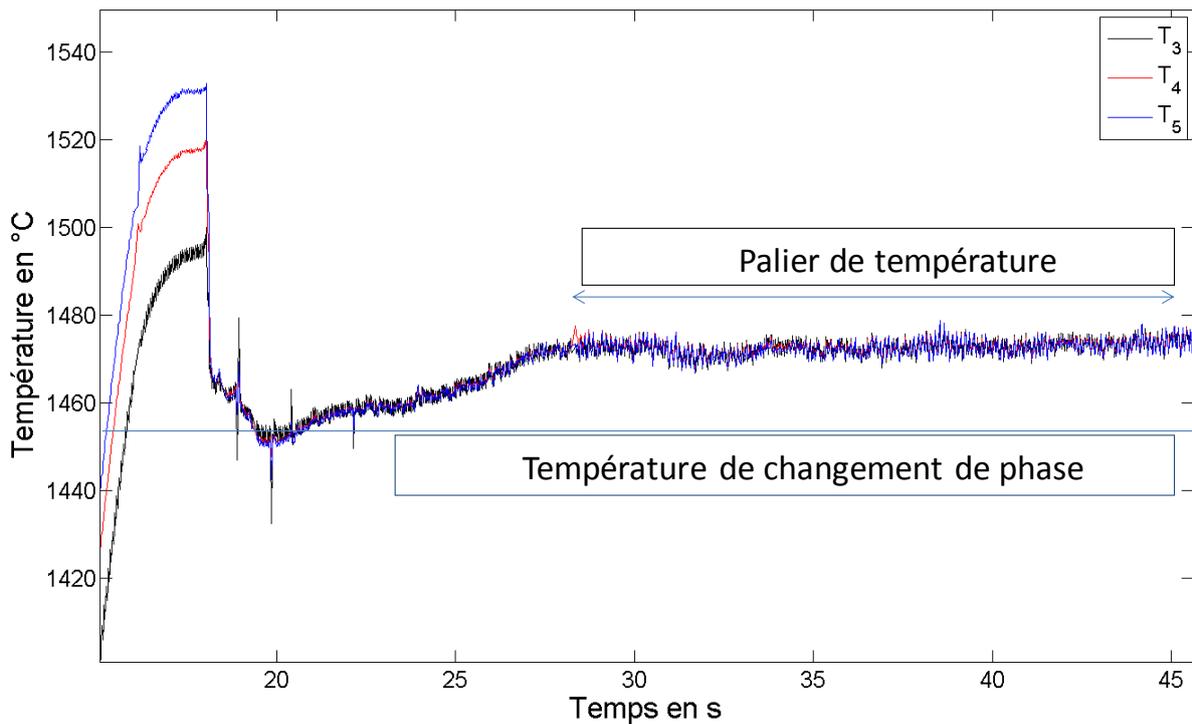


Figure 4.20 : zoom sur la température de la zone 1 de la Figure 4.19.

Il existe un écart d'environ 15 °C entre la température de changement de phase et le palier de température. Cet écart ne peut pas être dû à une variation de l'émissivité ou à une variation du facteur de forme puisque les températures calculées sont les mêmes. Cette différence de température est donc réellement un écart de température et non un artefact lié au calcul. L'hypothèse avancée pour expliquer cet écart est lié au chauffage par induction. En effet, ce mode de chauffage transmet 95 % de sa puissance dans l'épaisseur de peau. Dans le cas du nickel et pour une fréquence de l'ordre 350 kHz, cela représente une épaisseur inférieure à 250 μm . L'écart entre le palier et la température de changement de phase est donc lié au fait que la surface chauffe et transmet son énergie à l'intérieur de l'échantillon qui est en cours de changement de phase et cette transmission crée un écart de 15 °C entre la surface et le centre de l'échantillon.

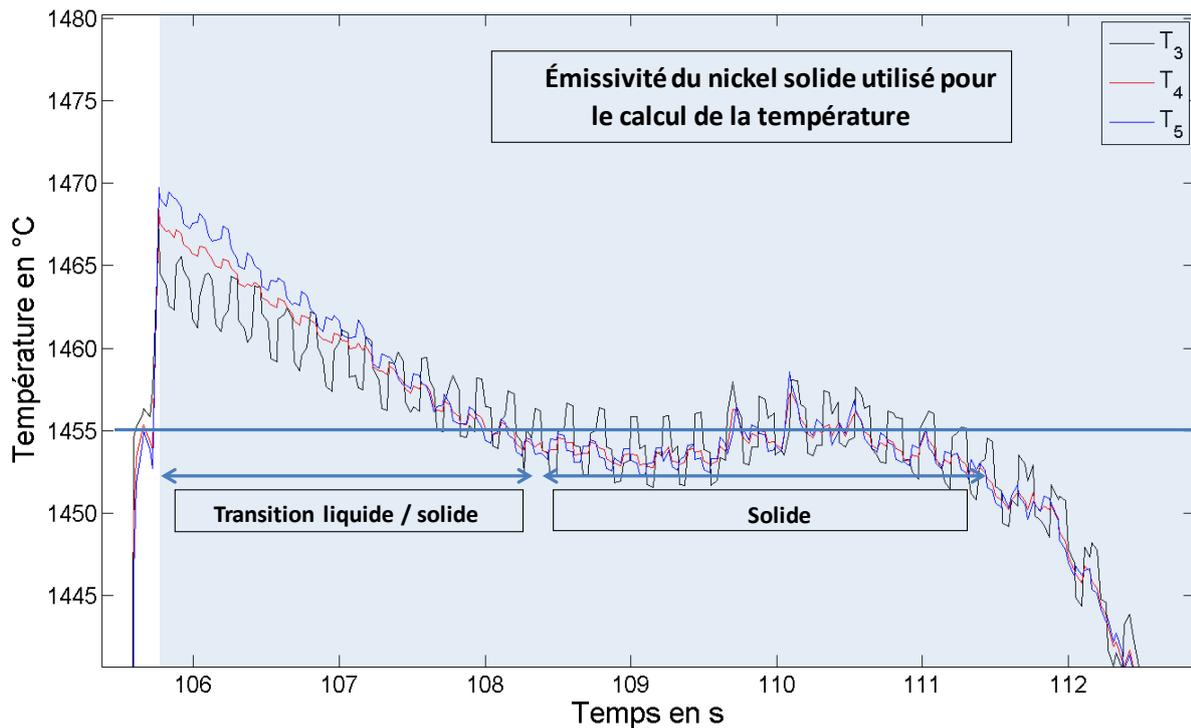


Figure 4.21 : zoom sur la température de la zone 2 de la Figure 4.19.

Le zoom sur la zone 2 (Figure 4.21) montre que le palier est bien à 1 455 °C en zone liquide. La brusque élévation de température est due à un artefact numérique. En effet, l'émissivité varie brutalement du modèle d'émissivité liquide à celui de solide entre la zone blanche et la zone bleue. En réalité, ce passage du liquide au solide est progressif et dure environ 3,5 s. Cela est confirmé par le fait que les trois températures sont à nouveau identiques après 109 s.

À noter que les trois températures ne sont plus identiques entre 106 s et 109 s puisque l'émissivité est fautive.

Comme selon l'équation 4.9, l'émissivité ne varie pas en fonction de la température, il est possible de faire un étalonnage des deux chemins optiques restants (1 et 2) en utilisant la partie de la mesure où la température et les flux sont les plus élevés ($T = 1\,734\text{ °C}$), $\Phi_1^{exp} = 25,8\text{ nW}$ et $\Phi_2^{exp} = 58,7\text{ nW}$. Les amplitudes estimées sont $H_{M_1} = 0,0821$ et $H_{M_2} = 0,0725$. La restitution en termes de températures données (code de calcul en annexe 7.1) pour les cinq chemins optiques est présentée sur la Figure 4.22.

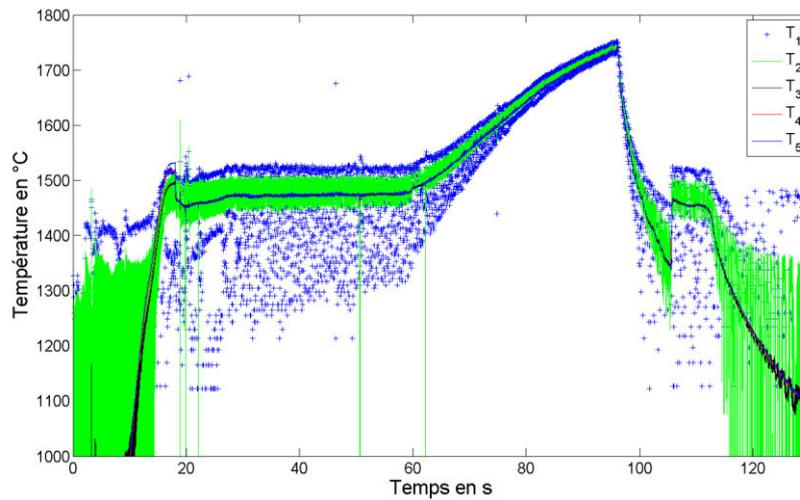


Figure 4.22 : températures calculées pour chaque chemin optique.

La Figure 4.22 montre que le bruit de mesure entraîne une incertitude sur les chemins optiques 1 et 2 bien plus importante que pour les trois autres. Cette constatation a été attribuée à un manque de signal pour l'étalonnage.

Comme avec le dispositif n°1, la présence de la fenêtre saphir et de la lentille de focalisation de 400 mm n'étant permanente, leurs transmittivités spectrales (Figure 4.23 et Figure 4.24) sont retirées et les amplitudes corrigées en conséquence (Tableau 4-6).

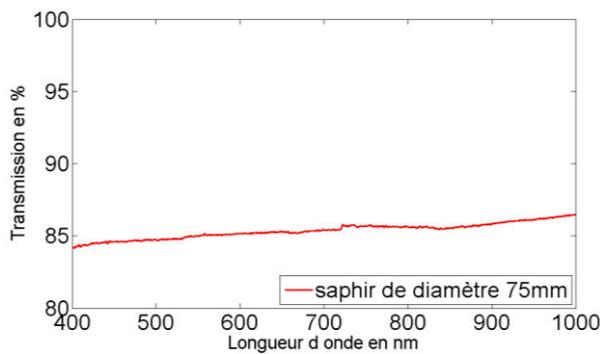


Figure 4.23 : transmission du saphir de 2 mm d'épaisseur.

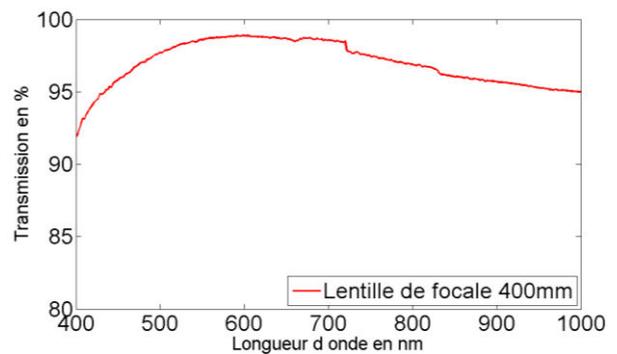


Figure 4.24 : transmission de lentille de focale 400 mm.

H_{M_5}	0,2369	$\pm 22,0 \%$
H_{M_4}	0,2883	$\pm 22,3 \%$
H_{M_3}	0,2538	$\pm 26,2 \%$
H_{M_2}	0,0906	$\pm 31,6 \%$
H_{M_1}	0,1042	$\pm 43,0 \%$

Tableau 4-6 : récapitulatif des amplitudes estimées à l'aide du dispositif n°2 avec un échantillon de nickel.

En supposant que l'incertitude due à la transmission du saphir et de la lentille est négligeable (valeurs tirées des données «constructeur»), les valeurs de H_{M_i} sans lentille et sans fenêtre saphir sont donc :

Étalonnage de H_M Nickel4		
H_{M_5}	0,2369	± 22 %
H_{M_4}	0,2883	± 22,3 %
H_{M_3}	0,2538	± 26,2 %
H_{M_2}	0,0906	± 31,6 %
H_{M_1}	0,1042	± 43 %

De la même manière que pour la plaque d'acier peinte (dispositif n°1), une vérification par méthode bispectrale des facteurs géométriques peut se faire de manière à contrôler les ratios entre les différentes amplitudes ($H_{M_5} = \beta_i H_{M_i}$). Cependant, l'émissivité du nickel n'est pas constante en fonction de la longueur d'onde, elle est donc prise en compte lors du calcul de β_j selon l'équation (4.5).

Les valeurs de β_j calculées sont donc :

λ_j	β_j pour un étalonnage monochromatique	β_j pour un étalonnage bichromatique	Température d'étalonnage
850	1,22	$1,59 \pm 0,01$	1 455 °C
680	1,05	$0,89 \pm 0,01$	1 455 °C
530	0,37	$0,30 \pm 0,01$	1 734 °C
480	0,42	$0,31 \pm 0,03$	1 734 °C

Les coefficients β_j monochromatiques sont différents des coefficients β_j bichromatiques. Les incertitudes liées aux facteurs géométriques sont donc à mettre en cause.

4.3.3. Fer

La Figure 4.25 présente un exemple de flux radiatifs mesurés lors du chauffage inductif d'un échantillon de fer. Le palier de fusion est atteint à $t = 14$ s et s'achève à $t = 24$ s. Visiblement, sous forme liquide, le fer émet moins. La vidéo montre de l'oxydation en surface, ce n'est donc pas un corps pur et l'expression de l'émissivité (4.11) n'est plus valable ; c'est celle de l'oxyde de fer qui est privilégiée à présent. Par contre, sous forme liquide, la couche d'oxyde disparaît de la zone de focalisation et c'est bien du fer pur qui est visé cette fois-ci. À l'arrêt du chauffage, c'est le palier de solidification (entre $t = 47$ s et $t = 51$ s), l'oxyde revient instantanément à la surface et provoque une hausse des flux enregistrés.

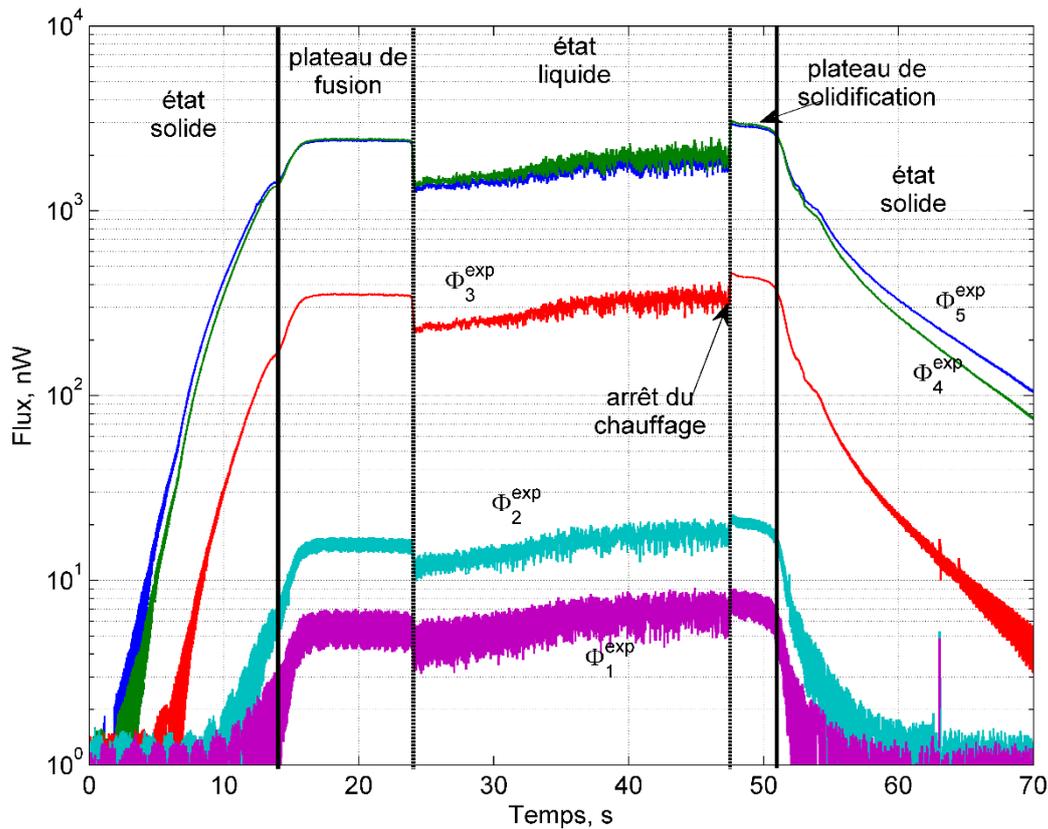


Figure 4.25 : flux radiatifs mesurés lors d'essai sur un échantillon de fer.

La fonction de transfert ayant été estimée de façon satisfaisante avec le nickel pour les chemins optiques 3, 4 et 5, ces valeurs ont été utilisées pour estimer l'émissivité du fer oxydé à l'aide des paliers de changement de phase : une valeur identique de 0,7 est obtenue, du même ordre de grandeur que celles de la littérature (Touloukian and DeWitt, 1970). Cette valeur a été retenue et les amplitudes H_{M_i} ont été estimées et regroupées dans le tableau 3.

H_{M_5}	0,1461	$\pm 21,7 \%$
H_{M_4}	0,1667	$\pm 21,7 \%$
H_{M_3}	0,1263	$\pm 23,4 \%$
H_{M_2}	0,0320	$\pm 61,3 \%$
H_{M_1}	0,0043	$\pm 121,3 \%$ Le signal est dans le bruit de mesure

Tableau 4-7 : Récapitulatifs des amplitudes estimées à l'aide du dispositif n°2 avec un échantillon de fer.

Finalement, les températures ont été calculées pour l'ensemble des chemins optiques au cours du temps (Figure 4.26) en considérant les variations d'émissivité avec et sans oxydation. Pour les chemins 3, 4 et 5, la température est estimée à moins de 1 % quand le fer est solide. Quand le fer est liquide, les températures sont bruitées pour les cinq chemins optiques, mais ce bruit n'excède pas 5 %. Cependant, il apparaît clairement que la température de fusion du fer n'est encore pas assez élevée pour H_{M_1} et H_{M_2} . L'étalonnage doit donc être complété.

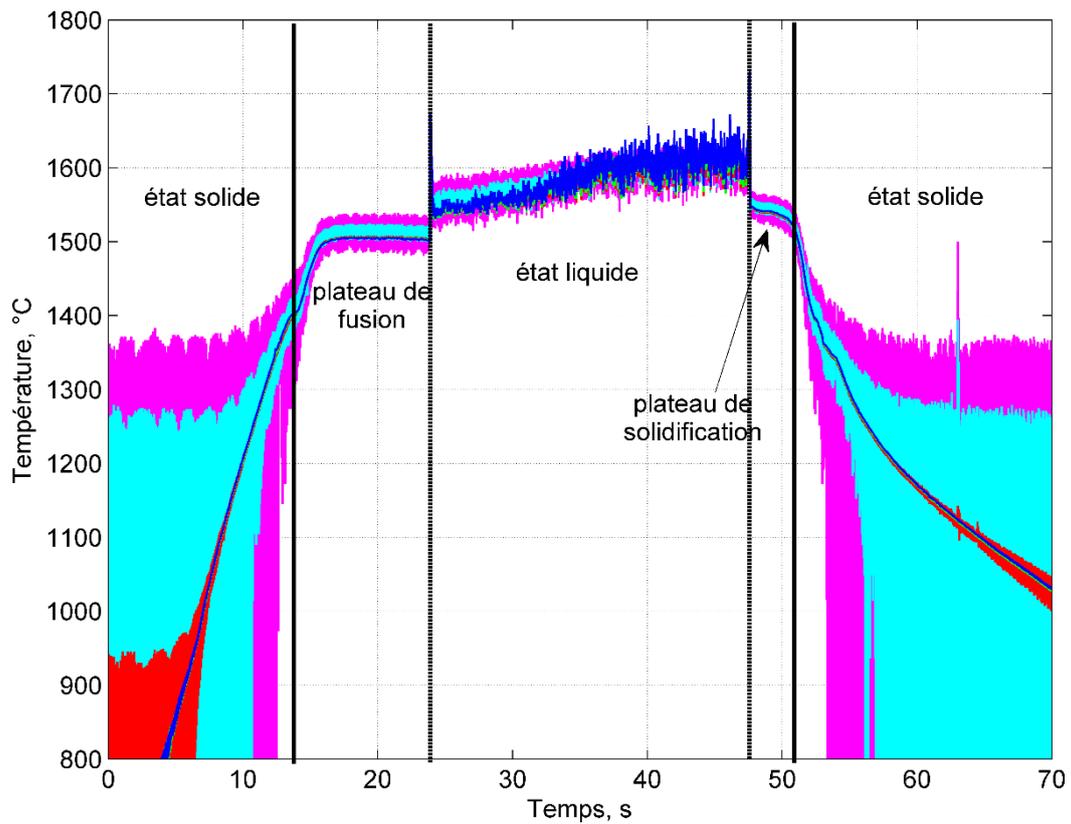


Figure 4.26 : température calculée pour chaque chemin optique.

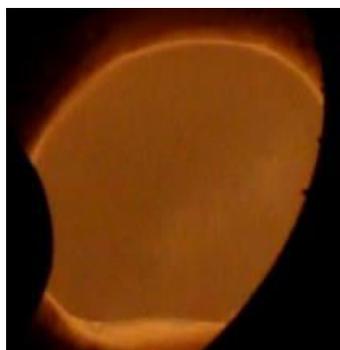


Figure 4.27 : fer fondu à la température de solidification sans oxydes à sa surface.

Il est possible de remonter à une valeur de H_{M_i} sans lentille ni fenêtre de la même manière que pour l'expérience précédente.

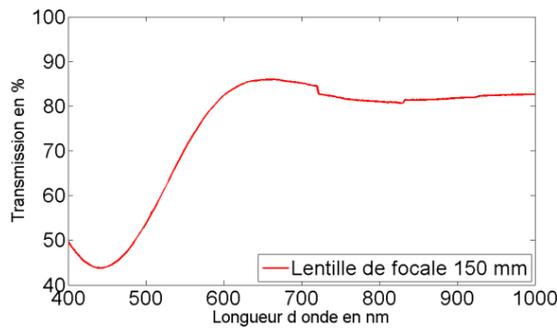


Figure 4.28 : transmission de lentille de focale 150 mm.

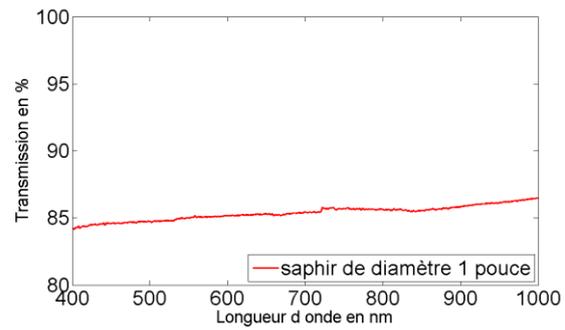


Figure 4.29 : transmission du saphir de 1 cm d'épaisseur.

H_{M_5}	0,2071	$\pm 21,7 \%$
H_{M_4}	0,2384	$\pm 21,7 \%$
H_{M_3}	0,1784	$\pm 23,4 \%$
H_{M_2}	0,0603	$\pm 61,3 \%$
H_{M_1}	0,0114	$\pm 121,3 \%$ Le signal est dans le bruit de mesure

Tableau 4-8 : récapitulatifs des amplitudes corrigées.

Les valeurs de β_j calculées associées sont:

λ_j	β_j pour un étalonnage monochromatique	β_j pour un étalonnage bichromatique	Température d'étalonnage
4	1,14	$1,48 \pm 0,01$	1 538 °C
3	0,86	$0,72 \pm 0,01$	
2	0,22	$0,21 \pm 0,02$	
1	0,03	$0,11 \pm 0,18$	

Là encore, les calculs de β_j montrent que l'expérience laisse un place importante à l'incertitude géométrique.

Comme lors de l'étalonnage, les trois températures sont pratiquement identiques à ± 10 °C. Pour la partie de la mesure avec une émissivité du fer liquide selon la littérature (Watanabe *et al.*, 2003b) : la Figure 4.26 montre une différence entre les trois températures en fonction de l'élévation de température, il y a donc une incertitude importante sur l'émissivité. Cependant, le bruit de mesure étant trop important dans ce cas-ci, il n'est pas possible d'effectuer une mesure plus précise de l'émissivité.

4.3.4. Analyse des résultats sur l'étalonnage utilisant l'induction

Un étalonnage a été réalisé avec le nickel pour les trois chemins optiques 3, 4 et 5. Cet étalonnage a été complété et corroboré par un second sur un échantillon de fer. Les différences constatées avec les amplitudes des chemins optiques 1 et 2 sont imputées à un manque de signal. Le

Tableau 4-9 montre que ces amplitudes H_{M_1} et H_{M_2} sont deux à trois fois inférieures aux autres valeurs. En plus du manque de signal, il a été constaté des problèmes technologiques concernant les éléments du pyromètre. Le premier problème concerne le collimateur : ce dernier est supposé renvoyer un flux parallèle à l'infini, cependant il semble que le flux soit légèrement divergeant (Figure 4.30). Bien que ceci n'ait pas d'influence pour les chemins optiques 3, 4 et 5, le flux lumineux devient plus grand que les capteurs au niveau des chemins 1 et 2, ce qui explique une baisse importante de la valeur des amplitudes.

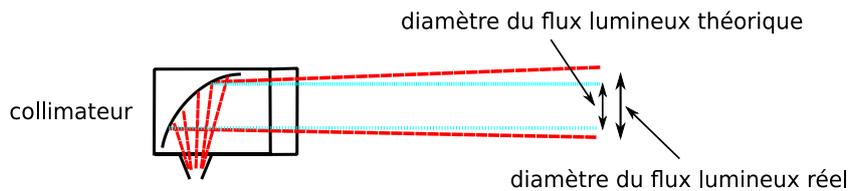


Figure 4.30 : Renvoi du flux à travers le collimateur.

Le second problème est le jeu de montage des éléments du pyromètre. Lors de l'observation de l'erreur au niveau du collimateur, la tache lumineuse était de diamètre plus important que la surface sensible du capteur et n'étaient pas concentriques. Un desserrage des vis au niveau des cages contenant les miroirs du pyromètre est apparu. Ce desserrage étant supposé progressif, la fonction de transfert est différente pour chacune des campagnes de mesure antérieures.

Une solution possible à ce problème est l'utilisation d'une lentille convergente en sortie de collimateur de manière à garantir un flux lumineux de diamètre inférieure à la surface sensible des capteurs, et l'utilisation de colle au niveau des vis afin d'empêcher un éventuel desserrage.

4.3.5. Conclusion sur l'étalonnage avec le dispositif n°2

Le dispositif n°2 a permis de réaliser un étalonnage sur tous les chemins optiques malgré une incertitude importante pour les chemins 1 et 2. Les expériences sont cependant difficilement reproductibles suite à la présence d'oxyde malgré la buse d'argon dans la plupart des cas. L'étalonnage a pu être réalisé grâce à l'observation de la solidification d'un échantillon de nickel pur sans oxyde à sa surface avant et après solidification puis à l'observation d'un échantillon de fer sans oxyde avant sa solidification. L'étalonnage a également permis d'estimer l'émissivité d'un oxyde de fer à 0,7 ce qui correspond aux valeurs trouvées dans la littérature.

expérience	H_{M_5}	H_{M_4}	H_{M_3}	H_{M_2}	H_{M_1}
nickel chauffé par induction	0,264 ±22,0 %	0,288 ±22,3 %	0,254 ±26,2 %	0,091 ±31,6 %	0,104 ±43,0 %
fer chauffé par induction	0,207 ±21,7 %	0,238 ±21,7 %	0,178 ±23,34 %	0,060 ±61,3 %	0,011 ±121 %

Tableau 4-9 : étalonnage réalisé à l'aide d'un chauffage inductif.

4.4. Étalonnage à l'aide du dispositif à hautes températures

Le pyromètre est à présent adapté sur le dispositif hautes températures présenté dans le chapitre 3. Lors de l'étalonnage, les sources d'incertitudes les plus importantes sont les incertitudes géométriques (16,3 % dans le cas d'une lentille de focale 400 mm) et les incertitudes sur l'émissivité choisie (5 %). L'utilisation du dispositif à hautes températures reprend le principe d'étalonnage utilisé précédemment tout en réduisant l'incertitude sur l'émissivité. L'absence de champs magnétique au niveau de l'échantillon doit également favoriser la précision sur les mesures géométriques.

Le rayonnement sortant de la cavité est une combinaison du rayonnement de l'échantillon à la température T_1 et de la réflexion sur cet échantillon du rayonnement des parois de la cavité ($\varepsilon = 0,93$) à la température T_2 (Figure 4.31).

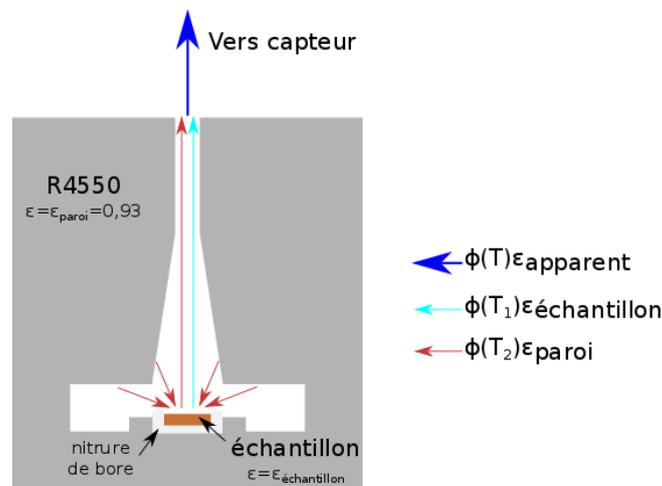


Figure 4.31 : schéma du rayonnement perçu par le capteur.

Le flux en sortie de la cavité peut être exprimé à l'aide de l'équation (4.8). En supposant que $T_1 \cong T_2$ (voir paragraphe 3.5.7.3), l'émissivité apparente peut être résumée par l'équation (4.9). Cela implique que l'émissivité apparente, comprise en 0,93 et 0,99 ($\varepsilon'_\lambda = 1$ étant considérée comme un cas théorique non réel), a été appréciée égale à $\varepsilon'_{\lambda,app} = 0,96 \pm 0,03$. Cette conclusion entraîne une incertitude de 3,2 % sur l'émissivité, ce qui est faible comparé aux incertitudes trouvées dans la littérature (exemple : 5 % sur l'émissivité du fer et du nickel donné par Watanabe *et al.* (Watanabe *et al.*, 2003b)).

$$\Phi_i^{th}(T) = sF_{12} \int_0^\infty [\varepsilon'_\lambda + \rho_\lambda^\eta \varepsilon'_{\lambda,paroi}] M^0(\lambda, T_{env}) H_{M_i} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{\bar{\lambda}_i - \lambda}{\sigma_i} \right)^2} d\lambda \quad (4.8)$$

$$\Phi_i^{th}(T) \approx sF_{12} \int_0^\infty \varepsilon'_{\lambda,app} M^0(\lambda, T_{env}) H_{M_i} e^{-\frac{1}{2} \left(\frac{\bar{\lambda}_i - \lambda}{\sigma_i} \right)^2} d\lambda \quad (4.9)$$

Le dispositif à hautes températures atteint des températures élevées et donc un signal plus important. Un signal plus important augmente le ratio signal/bruit et donc la précision de la mesure. À titre de comparaison avec les étalonnages obtenus avec les dispositifs 1 et 2, le nickel et le fer ont à

nouveau été choisis pour les mesures avec en plus le chrome ($\theta_{fusion} = 1\,907\text{ °C}$) et le niobium ($\theta_{fusion} = 2\,477\text{ °C}$).

Afin de limiter les échanges chimiques à hautes températures et d'observer plus facilement la variation du signal liée au changement d'état, une cavité a été ajoutée au fond du creuset. Un échantillon sous forme de disque est placé dans ce creuset, puis lors de son passage à l'état liquide, il tombe au fond créant ainsi une variation du signal en lien avec la variation du facteur de forme (Figure 4.32).

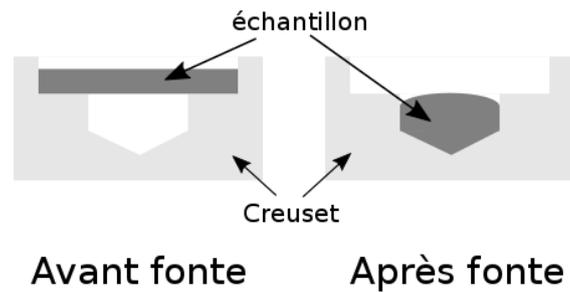


Figure 4.32 : géométrie du creuset dans le dispositif à hautes températures.

Par rapport aux étalonnages avec les dispositifs 1 et 2, un miroir semi-transparent est ajouté, dont la transmittivité est présentée sur la Figure 4.33 (données «constructeur»).

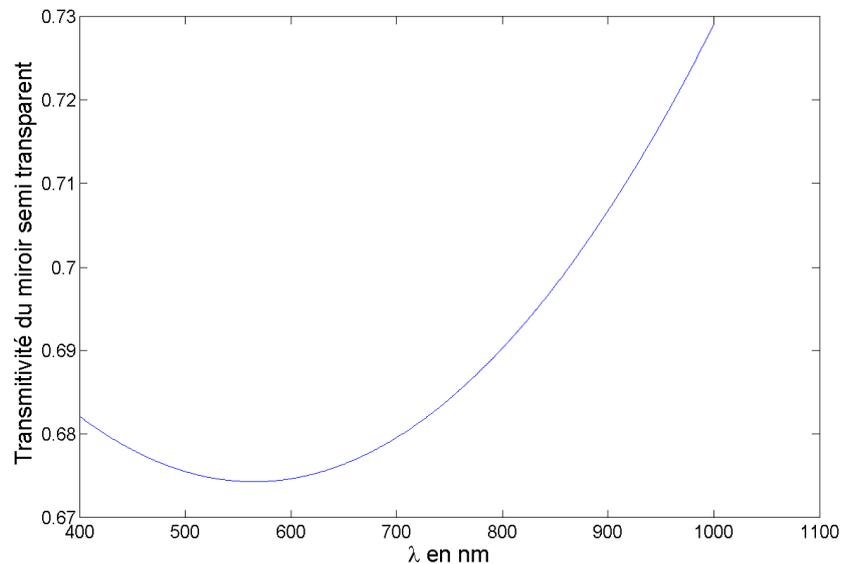


Figure 4.33 : transmittivité du miroir semi transparent.

4.4.1. Essai sur le cuivre

La configuration approchée de « corps noir » du dispositif à hautes températures n'est valide que lorsque la température de l'échantillon est la même que celles des parois de la chambre. L'énergie nécessaire à la fusion d'un métal maintient ce dernier à température constante. Lors de ce changement de phase, les parois de la chambre continuent de chauffer, par conséquent les

températures de l'échantillon et des parois ne sont donc plus les mêmes, rendant l'observation du changement de phase plus difficile (Figure 4.34).

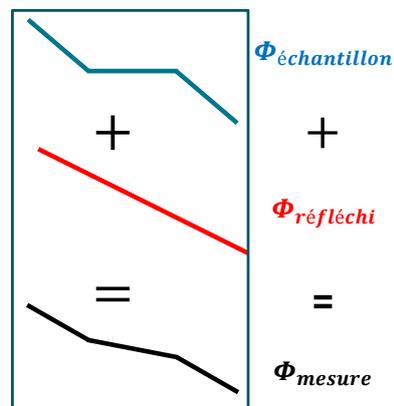


Figure 4.34 : illustration de la composition d'un signal lors d'une solidification.

Afin de valider l'observabilité des plateaux de fusion et de solidification, un premier essai de chauffe avec du cuivre a été réalisé (dimensions de l'échantillon : 12 mm de diamètre et de 5 mm de hauteur). Cet essai comprend trois montées (puissance constante) et descentes (puissance nulle) successives en température autour du point de fusion/solidification. Les faibles valeurs des signaux observés (Figure 4.35) rendent impossible un étalonnage des chemins optiques. Cependant, la fusion (à $t = 4$ min, 49 min et 88 min) ainsi que la solidification (à $t = 35$ min, 73 min et 112 min) sont visualisables ; l'expérience est par la suite renouvelée à des métaux purs à plus hauts points de fusion.

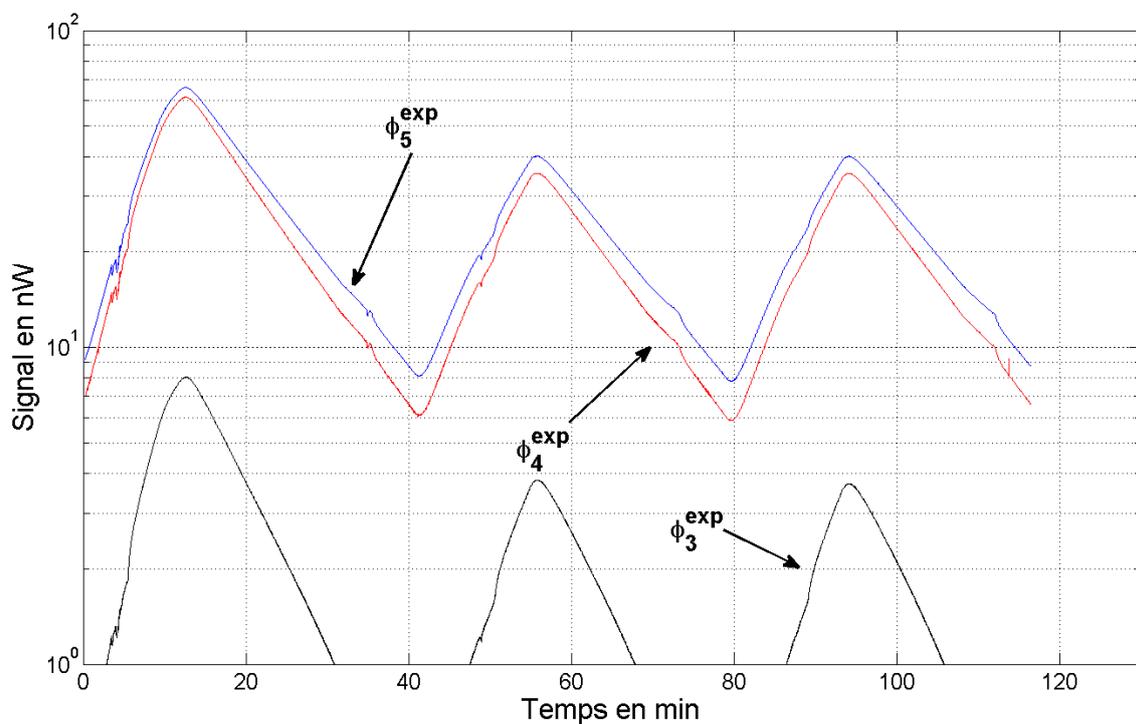


Figure 4.35 : signaux lors de la chauffe du cuivre.

4.4.2. Essai sur du nickel

Le même protocole expérimental est renouvelé avec un échantillon de nickel de (carré de 11 mm de côté et 3 mm de hauteur) et les signaux des trois chemins optiques 3, 4 et 5 sont présentés sur la Figure 4.37 ; les signaux Φ_1^{exp} et Φ_2^{exp} ne figurent pas car trop faibles. Une pollution de l'échantillon ayant lieu à l'état liquide, seule la première chauffe est présentée.

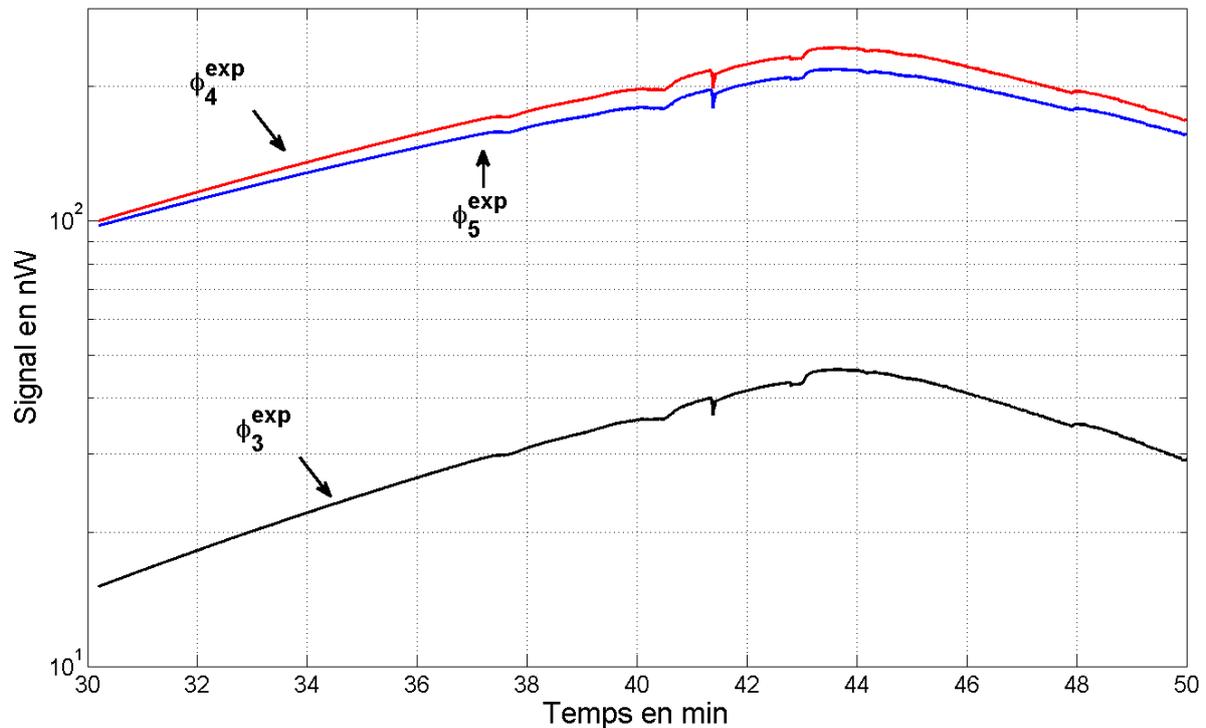


Figure 4.36 : signaux lors de la chauffe du nickel.

La Figure 4.36 montre que la fusion du nickel a lieu entre la minute 35 et la minute 44. Le calcul de la température en Figure 4.37 utilise les amplitudes Hm_i calculées pour le nickel lors de l'étalonnage avec le dispositif n°2. Un calcul de la température utilisant les limites d'erreur de l'émissivité ($\varepsilon = 0,99$ et $\varepsilon = 0,96$) entraîne une variation de la température calculée inférieure à 10 °C dans les deux cas. Ces écarts peuvent expliquer la différence de température calculée entre les chemins optiques 4 et 5, mais pas les autres qui sont beaucoup plus importants. L'hypothèse d'un étalonnage imprécis est donc plus probable d'autant plus que l'écart est faible entre la température calculée pour les chemins optiques 4 et 5 dont la précision sur l'étalonnage est la plus importante.

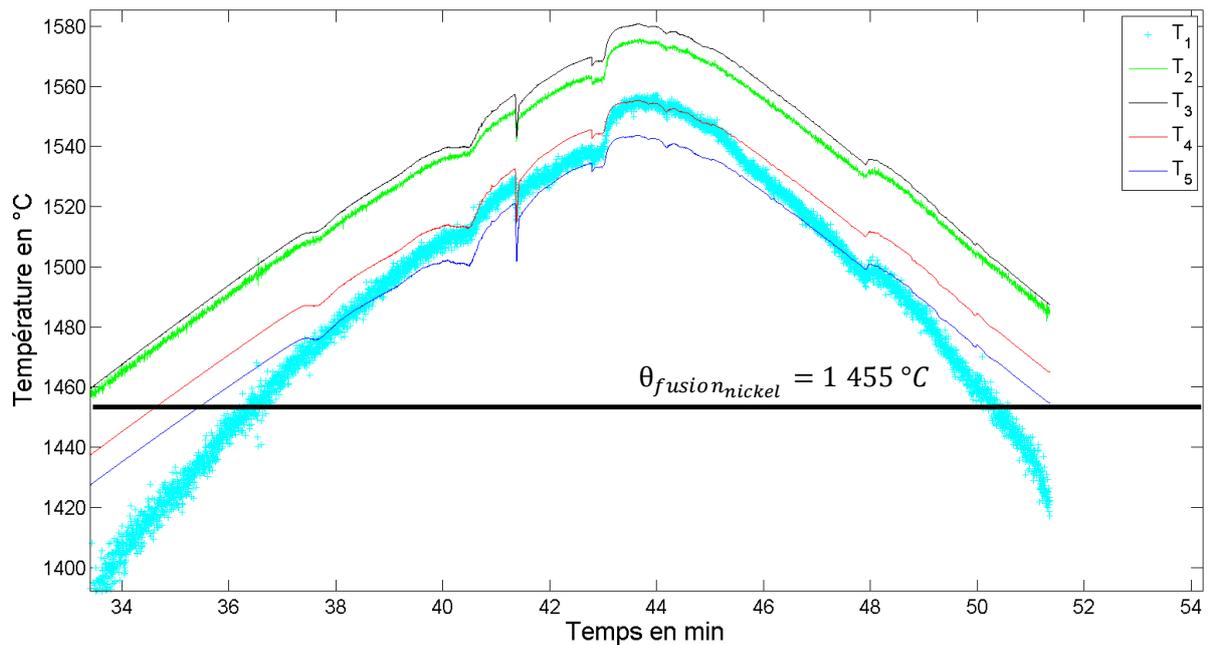


Figure 4.37 : températures calculées lors de la première chauffe de l'échantillon de nickel.

De nombreuses variations peuvent être observées sur la Figure 4.37. Si cette variation est d'origine géométrique, alors un calcul bispectral (ne prenant pas en compte les facteurs de forme) doit mettre en évidence cette source d'erreur par son absence. Le calcul des températures bispectrales T_{34} et T_{45} (toujours en utilisant les valeurs de l'étalonnage précédent) a été effectué à l'aide des chemins optiques 3, 4 et 5. Ces résultats, présentés en Figure 4.38, montrent que la variation à $t = 37$ min est d'origine géométrique (hypothèse : les bords de l'échantillon se déforment). Le début de la fusion est repéré sur la mesure bichromatique par un ralentissement de la chauffe de l'échantillon ($t = 40$ min sur la Figure 4.38). À $t = 41,5$ min (Figure 4.37), une variation de la dérivée de la température apparaît correspondant à l'énergie absorbée lors du changement de phase. À partir de ce moment-là, l'échantillon tombe dans le fond du creuset tout en continuant sa transformation à l'état liquide qui se finit à $t = 43$ min, facilement reconnaissable par la brusque remontée en température. En effet, à ce moment, l'échantillon n'absorbe plus d'énergie liée à son changement d'état et sa température remonte à celle de la chambre de l'échantillon.

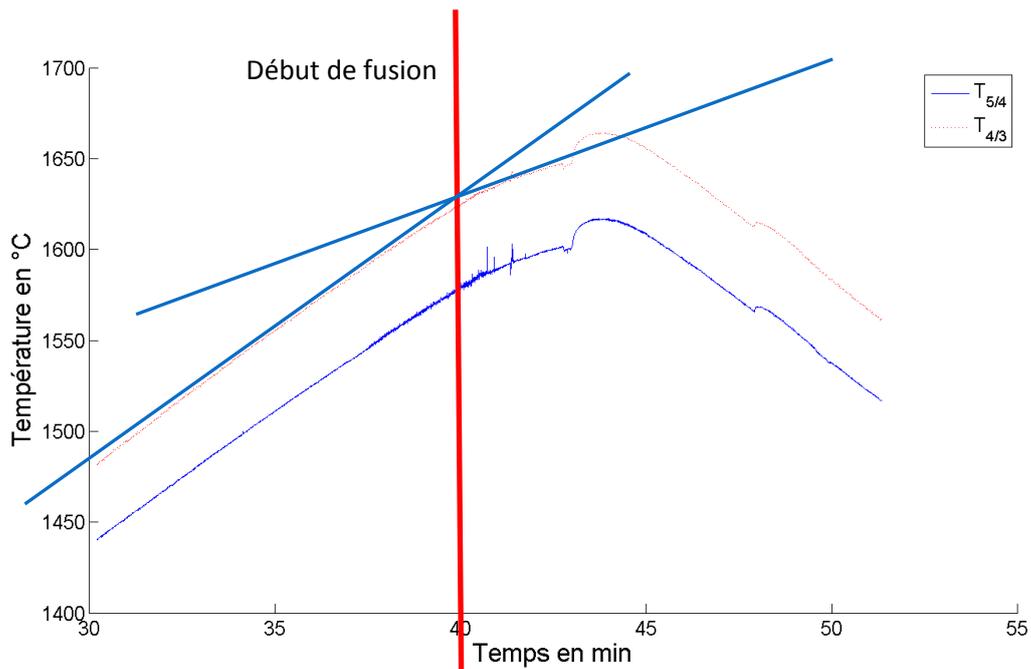


Figure 4.38 : températures bichromatiques calculées lors de la première chauffe de l'échantillon de nickel.

Les incertitudes de mesure sur le signal sont de : 0,08 % ; 0,11% ; 0,14 % pour les chemins optiques 3, 4 et 5. Encore une fois, les flux des chemins 1 et 2 ne donnent pas assez de signal pour être exploitées.

Les incertitudes sur les mesures géométriques sont estimées dans le tableau suivant :

lentille de focale 400 mm : données (mm)			
R2 (surface émettrice)	2,77	dR2	0,05
d	348	dd	1
R1 (surface réceptrice)	2,82	dR1	0,05
FF	6,5657E-05	dF12	2,754E-06
		dF12/F12	4,19%
surface	2,4105E-05	ds	8,7022E-07
		ds/s	3,61%

Tableau 4-10 : incertitudes géométriques lors de l'essai.

À noter que la précision des mesures de rayon a été obtenue à l'aide de traitement d'images.

Pour une émissivité grise $\varepsilon = 0,96 (\pm 0,03)$ et en prenant en compte la transmission du miroir semi-transparent, l'étalonnage du pyromètre donne les valeurs suivantes.

	étalonnage de H_M	
H_{M_5}	0,1639	$\pm 11,1 \%$
H_{M_4}	0,2179	$\pm 11,1 \%$
H_{M_3}	0,2432	$\pm 11,1 \%$

Il faut déduire de ces fonctions H_{M_i} les transmittivités liées à la fenêtre saphir, au miroir semi-transparent et à la lentille de 400 mm de focale. Ce faisant, les valeurs de Hm_i deviennent :

	étalonnage de H_M	
H_{M_5}	0,1950	$\pm 11,1 \%$
H_{M_4}	0,2596	$\pm 11,1 \%$
H_{M_3}	0,2875	$\pm 11,1 \%$

De même que précédemment, le calcul de β_j donne les résultats suivant :

λ_j	β_j pour un étalonnage monochromatique	β_j pour un étalonnage bichromatique	Température d'étalonnage
4	1,33	$1,48 \pm 0,01$	1 455 °C
3	1,47	$0,72 \pm 0,01$	1 455 °C

On observe que les coefficients β_4 pour les deux étalonnages sont proches alors qu'un écart plus important est observé pour β_3 , ce qui indique une faible variation géométrique ($\beta_{4_{mono}} \cong \beta_{4_{bi}}$) mais une variation importante au niveau de l'émissivité ($\beta_{3_{mono}} \neq \beta_{3_{bi}}$). Une valeur inférieure pour l'étalonnage bichromatique indique également que $\varepsilon_3 > \varepsilon_5$, ce qui est en accord avec ce qui peut être trouvé dans la littérature (Watanabe *et al.*, 2003b).

4.4.3. Fer

Le troisième métal testé est le fer, toujours avec le même protocole (10 mm de diamètre et 4 mm de hauteur). Les flux mesurés lors de la première montée en température uniquement sont présentés sur la Figure 4.39, les deux autres signaux ne sont pas présentés car à nouveau trop faibles. Le palier de fusion apparaît à $t = 9$ min.

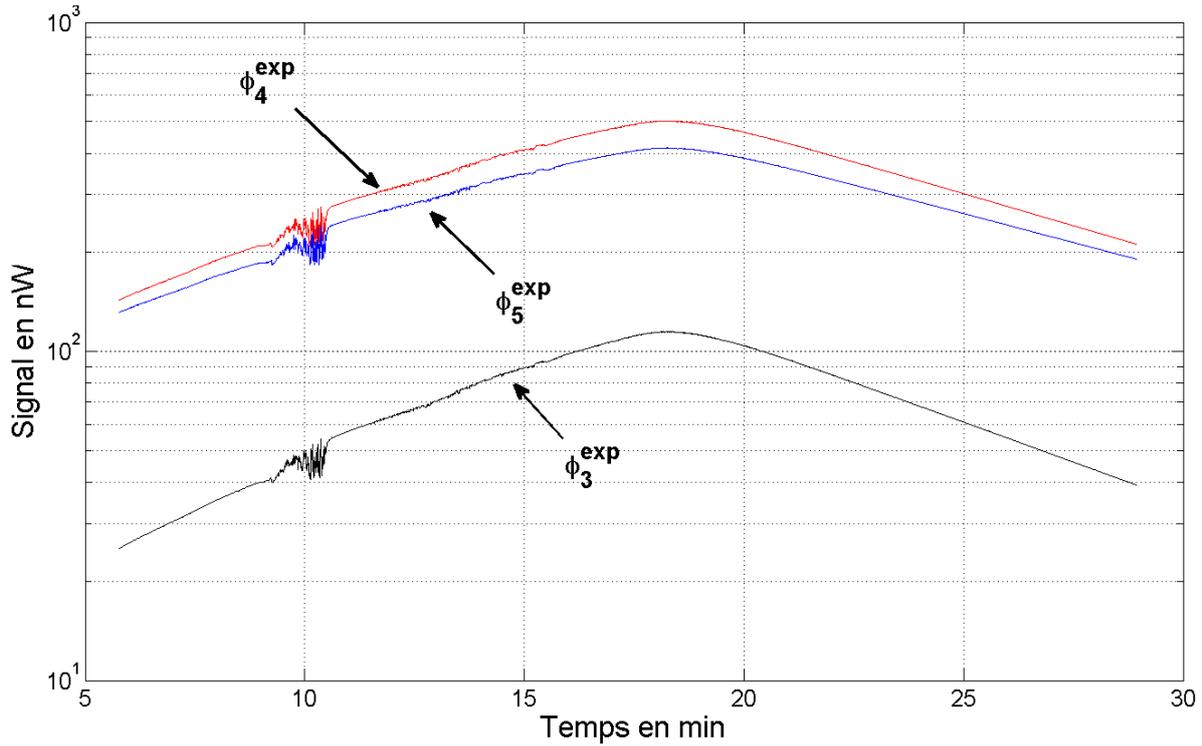


Figure 4.39 : flux mesurés pour les chemins 3, 4 et 5 lors de la première chauffe du fer.

Les températures ont été calculées à partir des valeurs des amplitudes estimées lors de l'étalonnage précédent avec le nickel (paragraphe 4.3.2). Le faible écart entre les trois températures calculées T_3 , T_4 et T_5 ($< 15\text{ °C}$) montre la validité de l'étalonnage. La température de fusion du fer est de 1538 °C et les températures calculées ici sont au-dessous. L'hypothèse avancée ici est une pollution de l'échantillon par diffusion avant la fusion.

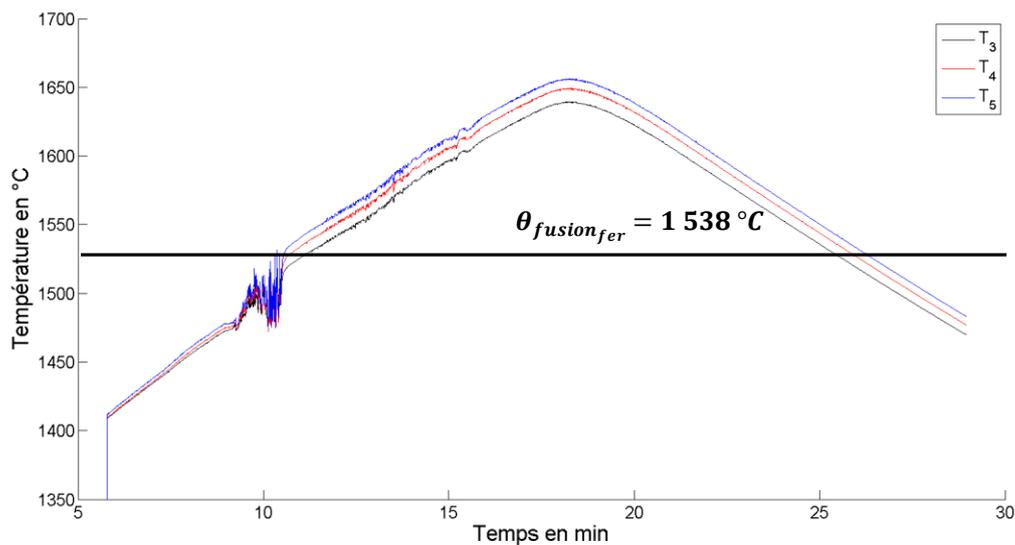


Figure 4.40 : températures monochromatiques lors de la chauffe d'un échantillon de fer.

4.4.4. Chrome

Le quatrième métal testé est un échantillon de chrome de 9 mm de côté, toujours avec le même protocole que pour les précédents métaux. La température de fusion du chrome est de 1 907 °C. Si cette fois-ci le flux Φ_2^{exp} est légèrement visible au-delà de 10 nW, seules les trois autres flux Φ_3^{exp} , Φ_4^{exp} et Φ_5^{exp} sont exploités (Figure 4.41) : les températures T_3 , T_4 et T_5 calculées à partir des amplitudes estimées lors de l'essai avec le nickel sont présentées sur la Figure 4.42.

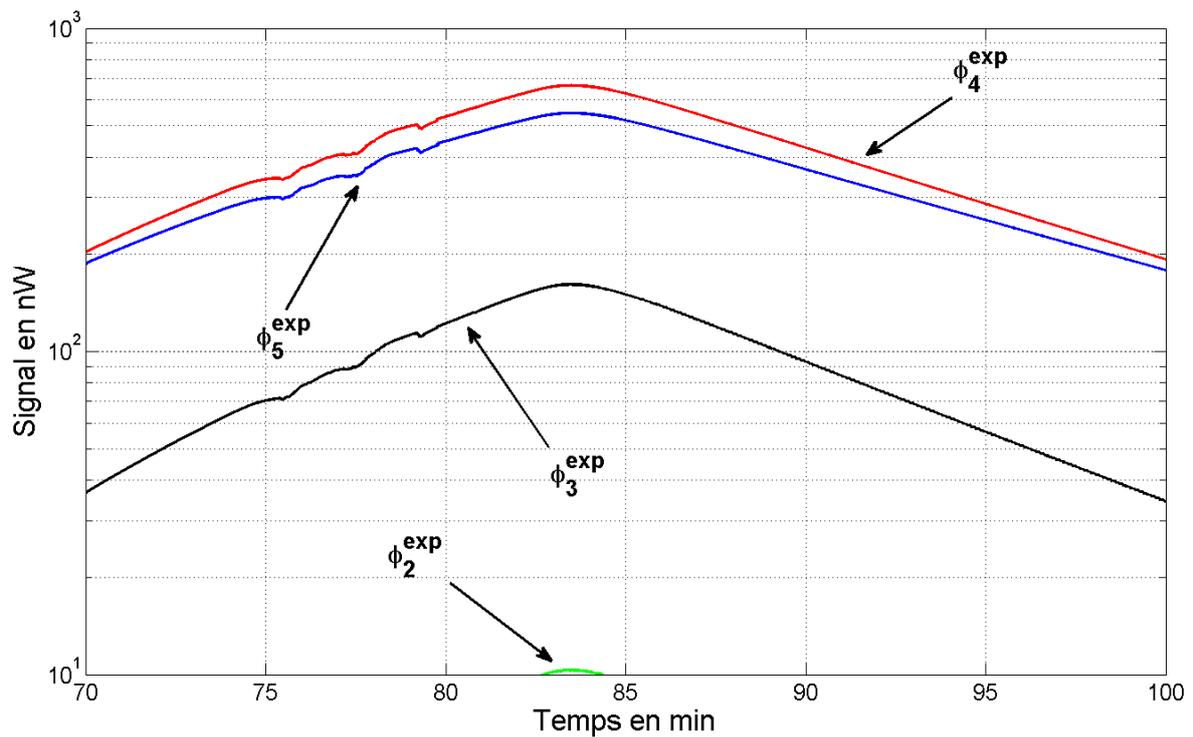


Figure 4.41 : flux mesurés pour les chemins 3, 4 et 5 lors de la première chauffe du chrome.

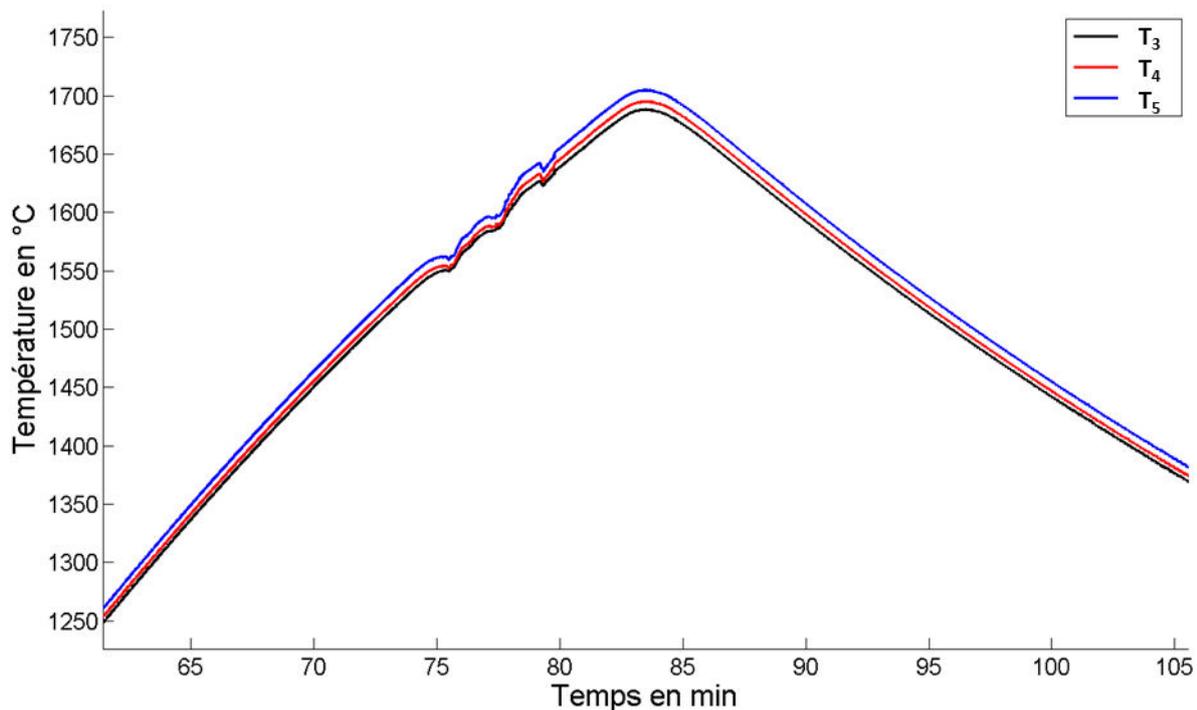


Figure 4.42 : températures monochromatiques lors de la chauffe d'un échantillon de chrome.

La Figure 4.42 montre un faible écart entre les trois températures calculées (< 15 °C). Les températures calculées ici sont toujours inférieures à celle de fusion du chrome, mais d'importance moindre par rapport aux essais avec le fer. Expérimentalement, il apparaît une forte réaction chimique entre le nitrure de bore et le chrome à hautes températures, ce dernier fusionnant complètement avec le creuset (Figure 4.43). Cet essai n'est donc pas exploitable pour l'étalonnage.

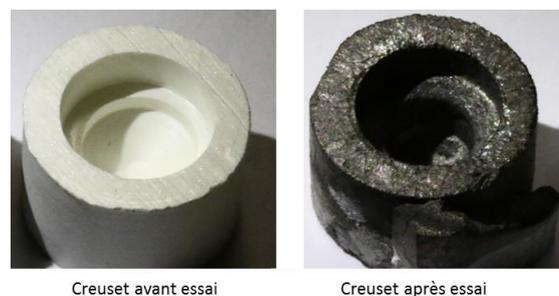


Figure 4.43 : état du creuset en nitrure de bore avant et après essai avec un échantillon de chrome.

4.4.5. Niobium

Le dernier test est effectué avec un échantillon de niobium (10 mm de diamètre et 2 mm d'épaisseur). Sa température de fusion est de 2 477 °C. L'expérience a montré que la fusion du niobium a impliqué l'utilisation de la puissance maximale du four (25 kW). La chauffe a été réalisée en augmentant la puissance de manière progressive afin de ne pas générer des gradients de températures trop importants (Figure 4.45).

Lors de l'expérience, un dépôt a été observé sur la fenêtre saphir à très hautes températures (Figure 4.44). L'origine de ce dépôt est attribuée à l'alumine utilisée pour l'isolation électrique entre la tour et l'inducteur. En effet, cette alumine est fournie sous forme de feutre humide dont le liant s'évapore après cuisson. Il semblerait qu'une partie du liant ne se soit pas évaporée mais ait été emprisonnée. Lors de la chauffe, les températures atteintes ont été suffisantes pour que le liant emprisonné atteigne sa température d'évaporation. La partie extérieure sèche se craquèle sous la pression libérant ainsi le liant qui vient se déposer par condensation sur la fenêtre saphir. Une analyse MEB du dépôt montre la présence de chlore dont la présence ne peut venir que du liant : en effet, aucun autre composant du four ne contient du chlore.

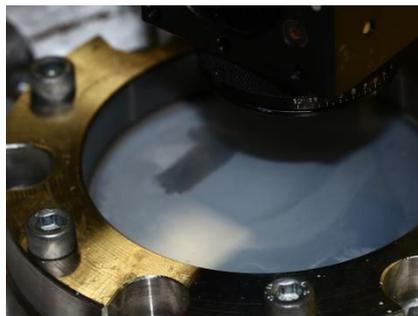


Figure 4.44 : dépôt sur la fenêtre saphir.

Le dépôt affectant la fonction de transfert, il n'est pas possible d'obtenir un étalonnage à partir du point de fusion du niobium. Cependant, le dépôt n'apparaissant qu'après $t = 70$ min, il est possible d'exploiter les signaux mesurés avant le dépôt (Figure 4.47).

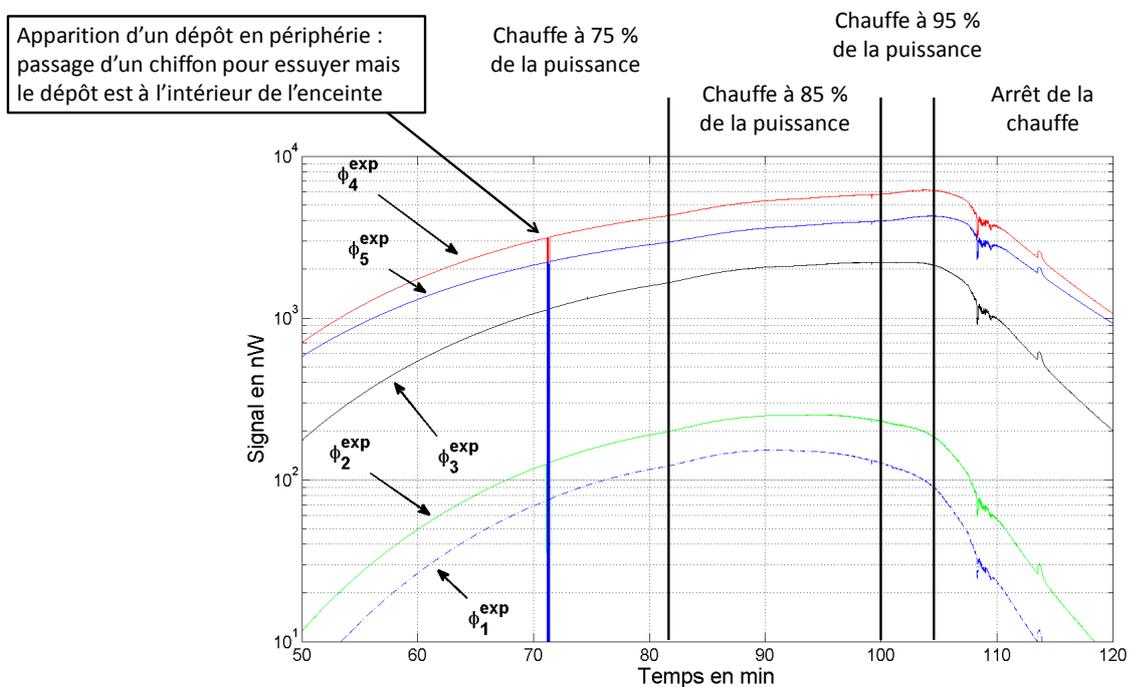


Figure 4.45 : signaux donnés par le pyromètre lors de la chauffe d'un échantillon de niobium.

Une variation du signal est observée à $t = 108$ min. L'état fondu de l'échantillon après la chauffe laisse penser que cette variation correspond à un changement de phase (Figure 4.46).

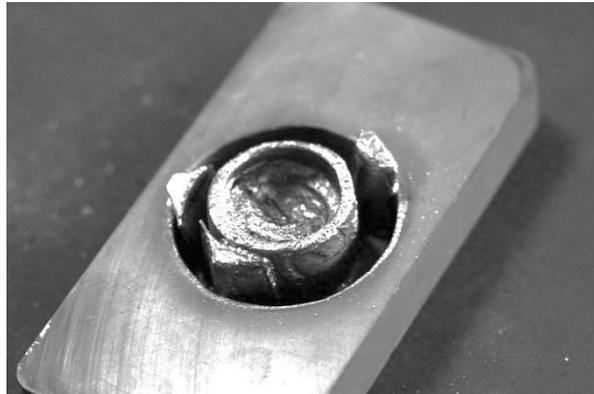


Figure 4.46 : échantillon de niobium après la chauffe.

En utilisant les valeurs d'étalonnage obtenues par l'essai avec le nickel, les températures monochromatiques T_3 , T_4 et T_5 sont calculées et présentées sur la Figure 4.47. Avant l'apparition du dépôt et pour une température de $2\ 100$ °C, l'écart de température entre les trois températures est inférieur à 35 °C.

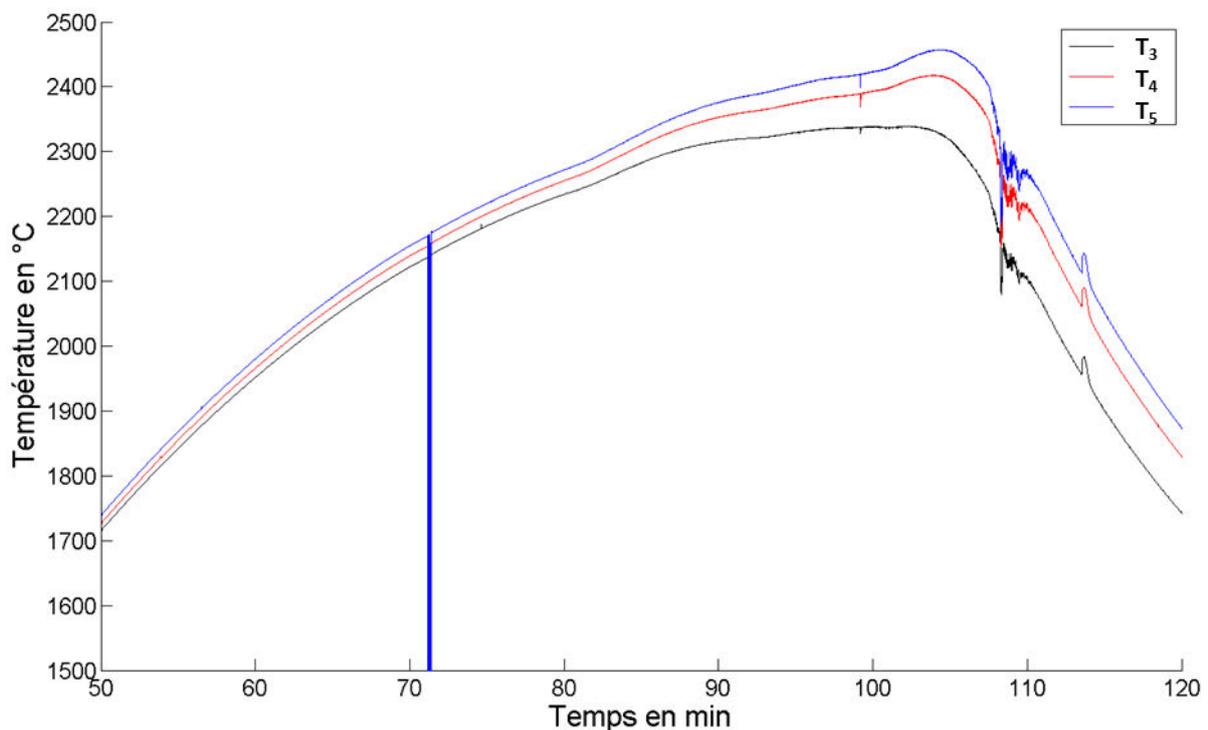


Figure 4.47 : températures monochromatiques lors de la chauffe d'un échantillon de niobium.

La Figure 4.47 montre que les températures calculées sont cohérentes avant l'apparition du dépôt et même dix minutes après ($t = 80$ min). Cependant, le dépôt affectant différemment les chemins optiques, les températures calculées divergent par la suite. Malgré une atténuation du signal, la température maximale calculée est de $2\ 455$ °C. En occultant le problème de dépôt et en considérant l'état de l'échantillon après la chauffe, il est possible de conclure que le dispositif est

capable de chauffer un échantillon jusqu'à 2 455 °C et probablement, bien que cela n'ait pas été mesuré, jusqu'à 2 500 °C.

Étant donné que les températures T_3 , T_4 et T_5 sont cohérentes avant l'apparition de la buée, il est possible de les utiliser pour étalonner les deux chemins restants. Pour une émissivité grise $\varepsilon'_\lambda = 0,96 \pm 0,03$ et en prenant en compte la transmittivité du miroir semi-transparent, l'étalonnage du pyromètre donne les valeurs suivantes :

	étalonnage de H_M	
H_{M_5}	0,1639	$\pm 11,1\%$
H_{M_4}	0,2136	$\pm 11,1\%$
H_{M_3}	0,2299	$\pm 11,1\%$
H_{M_2}	0,0900	$\pm 11,1\%$
H_{M_1}	0,1122	$\pm 11,1\%$

Comme pour les autres essais, il faut retirer les transmittivités liées à la fenêtre saphir, au miroir semi-transparent, et à la lentille de 400 mm de focale. Ce faisant, les valeurs de Hm_i deviennent :

	étalonnage de H_M	
H_{M_5}	0,1950	$\pm 11,1\%$
H_{M_4}	0,2545	$\pm 11,1\%$
H_{M_3}	0,2718	$\pm 11,1\%$
H_{M_2}	0,1074	$\pm 11,1\%$
H_{M_1}	0,1361	$\pm 11,1\%$

De même que précédemment, le calcul de β_j donne les résultats suivant :

λ_j	β_j pour un étalonnage monochromatique	β_j pour un étalonnage bichromatique	Température d'étalonnage
4	1,31	$1,66 \pm 0,01$	2 150 °C
3	1,39	$1,11 \pm 0,01$	2 150 °C
2	0,55	$0,40 \pm 0,01$	2 150 °C
1	0,70	$0,46 \pm 0,01$	2 150 °C

Les coefficients β_j calculés sont relativement très différents selon l'étalonnage monochromatique ou bichromatique. La configuration du dispositif réduisant les incertitudes géométriques, l'hypothèse avancée pour ces écarts est liée à l'incertitude sur l'émissivité de l'échantillon.

4.4.6. Conclusion sur l'étalonnage avec le dispositif à hautes température

Le Tableau 4-11 résume les valeurs de Hm_i calculées grâce au dispositif et le Tableau 4-12 les coefficients β_j . Un premier étalonnage a été réalisé sur du nickel permettant d'estimer les H_M des chemins optiques 3 à 5. Un second étalonnage, utilisant les résultats du premier, a été réalisé sur du

niobium permettant ainsi d'estimer les deux dernières valeurs. L'étalonnage a été réalisé en deux étapes permettant ainsi l'étalonnage de l'ensemble du pyromètre polychromatique.

Expérience	H_{M_5}	H_{M_4}	H_{M_3}	H_{M_2}	H_{M_1}
Nickel chauffé par le dispositif H.T.	0,1950 ±11,1%	0,2596 ±11,1%	0,2875 ±11,1%	X	X
Niobium chauffé par le dispositif H.T.	0,1950 ±11,1%	0,2545 ±11,1%	0,2718 ±11,1%	0,1074 ±11,1%	0,1361 ±11,1%

Tableau 4-11 : tableau récapitulatif des valeurs de H_m calculés.

Expérience	β_{850}	β_{680}	β_{530}	β_{480}
Nickel chauffé par le dispositif H.T.	1,48	0,72	X	X
Niobium chauffé par le dispositif H.T.	1,66	1,11	0,40	0,46

Tableau 4-12 : tableau récapitulatif des valeurs de β_j calculés.

Cet étalonnage a également permis de valider les capacités de chauffage du dispositif et de montrer qu'il est possible de chauffer un échantillon jusqu'à 2 500 °C. D'autres essais n'ayant pas abouti à une estimation de H_M (fer, chrome) ont mis en évidence les problèmes d'échanges chimiques entre le creuset et l'échantillon.

4.5. Conclusion sur l'étalonnage du pyromètre

Un étalonnage précis nécessite une connaissance précise des incertitudes liées aux facteurs géométriques (facteur de forme, surface), à l'émissivité et à la température de l'échantillon-étalon.

Dans le cas de l'étalonnage du pyromètre, une expérience reproductible utilisant une configuration « corps noir » et le point de fusion de l'échantillon étalon a été la configuration utilisée. Cependant, les valeurs estimées à travers les différentes expériences résumées sur la Figure 4.48 montrent que les autres méthodes utilisées permettent également un étalonnage, bien moins précis.

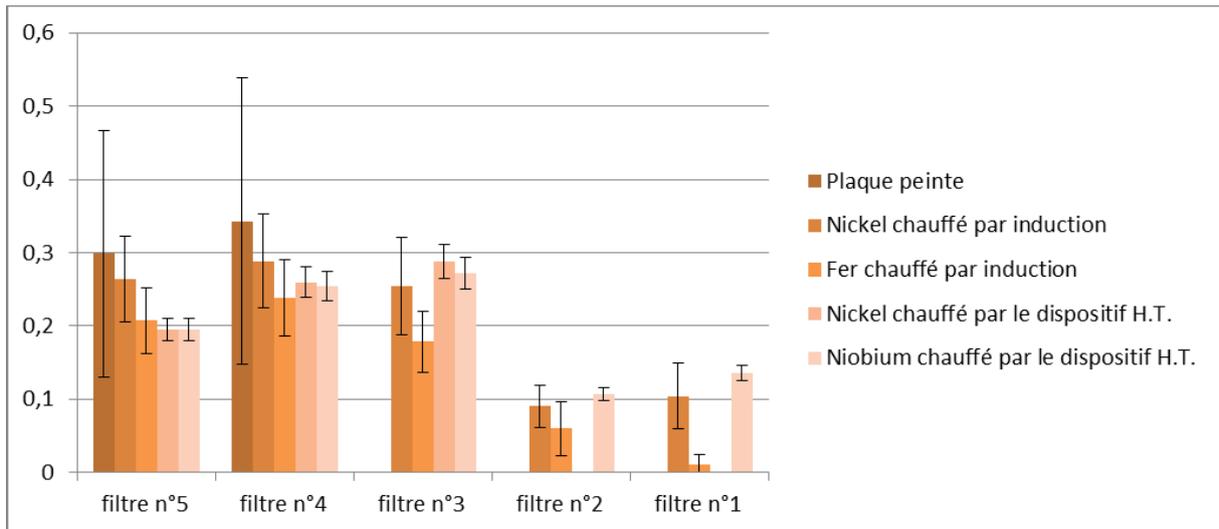


Figure 4.48 : résumé des valeurs de H_{M_i} .

En conclusion, l'étalonnage du pyromètre a pu être effectué, les valeurs retenues sont les valeurs obtenues lors de la chauffe du niobium. Le pyromètre ainsi étalonné peut être utilisé sur une opération de soudage.

5 Application de la pyrométrie polychromatique au soudage

Sommaire

5 Application de la pyrométrie polychromatique au soudage	133
5.1. Présentation du banc de mesure.....	134
5.2. Mesures avec la plaque mobile	136
5.3. Mesures avec la torche mobile.....	143
5.4. Confrontation des mesures statique et dynamique.....	145
5.5. Conclusion sur les mesures lors d'une opération de soudage	146

L'un des objectifs de ces travaux est de mettre en application le pyromètre étalonné. Ainsi, une opération de soudage a été développée avec, pour des raisons de disponibilité, un choix positionné sur le soudage MAG (Metal Active Gas).

5.1. Présentation du banc de mesure

Le banc de mesure est composé d'un poste de soudage MAG utilisant un gaz de protection constitué d'un mélange de 82 % d'argon et 18 % de CO₂, d'un banc motorisé, d'un échantillon métallique (acier S235JR : $T_{fusion} = 1\,425\text{ °C}$ (Zhao *et al.*, 2011)) et du pyromètre. Ce dernier utilise une lentille de focale 150 mm de rayon $r_2 = 12\text{ mm}$ avec un rayon de la tache focale $r_1 = 1\text{ mm}$. Le banc d'essai est prévu de manière à pouvoir modifier la position des différents éléments et ainsi procéder à deux types de mesure. Les erreurs liées au facteur de forme et à la surface visée sont rappelées dans le Tableau 5-1.

lentille de focale 150 mm : données (mm)			
R ₂ (surface émettrice)	1	dR ₂	0,1
h	150	dh	1
R ₁ (surface réceptrice)	11,5	dR ₁	0,1
FF	5,84E-03	dF ₁₂	1,32E-03
		dF ₁₂ /F ₁₂	22,53%
surface	3,14E-06	ds	6,28E-07
		ds/s	20,00%

Tableau 5-1 : récapitulatif des erreurs géométriques.

La première configuration a pour objectif une mesure de flux radiatif d'un point à une distance donnée de la torche pendant toute l'opération. Pour ce faire, la plaque d'acier se déplace tandis que la torche et le pyromètre sont fixes permettant ainsi de maintenir un écart constant entre la torche et le point focal visé par le pyromètre (Figure 5.1).

La seconde configuration a pour objectif la mesure d'un point fixe sur une plaque d'acier lors du passage de la torche MAG au-dessus ce point. Cette configuration permet de mesurer le flux radiatif avant, pendant et après le passage de la torche (Figure 5.2). Pour une meilleure observation, le pyromètre est placé perpendiculairement à la plaque et la torche est inclinée à 60°.

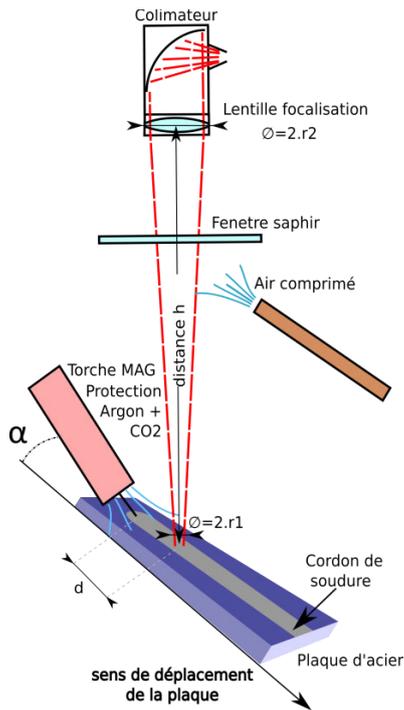


Figure 5.1 : plaque mobile.

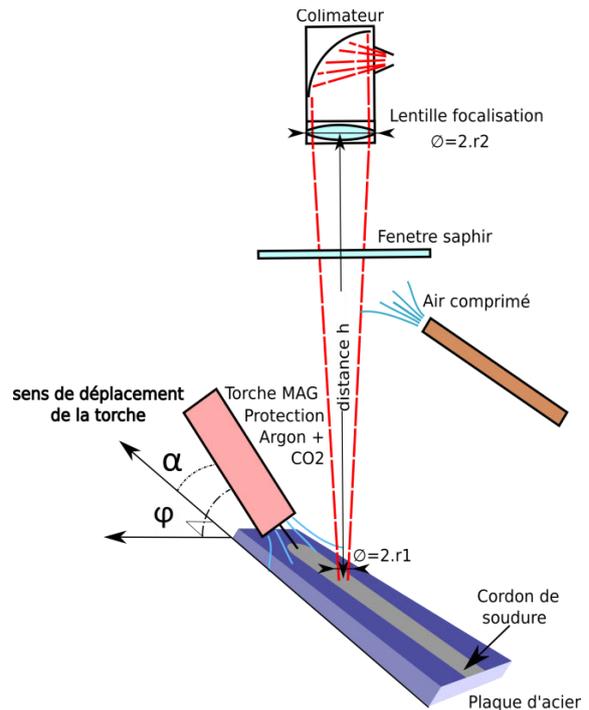


Figure 5.2 : torche mobile.



Figure 5.3 : mesure de la tache focale.

Les paramètres utilisés pour ces essais de soudage MAG ont permis de produire un cordon de soudure reproductible et de mesurer la taille du bain fondu généré par la soudure (Figure 5.4)

Paramètre	Valeur
Rayon r_2 de la lentille de focalisation	12 mm
Épaisseur de la lentille de focalisation	10 mm
Distance focale h	150 mm
Rayon de la tâche focale r_1	1 mm
Gaz de protection de la torche	82 % argon + 18 % CO_2
Vitesse de déroulement du fil	13 m.min ⁻¹
Diamètre du fil	1 mm
Angle d'inclinaison de la torche, plaque fixe	$\alpha = 45^\circ, \varphi = 0^\circ$
Angle d'inclinaison de la torche, torche mobile	$\alpha = 90^\circ, \varphi = 60^\circ$
Nuance d'acier utilisé	S235JR
Vitesse de déplacement de la torche ou de la plaque	6 cm.min ⁻¹

Tableau 5-2 : Paramètres de soudage.

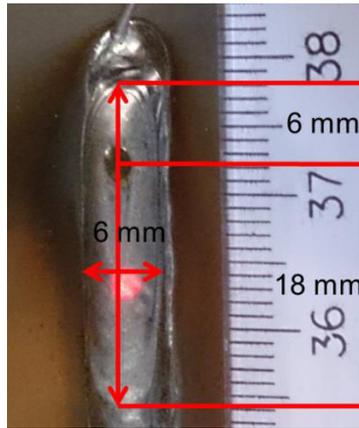


Figure 5.4 : dimensions du bain fondu.

5.2. Mesures avec la plaque mobile

De nombreuses simulations de soudage proposent un modèle dans lequel la torche est fixe et la plaque est mobile. Ce type de modélisation est de type quasi-stationnaire et fait l'hypothèse d'une forme de bain stable (Figure 5.5). L'objectif ici est d'utiliser cette hypothèse de manière à pouvoir produire des mesures expérimentales qui pourront servir par la suite de base pour la validation des modèles numériques. La stabilité du bain permet de moyennner une mesure sur un temps de 9 s et ainsi de gagner en précision de mesure. Les mesures ont été réalisées de 3 mm à 18 mm de la torche tous les 3 mm.

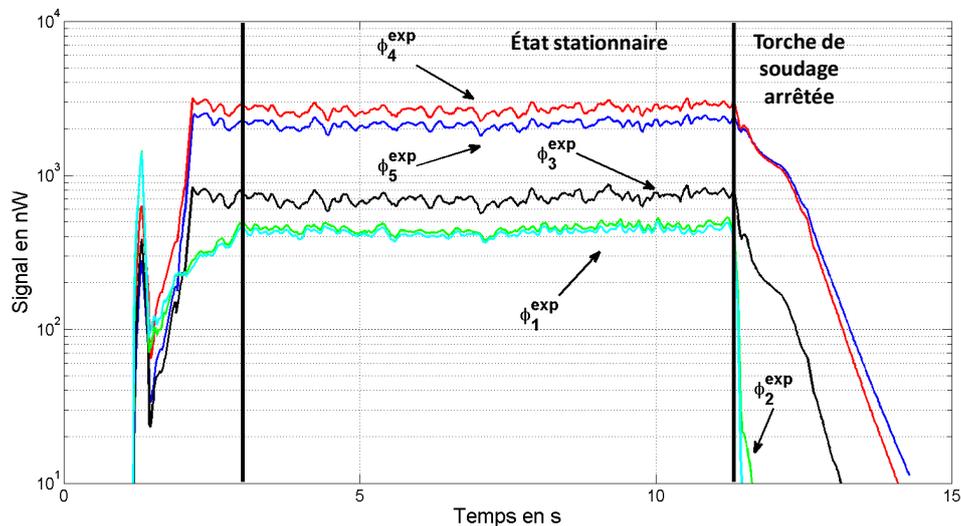


Figure 5.5 : exemple de signal à 9 mm de la torche avec la plaque mobile.

Le flux collecté lors de la mesure passe à travers une fenêtre saphir et une lentille de focale 150 mm. La transmission de ces éléments donnée dans le paragraphe 4.3.3 est rappelée dans le Tableau 5-3 définissant ainsi les valeurs de H_{M_i} à utiliser :

Chemin optique	H_M étalonné au chapitre 4	Saphir d'épaisseur 10 mm : transmission moyenne (± 20 nm)	Lentille de focale 150 mm : transmission moyenne (± 20 nm)	H_M à utiliser lors des opérations de soudage
940	0,1950	85,6 %	82,4 %	0,1375
850	0,2545	84,9 %	81,4 %	0,1759
680	0,2718	83,2 %	85,7 %	0,1938
530	0,1074	82,6 %	64,2 %	0,0569
480	0,1361	82,2 %	45,9 %	0,0514

Tableau 5-3 : Résumé des amplitudes $H_{M,\lambda}$

Remarque : les mesures de ce chapitre ayant été réalisées avant le phénomène expliqué au paragraphe 4.3.4, les chemins optiques n°1 et 2 ne seront pas retenues pour les mesures.

Le calcul de la température avec une méthode monochromatique s'effectue de la manière suivante :

Lors du calcul de la température à la longueur d'onde λ , le code de calcul développé sous Matlab® recherche une valeur de T telle que la fonctionnelle (5.1) définie à partir de l'écart quadratique entre le signal théorique et le signal expérimental obtenu pour un chemin optique soit minimisée. La fonction utilisée pour la minimisation est la fonction `fminsearch` disponible dans la toolbox « optimization » de Matlab® (méthode des moindres-carrés).

$$f_{\lambda i}(T) = \left(F_{12S} \int_{\bar{\lambda}-3\sigma_i}^{\bar{\lambda}+3\sigma_i} H_{M_i} e^{-\frac{1}{2}\left(\frac{\lambda-\bar{\lambda}}{\sigma_i}\right)^2} \varepsilon(\lambda) M(\lambda, T) d\lambda - \phi_i^{exp} \right)^2 \quad (5.1)$$

Il est possible de ne calculer qu'une seule température en minimisant par moindres carrés l'équation (5.2).

$$f_{tot}(T) = f_{\lambda 1}(T) + f_{\lambda 2}(T) + f_{\lambda 3}(T) + f_{\lambda 4}(T) + f_{\lambda 5}(T) \quad (5.2)$$

Remarque : les $f_{\lambda i}(T)$ ne sont prises en compte dans l'équation (5.2) que si $\phi_i^{exp} > 30$ nW soit un signal plus de 10 fois supérieur au bruit de mesure.

Une mesure à une longueur d'onde permet d'estimer une inconnue T en imposant l'émissivité. L'ajout d'une mesure simultanée donne un système de deux équations qu'il est donc possible de résoudre de manière à calculer deux inconnues (T et ε). En généralisant, n mesures simultanées permettent l'estimation de T et $\varepsilon(\lambda)$, où $\varepsilon(\lambda)$ est une fonction à $n - 1$ inconnues.

Comme trois chemins optiques d'onde sont utilisables, T et $\varepsilon(\lambda)$ sont estimés, où $\varepsilon(\lambda)$ est une fonction polynomiale de degré 1 (code de calcul en annexe 7.5). La température ainsi calculée est présentée sur la Figure 5.6.

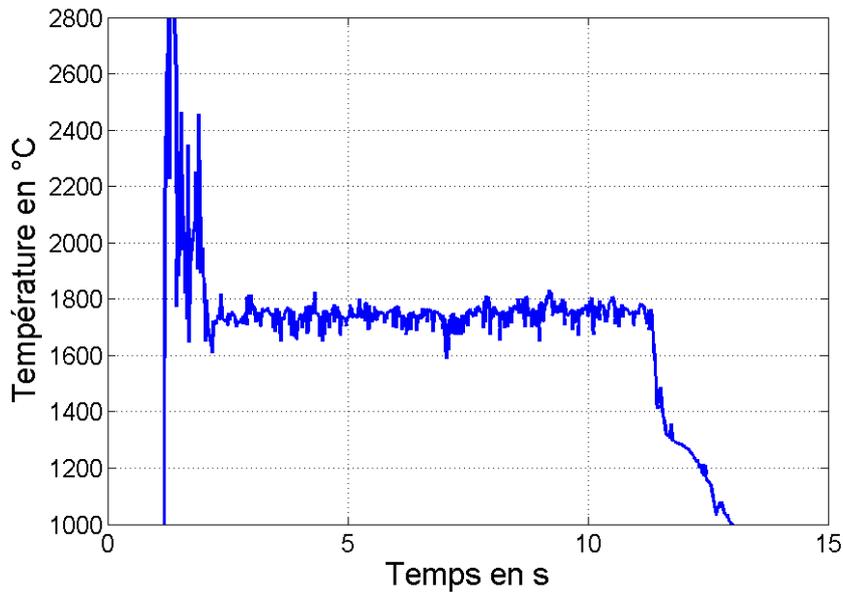


Figure 5.6 : température polychromatique calculée à 9 mm de la torche avec la plaque mobile.

Un état stationnaire est atteint entre 3 et 11 secondes. La température moyenne calculée sur cette plage de temps est de 1 743 °C avec un écart type de 33 °C. Les émissivités associées sont : $\varepsilon_3 = 0,266$; $\varepsilon_4 = 0,268$; $\varepsilon_5 = 0,272$. Ces valeurs sont de l'ordre de grandeur des émissivités pouvant être trouvées dans la littérature bien que légèrement plus faibles globalement (environ 0,35 pour le fer pur (Watanabe *et al.*, 2003b)).

Après 11 secondes, la torche de soudage est éteinte et le cordon de soudure se solidifie. L'estimation de l'émissivité indique des valeurs d'émissivité supérieures à 1, ce qui n'a pas de sens physique puisqu'une émissivité est comprise entre 0 et 1 (Figure 5.7).

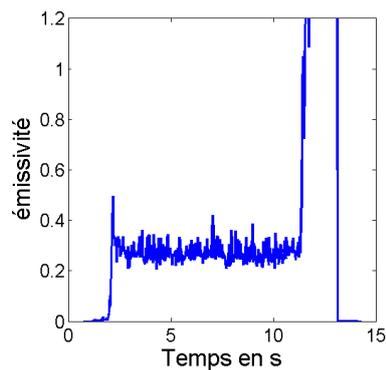


Figure 5.7 : émissivité à 940nm à 9mm de la torche.

L'utilisation d'un calcul de la température bichromatique en utilisant les émissivités calculées permet de mieux comprendre cette valeur d'émissivité. En effet, la différence de température entre celle estimée par minimisation des flux et celle par technique bichromatique est présentée sur la Figure 5.8. Les températures bichromatiques ne prennent pas en compte les facteurs géométriques, c'est pourquoi un écart entre les deux méthodes de calcul prouve qu'il y a une variation des facteurs géométriques. Les écarts apparaissent après 11 secondes, c'est-à-dire lorsque l'émissivité calculée

est supérieure à 1 d'après le calcul polychromatique (Figure 5.8). Cet écart indique donc que l'erreur est d'origine géométrique. En effet, lors de la solidification du cordon, ce dernier prend une géométrie tubulaire. La surface observée n'est donc plus plane mais incurvée augmentant ainsi l'aire de la surface observée. De plus, l'épaisseur du cordon diminue la distance entre la surface et la lentille, ce qui vient également augmenter le facteur de forme.

Remarque : le ratio des flux $\phi_5^{exp} / \phi_4^{exp}$ étant faible à ces niveaux de température (Tableau 2-1), les chemins optiques utilisés pour le calcul bichromatique sont 5 et 3.

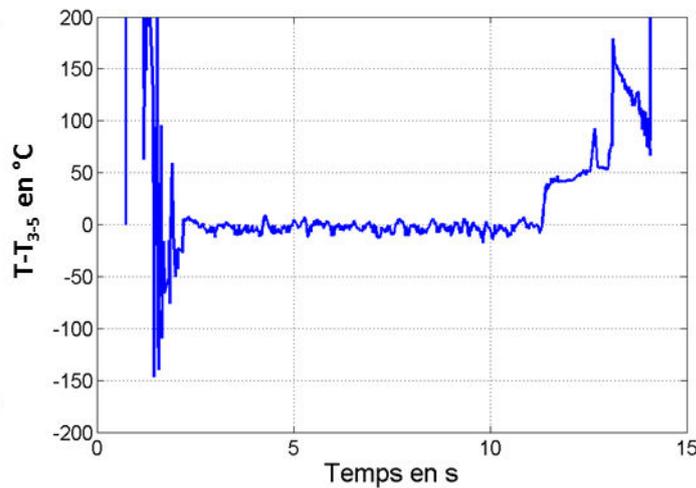


Figure 5.8 : écart de température entre calcul bichromatique ($T_{3.5}$) et minimisation des flux (T).

Une estimation de la température par minimisation des flux n'est donc pas possible après solidification du cordon en raison de la variation de la surface observée ainsi que du facteur de forme associé.

L'utilisation de la pyrométrie implique que l'incertitude de l'estimation de la température dépend de la température elle-même (équation(5.3)). L'erreur ainsi calculée est présentée sur la Figure 5.9.

$$\frac{e_T}{T} = \frac{\frac{e_{H_{M_1}}}{H_{M_1}} + \frac{e_{H_{M_2}}}{H_{M_2}}}{\frac{C_2}{T} \left| \frac{1}{\lambda_1} - \frac{1}{\lambda_2} \right|} \quad (5.3)$$

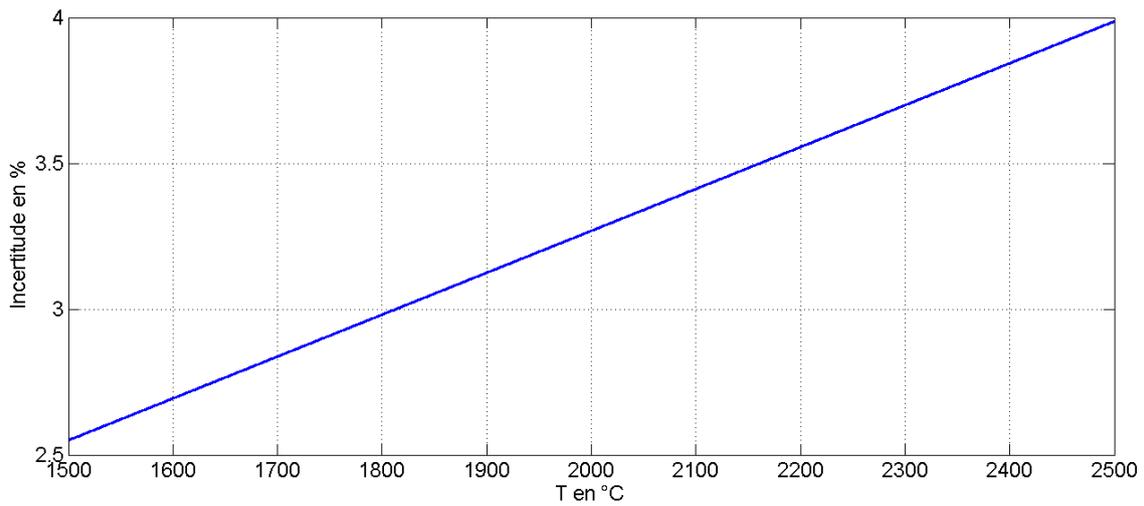
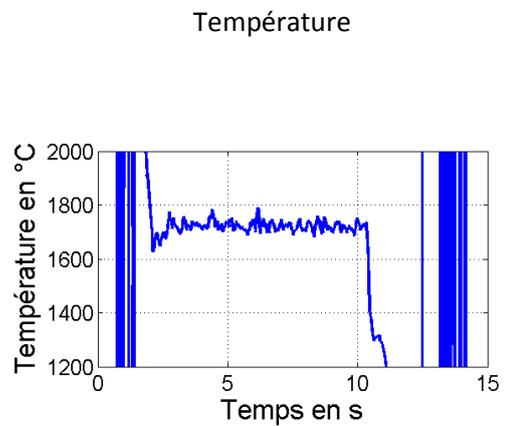
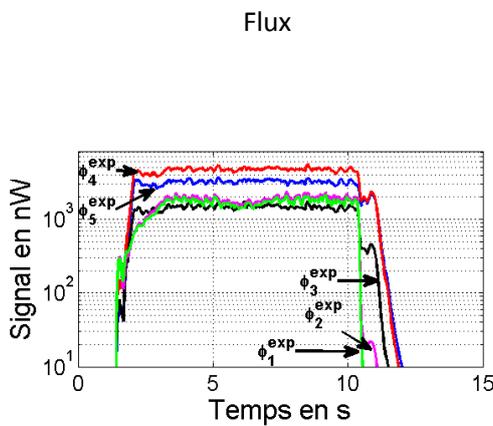


Figure 5.9 : incertitude en fonction de la température sur l'estimation de la température lors du soudage.

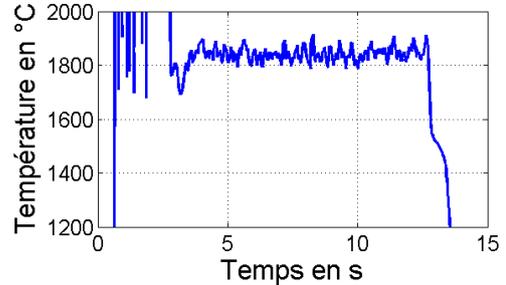
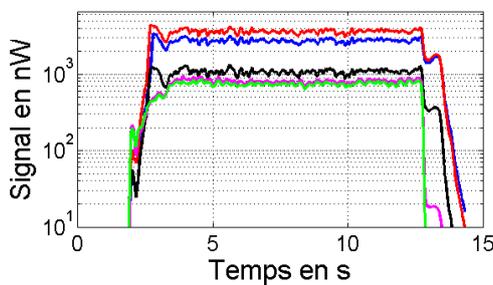
Le traitement des flux mesurés à 9 mm de la torche qui a été présenté et appliqué à l'ensemble des mesures, c'est-à-dire à 3, 6, 9, 12, 15, 18 mm. L'ensemble de ces mesures de flux et les températures estimées associées sont présentées dans le Tableau 5-4.

Distance par rapport à la torche / θ_{fusion} estimée

3 mm / 1317 °C



6 mm / 1512 °C



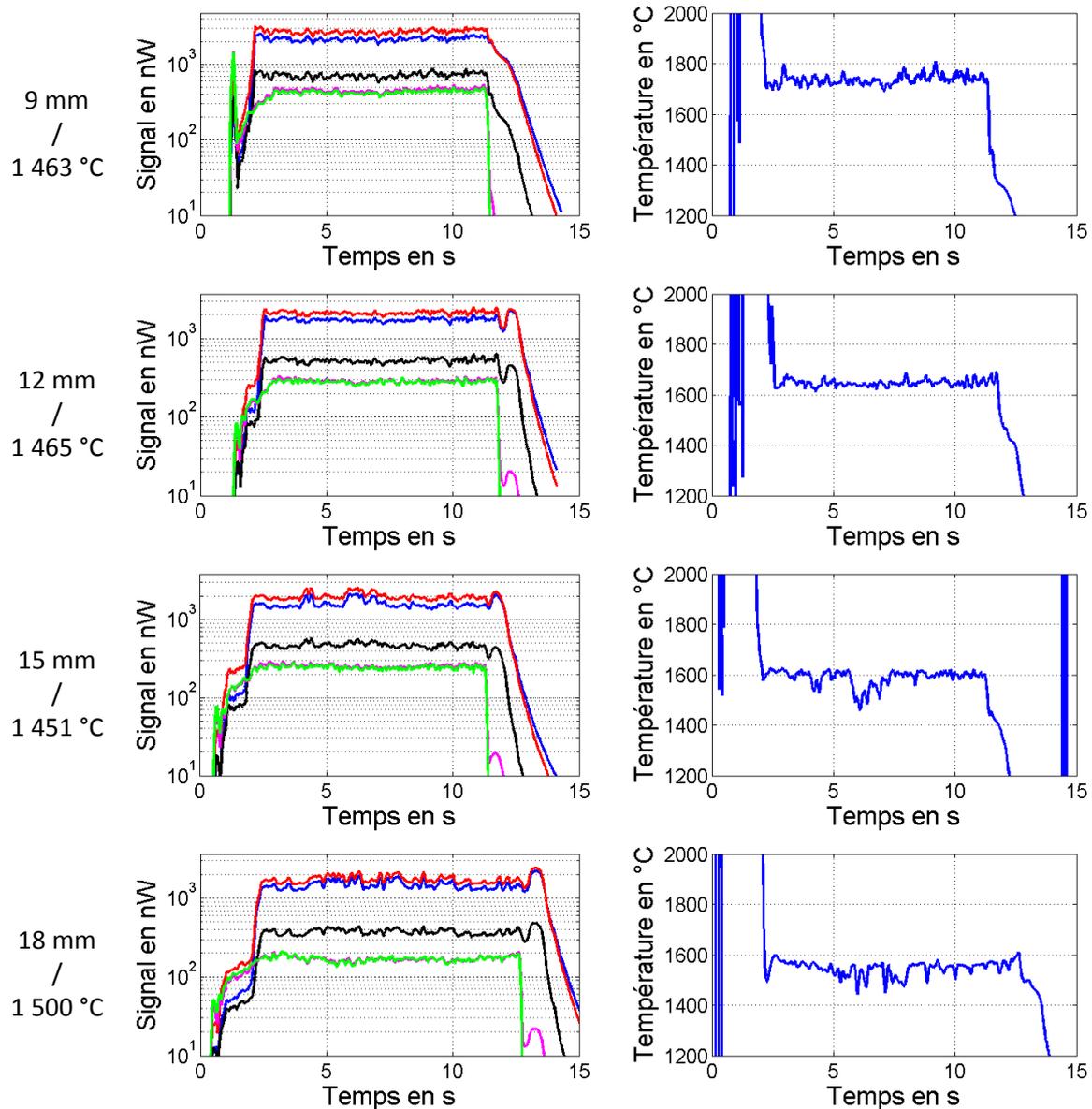


Tableau 5-4 : flux et températures associées en fonction des distances à la torche.

Le Tableau 5-4 montre qu'un état stationnaire est atteint entre 5 et 10 s. Cet état stationnaire est utilisé pour en déduire une température et une émissivité moyenne ($\varepsilon = a\lambda + b$). Les résultats de ces calculs sont présentés sur la Figure 5.10.

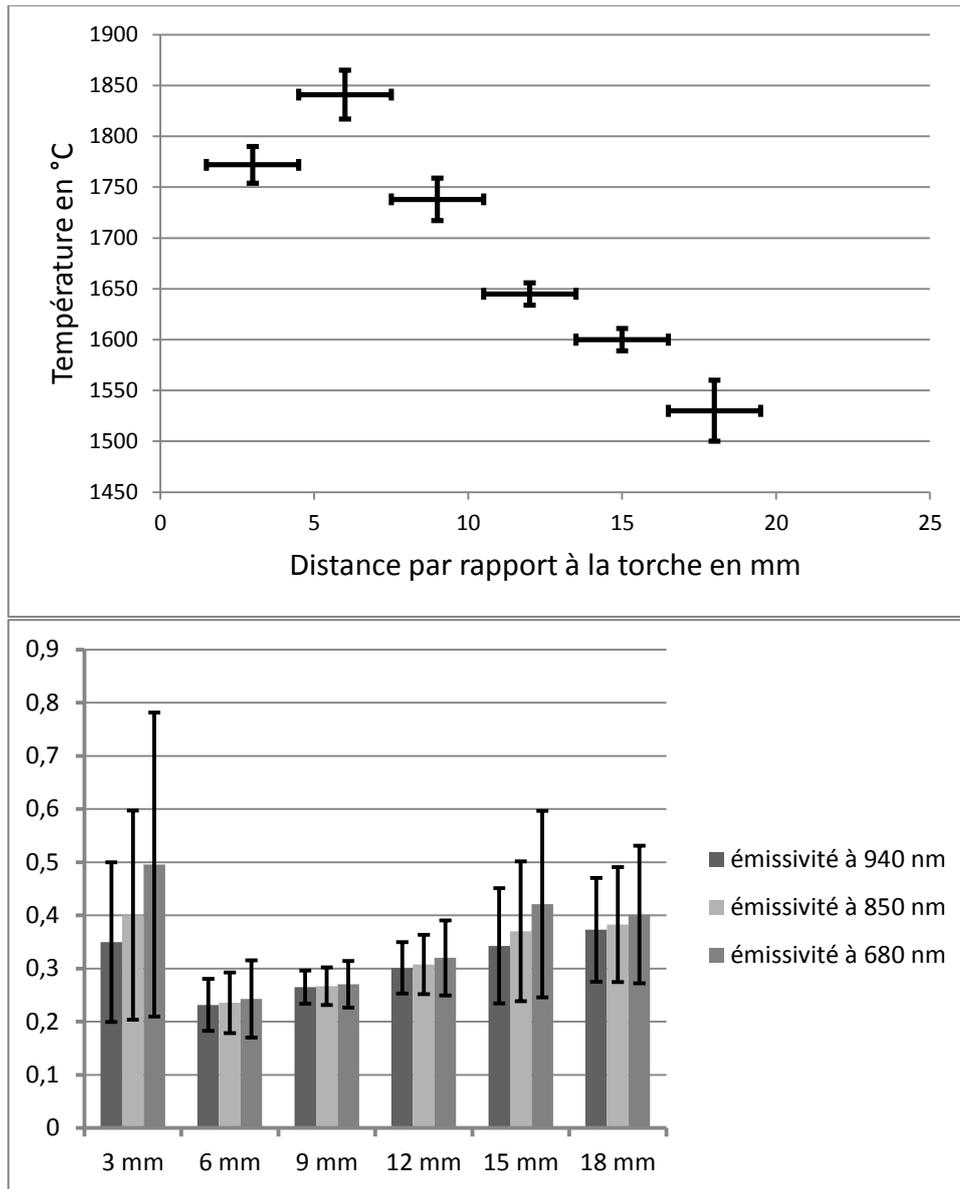


Figure 5.10 : mesure des températures et des émissivités associées à l'aide de la méthode polychromatique lors de l'état stationnaire.

L'estimation de l'émissivité (Figure 5.10) montre une tendance similaire d'émissivité croissante avec l'éloignement de la torche à l'exception des mesures à 3 mm et à 18 mm.

L'hypothèse avancée, est qu'à 3 mm de la torche, l'influence de cette dernière n'est pas négligeable. En ce qui concerne la mesure à 18 mm, il semble qu'elle soit trop proche de la partie solide du cordon. En effet, la Figure 5.10 montre, premièrement, que la température estimée est proche de la température de solidification ; et deuxièmement que l'émissivité n'augmente pas autant en fonction de la distance que les autres émissivités estimées. Sachant que l'émissivité baisse lors de la solidification (Watanabe *et al.*, 2003b), l'hypothèse émise ici est que le pyromètre vise une surface composée en partie de liquide et en partie de solide. Le calcul de l'émissivité s'en voit donc affecté et la température déduite également.

En utilisant donc seulement les mesures de 6 mm à 15 mm à l'état stationnaire, il est possible de conclure que l'émissivité baisse en fonction de la température.

À titre comparatif, une étude lors d'une opération de soudage A-TIG sur le même matériau a été réalisée par H. Schöpp *et al.* (Schöpp *et al.*, 2012). Les mesures sont effectuées par un spectromètre à bande entre 650 et 850 nm et une caméra munie d'un filtre à 675 nm. Dans cet article, les auteurs présente une mesure d'émissivité décroissante avec la température, ce qui vient corroborer nos mesures. Cependant, les émissivités estimées dans l'article sont inférieures à celles obtenues ici allant jusqu'à une émissivité de 0,09 à 1 761 °C.

Enfin, les températures de solidification estimées présentées dans le Tableau 5-4 sont (à l'exception de la mesure à 3 mm) comprises entre 1 451 °C et 1 512 °C. La température de solidification étant 1 425 °C, il est possible d'en déduire que les températures ainsi estimées sont légèrement supérieures à la réalité (entre + 1,8 % et + 6,1 % dans le cas présent).

5.3. Mesures avec la torche mobile

Dans ce cas, la torche et le pyromètre sont fixés sur le même support mais la torche est à 60° d'inclinaison pour ne pas perturber la visée pyrométrique. La vitesse de la torche a été réglée à 6 mm.s⁻¹ et la vitesse du fil à 13 m.min⁻¹ (Figure 5.2).

L'exemple présenté est la mesure radiative effectuée avec la torche mobile, la tôle et le pyromètre fixes (Figure 5.11). À environ $t = 2$ s, les cinq flux radiatifs augmentent significativement à l'allumage de la torche MAG. Cependant, les voies 3, 4 et 5 présentent un palier pendant 1 s, alors que les signaux des voies 1 et 2 augmentent régulièrement. À $t = 5,5$ s, la torche passe sous le pyromètre : les signaux sont maximaux et sont fortement influencés par le rayonnement de la torche. Entre $t = 7$ s et $t = 8,5$ s, les voies 3, 4 et 5 montrent à nouveau un palier, alors que les signaux des voies 1 et 2 chutent régulièrement sans marquer de palier. Comme lors de la phase ascendante, ce phénomène est sans doute dû à la réflexion par la tôle du rayonnement émis par la torche, et dont les plus courtes longueurs d'onde du pyromètre y sont spécifiquement sensibles, recouvrant l'émission propre de la tôle lors de la solidification.

Remarque : l'arrêt de la torche ne figure pas sur la Figure 5.11, cette dernière ayant été éteinte loin de la zone de visée.

Les températures et émissivités associées sont estimées de la même manière que pour le paragraphe 5.2. Les résultats de ces estimations sont présentés dans les Figures 5.12 et 5.13.

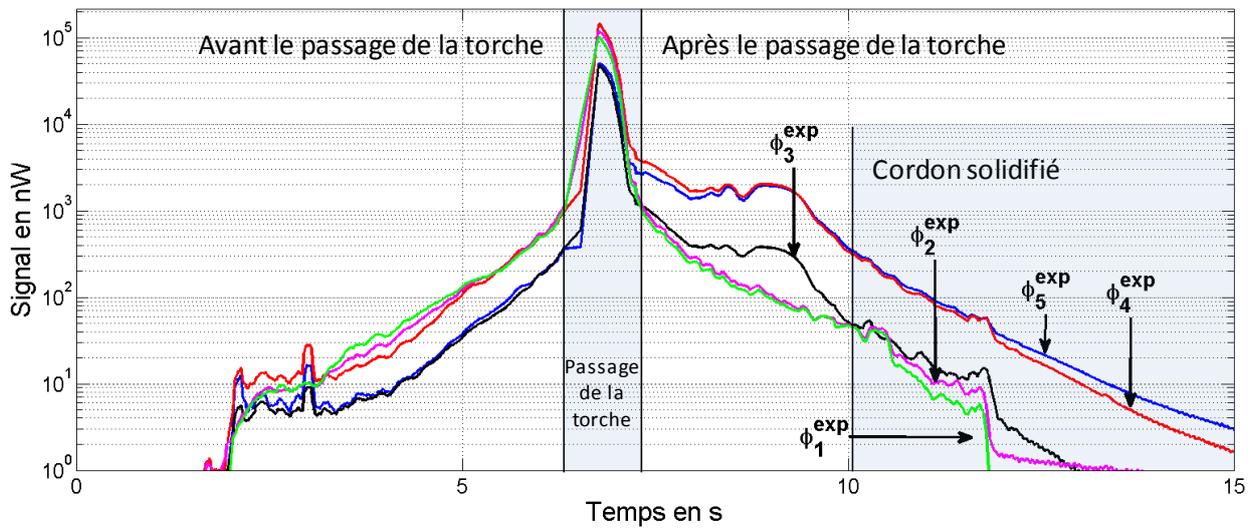


Figure 5.11 : exemple de flux mesurés lors d'une passe.

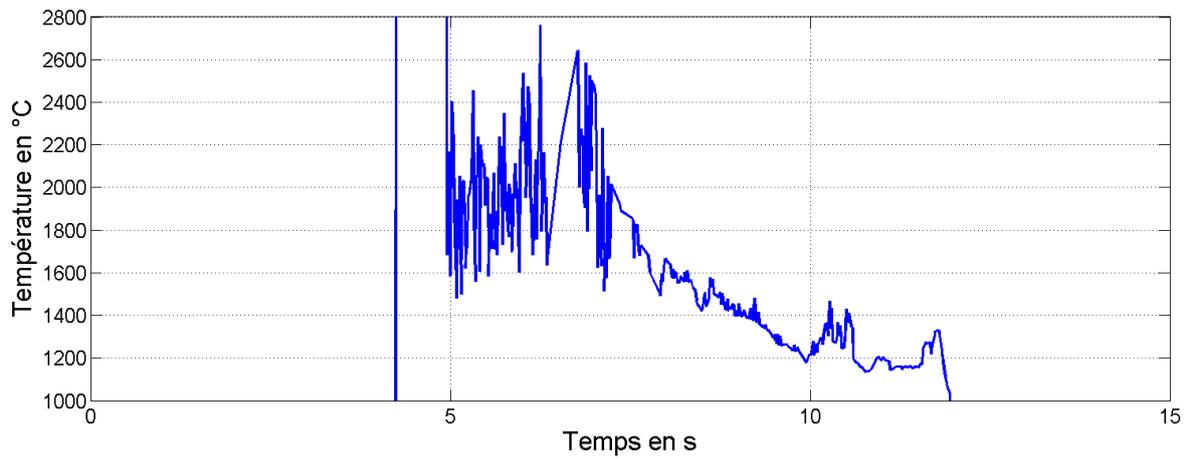


Figure 5.12 : exemple de températures estimées.

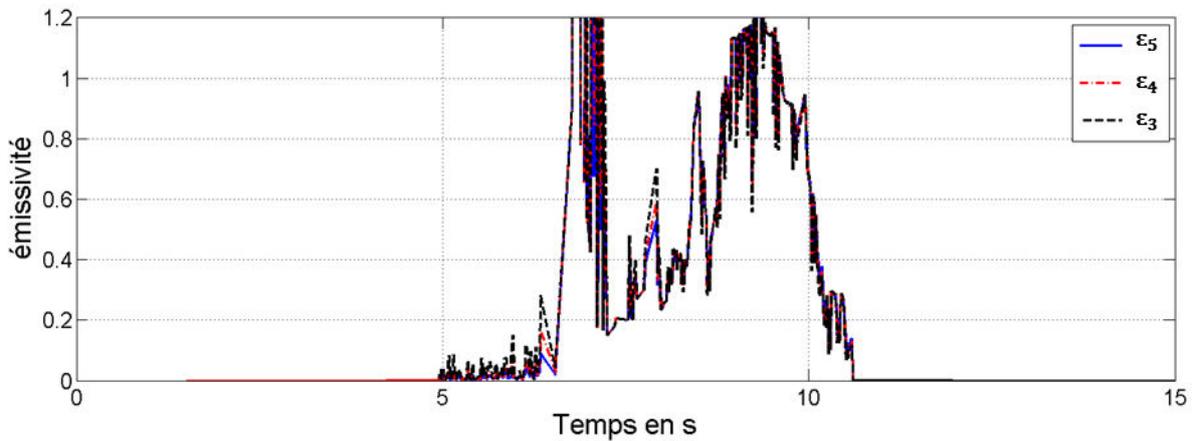


Figure 5.13 : exemple d'émissivités estimées.

Une première estimation de la température (Figure 5.12) a été effectuée pour les trois voies 3, 4 et 5 en utilisant une méthode de calcul polychromatique par minimisation des flux (équation 5.2). La Figure 5.13 montre une instabilité des valeurs d'émissivité ainsi que des valeurs estimées d'émissivité supérieures à 1. Cela indique encore une fois de fortes variations de la géométrie ou du rayonnement additif (venant de la torche) faussant ainsi l'estimation de l'émissivité. La méthode de calcul estime la température T et un coefficient a produit de plusieurs éléments, $a = \alpha_{atm} \times F_{12} \times s \times \varepsilon$, pouvant varier lors du soudage. La variation de α_{atm} , F_{12} ou de s lors de la mesure ne permet pas d'estimer ε correctement, mais l'estimation de T , et de a comme produit de plusieurs éléments, reste correcte. La température reste donc exploitable malgré une estimation erronée de l'émissivité.

En complément, deux autres essais ont été réalisés dans les mêmes conditions de manière à observer la reproductibilité de l'expérience. Les estimations de température pour les trois essais sont présentées sur la Figure 5.14. Le 0 de l'axe des abscisses correspond au passage de la torche. Les températures calculées sont reproductibles mais avec une forte incertitude sur le niveau de température. La partie la plus exploitable de ces mesures est comprise entre 1 s et 3 s (écart maximal d'environ 400 °C entre 1 s et 3 s de la torche).

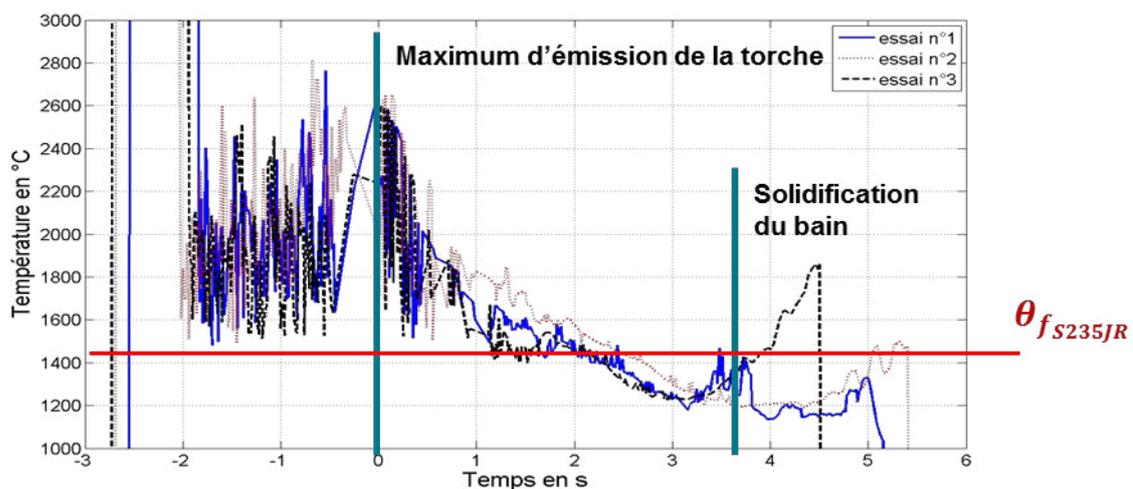


Figure 5.14 : températures estimées pour les trois essais dans la configuration « torche mobile ».

5.4. Confrontation des mesures statique et dynamique

La connaissance de la vitesse à laquelle le cordon de soudure est créé (6 mm.min⁻¹) permet de confronter les deux types de mesure présentés précédemment (paragraphes 5.2 et 5.3). La superposition des mesures implique un point de référence identique qui est ici choisi comme étant le passage de la torche ($t = 0$).

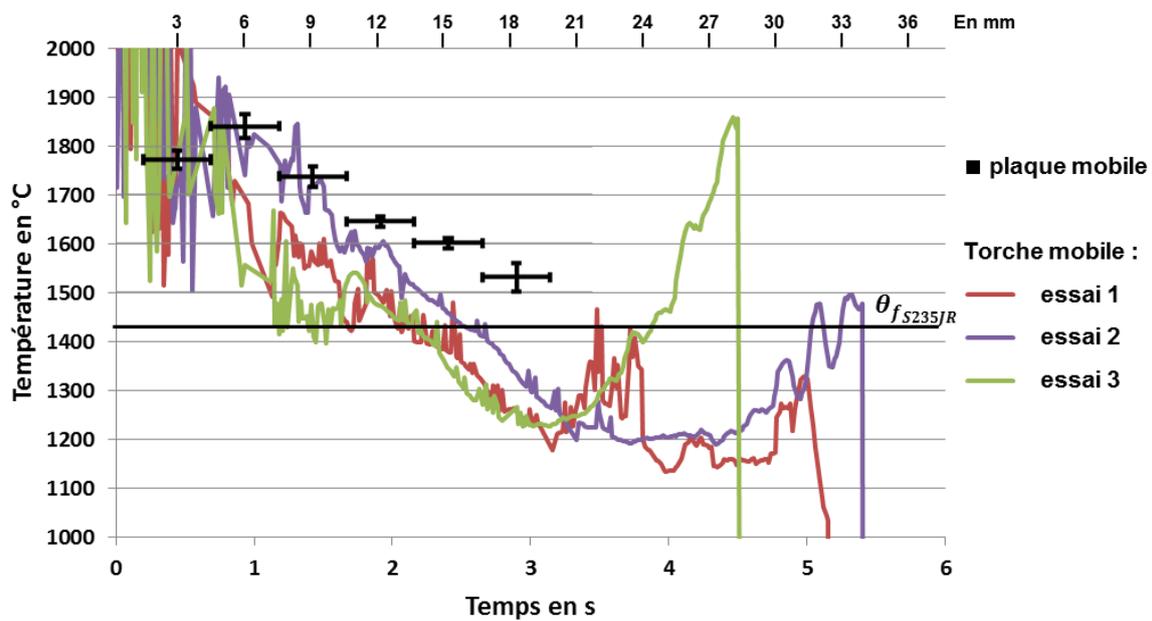


Figure 5.15 : comparaison des températures estimées.

La Figure 5.15 montre que les deux configurations permettent de remonter à une même longueur de bain (environ 19 mm après la torche). Les températures estimées dans la configuration « torche mobile » indiquent que le changement de phase s'effectue vers 1 250 °C tandis que celles dans la configuration « plaque mobile » indiquent un changement de phase vers 1 450 °C. Sachant que la température de fusion de l'acier S235JR est de 1 425 °C, l'estimation de température par la méthode de la plaque mobile semble la plus fiable.

5.5. Conclusion sur les mesures lors d'une opération de soudage

Bien que l'orientation de la torche influe sur la température maximale, les gradients thermiques ont pu être estimés lors d'une opération de soudage MAG.

La zone de visée trop importante vis-à-vis de la taille du cordon entraîne une estimation de la température sur une zone à fort gradient thermique. L'utilisation d'une caméra permettrait de diminuer cette zone de visée en effectuant une estimation de la température pour chaque pixel. De plus, une zone de visée plus petite permettrait un choix de zone de mesure où l'influence de la variation du facteur de forme serait moindre pour ainsi estimer plus précisément l'émissivité. De plus, l'utilisation de la configuration plaque mobile permet de réduire grandement l'incertitude à l'aide de l'utilisation du signal moyen lors de l'opération de soudage.

Conclusion

L'objectif de cette thèse était de travailler autour des mesures à hautes températures. Les besoins en termes de modélisation des assemblages conduisent à devoir, premièrement, développer des modèles multiphysiques complexes, deuxièmement, caractériser les matériaux à hautes températures (températures supérieures à 1 000 °C et pour des matériaux métalliques aux états solide, liquide voire même vapeur), troisièmement, développer et appliquer des techniques de mesure thermique pour des températures jusqu'à 3 000 °C et enfin, quatrièmement, développer des dispositifs permettant de valider et de caractériser les phénomènes aux hautes températures. La méthodologie adoptée au cours de ce travail de thèse a été de mener en parallèle les développements de la mesure pyrométrique multispectrale et d'un dispositif à hautes températures. Ceci afin d'aller vers deux points fondamentaux, à savoir, la caractérisation des matériaux métalliques à hautes températures et la mesure thermique associée.

Comme a pu le montrer l'étude bibliographique, la caractérisation des matériaux à hautes températures et tout particulièrement sur les matériaux fondus peut suivre deux approches. La première s'appuie sur des méthodologies fortement transitoires dans le but d'éviter tous les phénomènes perturbant la mesure et liés à la pollution chimique du matériau. Dans ce cas, les phénomènes sont très rapides et sous-entendent des mesures ainsi que des modèles en adéquation avec ceux-ci. Les travaux de Boivineau et Pottlacher montrent que ces techniques permettent d'estimer plusieurs paramètres tels que l'enthalpie de fusion, la capacité calorifique à pression constante, la résistivité électrique volumique, la masse volumique et la conductivité thermique. La seconde conserve une méthodologie plus classique en cherchant à établir un environnement thermiquement et chimiquement contrôlé, afin ensuite de venir solliciter le matériau. Les travaux de plusieurs laboratoires, utilisant ce type de technique, conduisent à estimer *via* des méthodes flash en face avant ou en face arrière la diffusivité ou la conductivité de matériaux fondus. Nous notons cependant que peu d'études sont publiées sur des matériaux fondus au-delà de 2 000 °C. Dans les deux cas, les modèles et les mesures restent multiphysiques et complexes. En complément, des techniques de lévitation ont été développées afin de chercher à éviter les problèmes de pollution. Concernant la mesure thermique associée, l'état de l'art a montré les limites des mesures intrusives par thermocouple et s'est focalisé sur les mesures radiatives de type pyrométrique tout particulièrement. Il est souligné que la mesure pyrométrique multispectrale permet, grâce à un choix judicieux des longueurs d'onde de remonter à la température, mais aussi aux paramètres d'un modèle de loi de l'émissivité. Enfin, des modèles d'émissivité viennent compléter ce chapitre. Cet état de l'art nous a donc incités à prendre la direction du développement d'une mesure thermique par pyrométrie multispectrale. Ensuite, voulant travailler sur des matériaux métalliques fondus, nous avons cherché à développer un dispositif pouvant atteindre 2 500 °C.

À partir de l'étude bibliographique et au regard de la volonté de tendre vers de la mesure thermique à hautes températures tout en cherchant à estimer les lois liées à l'émissivité des matériaux, nous avons fait le choix d'un pyromètre multispectral à cinq longueurs d'onde. Le chapitre 2 est construit autour de ces choix. Après quelques rappels théoriques sur le rayonnement thermique, l'accent est mis sur les contraintes en termes de gamme de température à couvrir (de 1 000 °C à 3 000 °C) et de la zone de mesure. Une analyse des erreurs liées à l'estimation de la température, s'appuyant sur les travaux de Pierre et de Rodiet, conduit à définir des longueurs

d'onde optimales avec cependant des contraintes concernant les filtres trouvés chez les fournisseurs. Ainsi, les cinq longueurs d'onde retenues sont : $\lambda_1 = 480 \text{ nm}$; $\lambda_2 = 530 \text{ nm}$; $\lambda_3 = 680 \text{ nm}$; $\lambda_4 = 850 \text{ nm}$; $\lambda_5 = 940 \text{ nm}$. Le pyromètre multispectral est ensuite présenté à travers la définition de l'ensemble des éléments qui le compose. Une analyse de toutes les fonctions de transfert des différents éléments permet de démontrer et de visualiser, d'un point de vue théorique, les transmittivités associées aux cinq chemins optiques. Enfin, en complément de cette analyse et à partir des données « constructeur » sur la transmittivité de chacun de ces chemins, nous avons fait le choix de représenter celle-ci par une fonction de type gaussienne définie à travers trois paramètres : une longueur d'onde centrale $\bar{\lambda}_i$, un écart-type σ_i et une transmittivité maximale h_{Mi} . De plus, dans le cadre de notre étude, nous avons cherché à estimer ces trois paramètres présentés dans le tableau suivant.

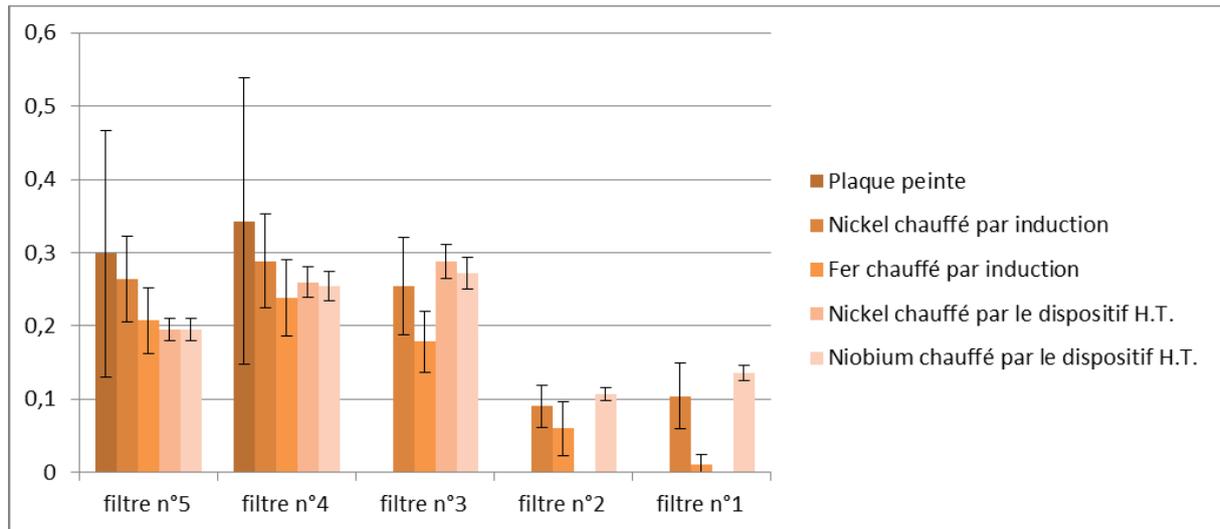
chemin optique	1	2	3	4	5
$\bar{\lambda}_i(\text{nm})$	481,35	531,87	680,22	851,39	940,00
$\sigma_i (\text{nm})$	3,55	3,85	4,09	6,41	4,92
$H_{Mi} = h_{Mi}$	0,423	0,380	0,407	0,402	0,483
aires initiales (nm)	3,76	3,43	3,83	7,00	6,07
aires estimées (nm)	3,86	3,50	3,92	6,60	5,69
erreur (%)	2,74	2,19	2,42	5,72	6,30

Dans la suite de ce travail, nous avons fait le choix de conserver les valeurs théoriques des longueurs d'onde centrales ainsi que celles des écarts-types pour chercher à estimer les transmittivités maximales à travers l'étalonnage. En complément, au regard des fonctions de transfert liées aux expériences envisagées, un calcul de facteur de forme et des incertitudes est réalisé. Enfin, afin d'analyser l'influence du gaz se trouvant entre la surface visée et la chaîne pyrométrique, une étude spécifique a été menée. Elle permet, pour des conditions sous vide et sous plusieurs types de gaz, de démontrer l'innocuité des gaz protecteurs.

Dans le chapitre 3, nous avons cherché à développer un dispositif pouvant conditionner une zone expérimentale permettant d'atteindre une température de l'ordre de 2 500 °C. Après avoir défini quelques contraintes liées à l'environnement recherché en termes de réaction chimique et de champ magnétique au regard du choix d'un chauffage inductif, les choix technologiques sont présentés. Le suscepteur en carbone, isolé par du feutre en graphite, est positionné dans un inducteur alimenté par une source de 25 kW et conditionné dans une enceinte pouvant être mise sous vide ou sous gaz neutre. Le dimensionnement de ce dispositif ainsi que les choix des matériaux se sont basés sur des simulations numériques. Ainsi, un modèle magnéto-thermique 2D axisymétrique a été développé à l'aide du code commercial Comsol Multiphysics®. La mise en données est discutée en particulier sur la relation entre le courant circulant dans l'inducteur et la génération de chaleur dans le suscepteur. L'ensemble de l'optimisation de la simulation induit une analyse des paramètres des équations, des maillages des différentes parties ainsi que du couplage des problèmes thermique et électromagnétique vis-à-vis d'observables que sont les mesures de température et leur évolution. Deux thermocouples placés judicieusement permettent d'affiner d'une part la définition de l'apport d'énergie et d'autre part la montée en température du suscepteur en carbone. Cette démarche nous a permis, *in fine*, de faire le lien entre la puissance du four à

induction et la montée en température démontrant que la puissance du four est suffisante pour atteindre les 2 500 °C recherchées et de faire des choix sur la vitesse de montée en température du dispositif. Cependant, ce travail de développement n'a pas été sans problème. Une présentation de ces différents problèmes nous permet enfin d'affiner les choix technologiques.

Le dispositif à hautes températures ayant été développé tout au long du travail de cette thèse, l'étalonnage du pyromètre multispectral, présenté dans le chapitre 4, a dû être réalisé sur plusieurs dispositifs expérimentaux. Il est bon de souligner qu'une première expérience développée dans le chapitre 2 autour de la machine Gleeble® montre que le gaz de l'enceinte lors de l'étalonnage a une influence négligeable sur le transfert du flux radiatif. Ainsi, après avoir rappelé les grandeurs calculées en amont et leurs incertitudes telles que les facteurs de forme, la surface visée et deux des trois grandeurs caractérisant la fonction de transfert d'un filtre (la longueur d'onde centrale et l'écart type), nous rappelons que l'étalonnage passe par l'estimation des amplitudes maximales de chaque filtre à condition de maîtriser les deux grandeurs manquantes que sont la température et l'émissivité de la surface. En conséquence, trois dispositifs complémentaires ont été utilisés. Tout d'abord, une expérience utilisant un chalumeau permet de chauffer des matériaux sur lesquels une peinture d'émissivité connue est apposée. De plus, des capteurs de température suivent la montée en température. Cependant, en raison de problèmes de tenue en température de la peinture, de fixation des capteurs de température et du niveau de température atteint, l'étalonnage du pyromètre n'a pu se faire que sur deux des cinq filtres avec de plus une incertitude importante. Ensuite, un premier four à induction chauffant un creuset en nitrure de bore dans lequel les matériaux sont fondus nous permet de définir d'une part la température liée à la fusion et d'autre part l'émissivité grâce à des données bibliographiques. Ici encore, des difficultés sont soulignées avec cependant pour le nickel et le fer des estimations des amplitudes maximales des cinq filtres. Nous soulignons que deux des cinq filtres manquent de signal induisant des incertitudes très importantes. Enfin, l'utilisation du dispositif présenté au chapitre 3 vient compléter ce travail. Nous avons fait le choix de plusieurs matériaux avec des niveaux de température de fusion allant de 1 000 °C à 2 400 °C. Concernant le cuivre, le nickel et le fer, nous avons pu confirmer l'étalonnage de trois des cinq filtres et surtout de réduire les incertitudes sur les estimations des amplitudes maximales des filtres. Pour ces matériaux dont les températures de transition solide-liquide sont inférieures à 1 600°C, l'étalonnage des deux derniers filtres reste difficile en raison de signaux limités. La suite de ce travail nous a conduits à utiliser du chrome (1 907 °C) et du niobium (2 477 °C). Des problèmes de réaction entre ces matériaux et le reste de l'enceinte ne nous ont pas permis d'améliorer l'étalonnage. Cependant, nous avons pu confirmer en partie celui-ci et démontrer que le dispositif était capable d'atteindre les 2 500 °C.



Le dernier chapitre de ce travail a pour vocation d'utiliser le pyromètre dans un contexte de soudage MAG et pour deux configurations expérimentales. Pour la première, le pyromètre est positionné au-dessus du bain fondu et est lié au déplacement de la torche de soudage. Plusieurs expériences avec des positionnements relatifs différents permettent d'estimer des températures de surface du bain en fonction de la distance entre la torche de soudage et ces positionnements relatifs. Nous notons une décroissance de la température avec cependant des incertitudes liées d'une part au rayonnement de la torche et d'autre part aux états de surface lors du positionnement au-dessus de la transition liquide-solide. Pour la seconde, le pyromètre est fixe et la torche se déplace. Dans ce cas, nous exploitons le passage au-dessus du bain fondu après le passage de la torche. Ici encore nous notons une décroissance de la température. Une comparaison des résultats dans les deux configurations montrent des résultats cohérents avec cependant des différences et des mesures suivant la première configuration qui semblent plus fiables. En complément, à partir de la première configuration, nous avons pu estimer des valeurs d'émissivité classiques pour les matériaux liquides de l'ordre de 0,3.

Ce travail de thèse a donc permis de répondre à deux objectifs, à savoir la mise en place d'un dispositif à hautes températures pouvant atteindre 2 500 °C et d'un pyromètre multispectral. À ce stade, des développements complémentaires devront être engagés aussi bien pour le dispositif de chauffe que pour le pyromètre. Concernant le pyromètre, comme nous avons pu le souligner, des problèmes de divergence des flux pour les filtres 1 et 2 demandent une adaptation du pyromètre avec l'ajout d'une lentille convergente dans cette chaîne pyrométrique. Afin de valider l'étalonnage des cinq longueurs d'onde, d'autres corps purs ayant des températures de fusion comprises entre 1 500 °C et 2 500 °C peuvent être utilisés. Pour éviter les problèmes de réaction entre le support et l'échantillon, la fusion peut être réalisée, par exemple, au moyen d'un tir laser sur un échantillon massif, le bain étant alors contenu par sa phase solide. Le recours à des corps noirs à cavité fonctionnant dans les gammes de température souhaitées peut également être envisagé pour l'étalonnage. Par ailleurs, un des intérêts du pyromètre développé concerne la mesure, en plus de la température, de l'émissivité. Le développement de modèles d'émissivité en association avec la mise en œuvre de méthodes inverses devrait permettre l'identification de l'émissivité en fonction de la température. Les essais de pyrométrie en conditions de soudage peuvent également être poursuivis. Des expérimentations en laboratoire, en associant le pyromètre et une caméra rapide, permettraient

une analyse plus complète des mesures. Différentes conditions opératoires pourraient être testées de façon à minimiser les perturbations dues à l'arc. D'autres procédés de soudage peuvent aussi être étudiés, de même que les procédés de fabrication additive de pièces métalliques. Un effort devra être porté sur l'amélioration de la résolution spatiale du pyromètre. Rappelons que ces mesures autour du bain fondu sont indispensables pour valider au mieux les modèles numériques.

Concernant le dispositif à hautes températures, l'objectif premier sera de travailler sur la caractérisation des matériaux métalliques à l'état solide et à l'état liquide. Pour cela, un modèle spécifique est en cours de développement avec une sollicitation du matériau par un laser sous la forme d'une impulsion ou de façon cyclique. En complément, les techniques inverses vont être adaptées. Les techniques bayésiennes sont donc envisagées. Ces travaux devraient permettre de mesurer la diffusivité thermique des métaux à hautes températures, pour lesquels les données de la littérature sont encore rares. Pour la mesure d'autres propriétés, comme la viscosité ou la tension superficielle, il sera nécessaire d'adapter le dispositif à hautes températures pour permettre l'observation latérale de l'échantillon au moyen d'une caméra rapide, en complément du pyromètre. Enfin, en raison des réactions entre les matériaux et l'environnement, un travail sur le dispositif à hautes températures doit être envisagé. Le creuset pourrait être rendu indépendant du suscepteur qui, une fois mis en température, pourra recevoir le creuset et l'échantillon pour une procédure de chauffe plus rapide.

Annexe

Sommaire

1 Valeurs attendues lors de mesures de propriétés thermophysiques	2
2 Principe de fonctionnement d'un thermocouple	4
3 EIT-90 : norme internationale sur les mesures de température	6
4 Démonstration des modèles d'émissivité de Maxwell et de Hagen-Rubens	10
5 Propriétés des matériaux utilisés pour la simulation	13
6 Conclusion du rapport d'expertise sur les risques électromagnétiques liés au dispositif à hautes températures.....	14
7 Codes de calcul matlab®	15
7.1. Code de calcul pour les valeurs des σ_i et HMi	15
7.2. Algorithme de minimisation de HMi lors d'une mesure par thermocouple.....	17
7.3. Code de calcul pour les coefficients β	19
7.4. Code de calcul pour des températures monochromatiques.....	21
7.5. Code de calcul polychromatique	23

1 Valeurs attendues lors de mesures de propriétés thermophysiques

En 1993, Baykara *et al.* présentent un article bibliographique sur les propriétés thermophysiques des métaux liquides mesurées par des techniques de lévitation (Baykara *et al.*, 1991). Cet article compare également les avantages et les inconvénients des techniques de lévitation et les résultats obtenus vis-à-vis de mesures sans lévitation. D'après les auteurs, les creusets utilisés sont à base de céramiques, à savoir des oxydes métalliques, carbures, borure, nitrure, etc. Les éléments composants ces céramiques sont des composants d'alliage qui peuvent avoir un effet important sur les propriétés des métaux et notamment sur la tension de surface. Une partie de ses valeurs est présentée dans le Tableau 1-1 (les valeurs entre parenthèses sont des valeurs estimées).

En 1994, Guthrie et Lida présentent un article récapitulant les propriétés thermophysiques de la plupart des métaux purs (Guthrie and Lida, 1994). Les propriétés décrites dans cet article sont : l'enthalpie d'évaporation, l'équilibre des pressions de vapeur sur le liquide, la capacité calorifique à pression constante, et la vitesse du son.

Ces travaux montrent que, bien que les mesures avec lévitation aient l'avantage de prévenir toute contamination de l'échantillon, les incertitudes liées à ces mesures sont plus importantes et inversement, les mesures sans lévitation sont plus précises, mais entraînent d'éventuelles pollutions chimiques. Cette observation permet la prise en compte de la méthode de maintien de l'échantillon selon la propriété thermophysique à mesurer. Par exemple, une méthode de lévitation sera plus adaptée à une mesure d'émissivité tandis qu'une méthode sans lévitation semble être plus précise pour les mesures d'énergie de fusion.

	(1)	(2)	(1)	(2)	(1)	(2)	(1)	(2)	(1)	(2)
Éléments	Cp (J.mol ⁻¹ .K ⁻¹)		Énergie de fusion (KJ.mol ⁻¹)		Masse volumique au point de fusion (g/cc)		Tension de surface au point de fusion (mN.m ⁻¹)		Émissivité	
	T = 1234 K								λ=633 nm	λ=650 nm
Ag	32,64 ±2,06	33,47	10,96±0,44	11,087±0,42			924	966	0.086	0.08
	T = 1071 K									
Ce	31,61 ±0,59	37,69								
	T = 1 768 K									
Co	48,45 ±0,79	40,50	15,35±0,30	16,192±0,25	7,74	7,75	1 931	1 873		
	T = 2 130 K									
Cr	50,71 ±2,47	(39,32)	29,674±0,58	(16,932)	6,29	7,2				
	T = 1 356 K									
Cu	33,05 ±2,92	32,63	13,01±0,32	13,054±0,84	8,089	7,99	356	1 303	0.13	0.13
	T = 1 809 K									
Fe	443,30 ±1,3	46,02	13,55±0,25	13,807±0,42	7,042	7,03	906	1 788		
	T = 1 193 K									

La	32,77 ±0,18	34,3							
	T = 2 890 K								
Mo	37,7	34,26	34,81±0,30	32,538±4,18					
	T = 2 740 K								
Nb	40,6±1,0	(33,47)	30,5±0,84	(26,367)					
	T = 1 289 K								
Nd	44,04 ±0,38	48,78							
	T = 1 726 K								
Ni	39,3	43,09	14,9±0,4	17,47±0,33		845	782	0.40	0.35
	T = 1 825 K								
Pd	41,4	(34,72)	16,736±0,38	17,56				0.38	0.37
	T = 1 204 K								
Pt	39,0 ±2,0	(34,72)	22,17±0,62	19,64				0.38	0.39
	T = 3 287 K								
Ta	42,28 ±4,61	(41,84)	33,89±0,92	31,79±4,18					
	T = 1 943 K								
Ti	46,5 ±1,3	(37,65)	14,99±0,22	(15,44)	4,141	4,13			
	T = 1 405 K								
U	48,53 ±1,25	47,9	9,217±0,60	8,518					
	T = 2 175 K								
V	46,19 ±2,92	47,3	17,30±0,71	20,92	5,304	5,36			
	T = 3 680 K								
W	53,76 ±2,38	37,65	50,34±0,37	(35,1±8,4)					
	T = 1 799 K								
Y	39,79 ±0,54	43,09							
	T = 2 125 K								
Zr	40,7±0,7	41,84	14,652±0,32	(16,89)				0.41	0.32
(1): Avec lévitation					(2): Sans lévitation				
Tableau 1-1 : Valeurs de propriétés thermophysiques (Guthrie and Iida, 1994).									

2 Principe de fonctionnement d'un thermocouple

Les thermocouples sont basés sur le principe de l'effet Seebeck, c'est-à-dire la force électromotrice (fém.) dV générée au point de soudure de deux fils métalliques lorsque ces derniers sont soumis à un gradient de température. Cette fém. peut ainsi écrire de la manière suivante (2.1) :

$$dV = S_{AB}(T)dT \quad (2.1)$$

avec S_{AB} le coefficient Seebeck pour le couple de métaux A et B. Il existe différents couples de métaux dont le coefficient Seebeck a été mesuré, on parle alors de type de thermocouple. À partir du moment où le coefficient de Seebeck est connu, la mesure de cette fém. permet alors de remonter à la température.

En pratique, l'effet Seebeck est la combinaison des effets Peltier et Thomson. L'effet Peltier exprime la fém. produite par le gradient de température dans un circuit électrique (Harman et al., 1959) (Figure 2.1 et Figure 2.2). L'effet Thomson traduit la fém. au point de jonction de deux métaux (Nettleton, 1916) (Figure 2.3 et Figure 2.4). De manière générale, l'effet Thomson est négligeable devant l'effet Peltier (Garnier et al., 2014).

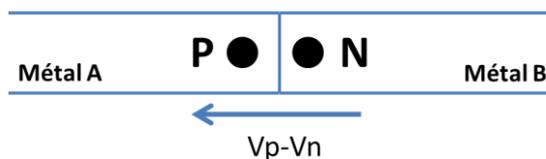


Figure 2.1 : effet Peltier sans courant électrique.

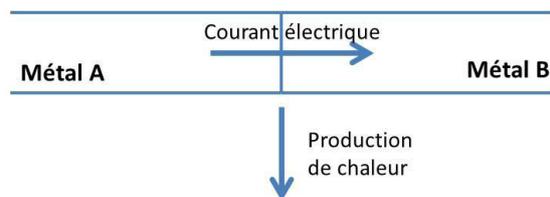


Figure 2.2 : effet Peltier avec courant électrique.

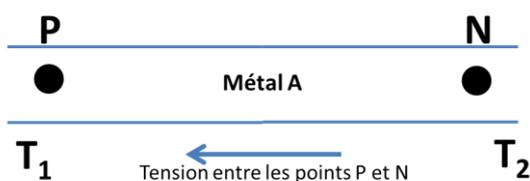


Figure 2.3 : effet Thomson sans courant électrique.

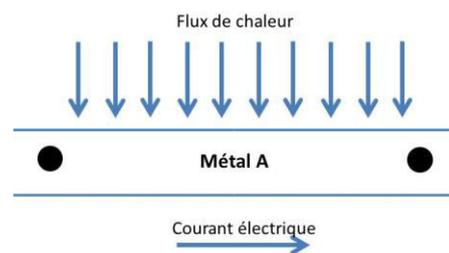


Figure 2.4 : effet Thomson avec courant électrique.

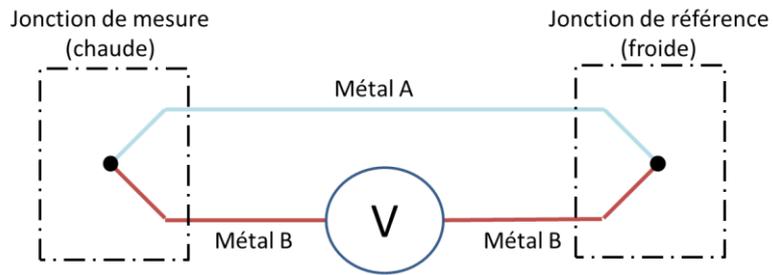


Figure 2.5 : schéma de principe de l'effet Seebeck.

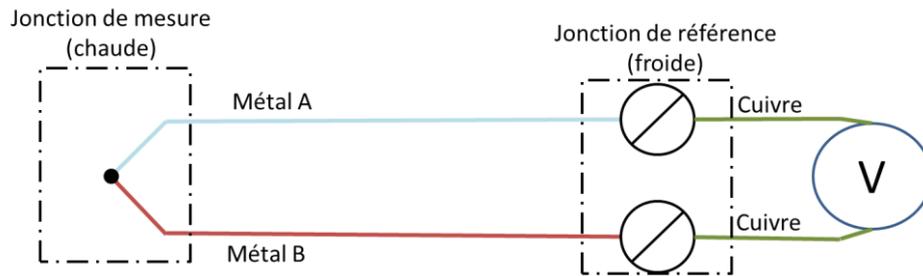


Figure 2.6 : schéma de principe de la mesure avec un thermocouple.

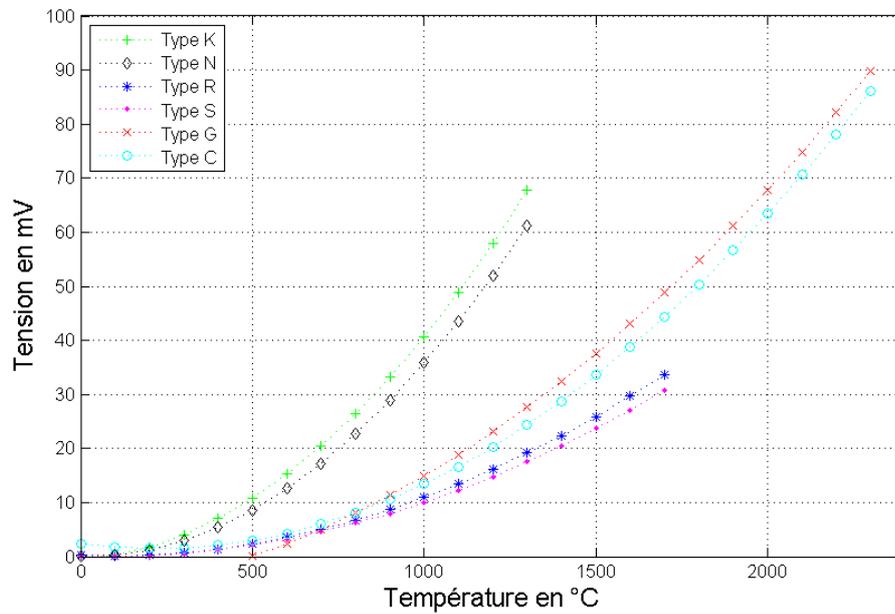


Figure 2.7 : tensions de thermocouples normalisés en fonction de la température.

3 EIT-90 : norme internationale sur les mesures de température

L'échelle internationale de température (EIT) est la référence sur l'étalonnage des instruments de mesure de température dont la dernière version en vigueur est l'EIT-90 laquelle définit la température en fonction du changement de phase d'éléments chimiques. Les corps de référence permettent l'étalonnage de la méthode de mesure choisie entre 3 et 1 084,62 °C (Sadli, 2006). Les trois dernières références sont les points de congélation de l'argent (961,75 °C), de l'or (1 064,18 °C), et du cuivre (1 084,62°C).

Sachant que les températures à mesurer dans cette étude sont comprises entre 1 400 °C et 2 500 °C, il devient vite évident que les températures de référence proposées par l'EIT-90 sont trop « basses » pour l'étalonnage d'un appareil de mesure correspondant à notre application.

Depuis la fin des années 90, les laboratoires de métrologie nationaux ont intensifié la recherche sur la définition de nouveaux points fixes. Cette intensification s'est faite soit de manière indépendante, soit sous forme de collaborations. Ces nouveaux points sont basés sur les eutectiques² de composés métal-carbone (Figure 3.1).

Le principe technique repose sur la création de cellules de point fixe dans lesquelles les composés sont placés (voir Figure 3.2). La température de congélation est atteinte à l'aide d'un élément chauffant et la mesure radiative assurée par pyrométrie sur la face supérieure des cellules. Ces dernières sont faites de telle sorte que la surface visée par le pyromètre soit celle d'un corps noir à la température du composé (Parga *et al.*, 2013).

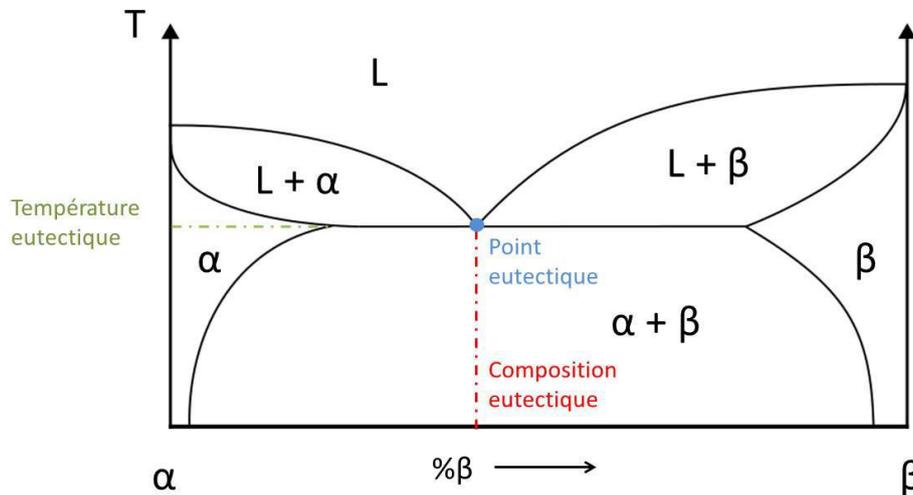


Figure 3.1: schéma de principe d'un diagramme de phase.

² Eutectique : point de congélation d'un alliage dans lequel la portion de chacun des composants est la même avant et après la congélation

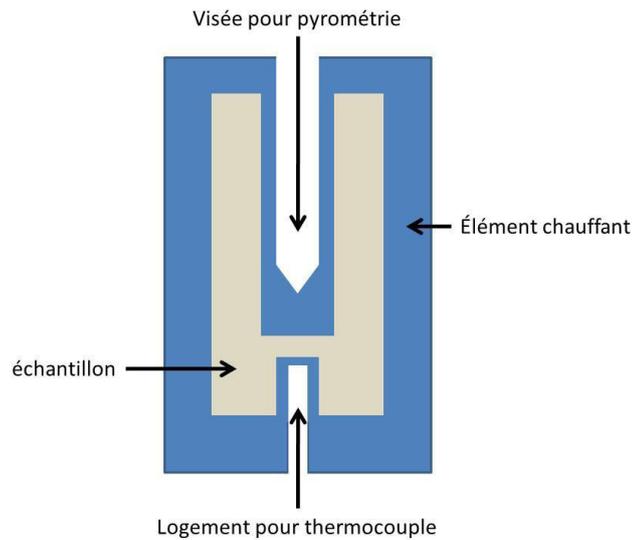


Figure 3.2 : Schéma de principe d'une cellule de point fixe.

E.R. Woolliams *et al* (NPL) (Woolliams *et al.*, 2006), et Machin (Woolliams *et al.*, 2006) ont publié chacun un article reprenant l'état de l'art sur le sujet suite à ces récentes évolutions.

Toutes ces collaborations sont la conséquence d'un besoin d'une définition plus précise de l'EIT à très hautes températures et le travail préparatoire à l'avènement de cette dernière (Figure 3.3 et Tableau 3.1). Dans la mesure du possible, la quasi-totalité de ces études utilise comme moyen de mesure une combinaison de thermocouples et de pyromètre. Cette double mesure n'est possible que jusqu'à 1 800 °C. En effet, bien qu'il existe des thermocouples pouvant faire des mesures à plus hautes températures (voir Figure 2.7), ces thermocouples ne sont pas normalisés. Il est donc important de répertorier les avantages et les inconvénients des techniques de mesures thermiques de type intrusif et non-intrusif.

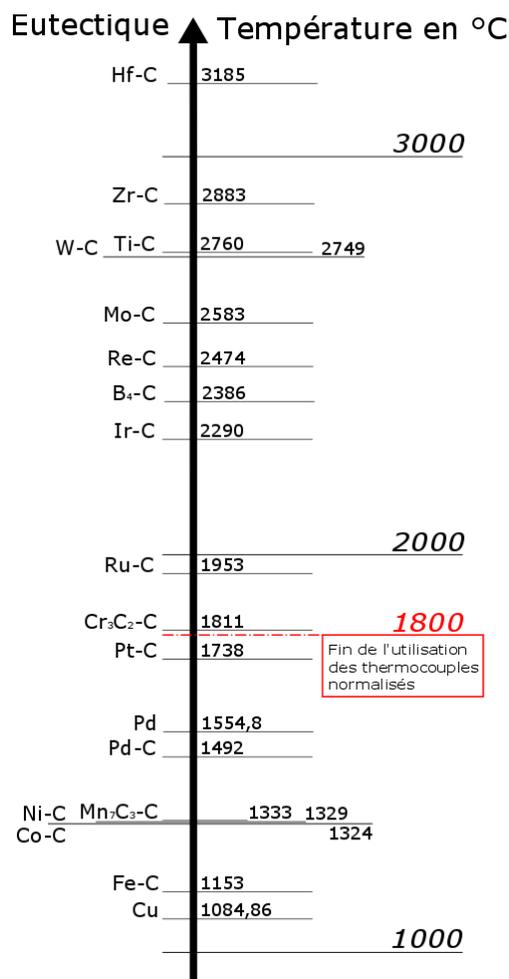


Figure 3.3 : échelle des points fixes.

équipe de recherche	élément mesuré	température de l'eutectique en °C	date de publication	référence
NRLM (Japan)	Ni-C, Pd-C, Pt-C, Ru-C	1329, 1492, 1738, 1953	1999	(Yamada et al., 1999)
NRLM (Japan)	Cu, Pd, Fe-C, Ni-C, Pd-C	1084,6, 1554,8, 1153, 1329, 1492	2000	(Yamada et al., 2000)
NMIJ (Japan)	Co-C, Ir-C, Re-C	1324, 2290, 2474	2001	(Yamada et al., 2001)
VNIIOFI (Russia)	Re-C et TiC-C	2475, 2760	2003	(Sapritsky et al., 2003)
NMIJ (Japan)	B ₄ C-C, Mo-C, Ti-C, ZrC-C	2386, 2583, 2761, 2883	2003	(Sasajima et al., 2003)
NMIJ (Japan)	Pt-C	1738	2004	(Yamada and Bloembergen, 2004)
PTB (Germany) INMETRO (Brazil)	Co-C	1324	2005	(Edler and Baratto, 2005)
NMIJ (Japan), VNIIOFI (Russia), NIM (China), PTB	MoC-C, TiC-C, ZrC-C, HfC-C	2113, 2761, 2883, 3185	2006	(Yamada et al., 2006a)

(Germany)				
PTB (Germany), Inmetro (Brazil)	Ni-C, Fe-C	1325, 1150	2006	(Edler and Baratto, 2006)
NPL (England)	Ru-C, Pt-C Pd-C, Co-C	1954, 1738, 1492, 1324	2006	(Woolliams et al., 2006)
NMIJ (Japan)	WC-C, Cr3C2-C, Mn7C3-C	2776, 1811, 1333	2006	(Yamada et al., 2006b)
NPL (England), NMIJ (Japan)	Co-C, Pt-C, Re-C	1324, 1738, 2477	2006	(Lowe and Yamada, 2006)
PTB (Germany), NPL (England), LNE (France), NMIJ-AIST (Japan)	Ru-C, Pt-C Pd-C, Co-C	1954, 1739, 1492, 1324	2006	(Anhalt et al., 2006)
NPL, NMIJ, PTB, LNE-INM	Co-C, Pt-C, Re-C	1324, 1738, 2474	2007	(Machin et al., 2007)
INRIM (Italy)	Co-C	1324	2007	(Girard et al., 2007)
PTB (Germany)	Ni-C, Co-C, Fe-C	1328,5, 1323,85, 1153,83	2007	(Edler et al., 2007)
NMIJ (Japan)	Co-C et Pd-C	1324 et 1492	2008	(Ogura et al., 2008)
LNE (France), PTB (Germany), NPL (England)	Co-C	1324	2008	(Morice et al., 2008)
NMIJ (Japan)	TiC-C, WC-C	2761, 2749	2008	(Sasajima and Yamada, 2008)
NPL (England), NMIJ (Japan)	Pd-C	1492	2009	(Pearce et al., 2009)
KRISS (Korea)	Fe-C, Ni-C, Si-C	1150, 1328, 1405	2010	(Kwon et al., 2010)
National Institute of Metrology (Beijing), NIST (USA), University of valladolid (Spain), NMIJ (Japan)	Co-C, Pt-C, Re-C	1324, 1738, 2474	2011	(Bloembergen et al., 2011)
NPL (England), NIM (Tailand)	Co-C	1323	2011	(Ongrai et al., 2011)
NPL (England), LNE (France)	Fe-C	1153	2012	(Elliott et al., 2012)
NPL (England), LNE (France)	Ag, Cu, Fe-C	961,78, 1084,62, 1154	2014	(Failleau et al., 2014)
SP Technical Research Institute of Sweden, NMIJ (Japan)	Co-C	1324	2015	(Holmsten et al., 2015)

Tableau 3-1 : récapitulatif chronologique des recherches sur les points fixes à hautes températures.

4 Démonstration des modèles d'émissivité de Maxwell et de Hagen-Rubens

Cette démonstration a été reproduite d'après l'étude menée par T.Duvaut (Duvaut, 1994) et celle de Mas (Mas, 2003). Soit \vec{B} le champ magnétique, \vec{E} le champ électrique, γ_{el} la permittivité électrique, r_e la résistance électrique, μ la perméabilité magnétique $\omega = 2\pi f$ la pulsation avec f la fréquence.

Équations de Maxwell :

$$\overrightarrow{Rot\vec{H}} = \gamma_{el} \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} + \frac{\vec{E}}{r_e} \quad (4.1)$$

(pour les milieux isotropes : $\vec{B} = \mu\vec{H}$)

$$\overrightarrow{Rot\vec{E}} = -\mu \frac{\partial \vec{H}}{\partial t} \quad (4.2)$$

(pour un matériau conducteur)

$$div\vec{E} = 0 \quad (4.3)$$

$$div\vec{H} = 0 \quad (4.4)$$

Pour un matériau conducteur et isotrope, les équations de Maxwell impliquent que :

$$\Delta E_y - \frac{\mu}{r_e} \frac{\partial \overline{E}_y}{\partial t} = \mu\gamma \frac{\partial^2 \overline{E}_y}{\partial t^2} \quad (4.5)$$

Une solution de l'équation (5.3) est :

$$E_y = E_{ym} \exp\left(i\omega \left[t - \frac{(n - ik)x}{c}\right]\right) \quad (4.6)$$

avec i le nombre complexe, n l'indice de réfraction, k l'indice d'extinction, $\sqrt{\mu\gamma} = n - ik$ et $\omega = \frac{2\pi c}{\lambda}$.

La combinaison de (4.1) et (5.3) permet d'obtenir :

$$\begin{aligned} & (i\omega)^2 \left(\frac{(n - ik)}{c}\right)^2 E_{ym} \exp\left(i\omega \left[t - \frac{(n - ik)x}{c}\right]\right) - \frac{\mu\omega i}{r_e} E_{ym} \exp\left(i\omega \left[t - \frac{(n - ik)x}{c}\right]\right) \\ &= \mu\gamma (i\omega)^2 E_{ym} \exp\left(i\omega \left[t - \frac{(n - ik)x}{c}\right]\right) \\ &\Leftrightarrow -\omega^2 \left(\frac{(n - ik)}{c}\right)^2 - \frac{\mu\omega i}{r_e} = \mu\gamma (i\omega)^2 \end{aligned}$$

$$\Leftrightarrow \left(\frac{(n - ik)^2}{c} \right) - \frac{\mu i}{\omega r_e} = -\mu\gamma$$

$$\Leftrightarrow (n - ik)^2 + i \frac{\mu\lambda c}{2\pi r_e} = \mu\gamma c^2$$

La séparation de la partie réelle et de la partie imaginaire donne le jeu d'équations suivant :

$$n^2 - k^2 = \mu\gamma c^2 \quad (4.7)$$

$$nk = \frac{\mu\lambda c}{4\pi r_e} \quad (4.8)$$

Cela permet d'en déduire n et k :

$$n^2 = \frac{\mu\gamma c^2}{2} \left(1 + \left[1 + \left(\frac{\lambda}{2\pi r_e \gamma} \right)^2 \right]^{1/2} \right) \quad (4.9)$$

$$k^2 = \frac{\mu\gamma c^2}{2} \left(-1 + \left[1 + \left(\frac{\lambda}{2\pi r_e \gamma} \right)^2 \right]^{1/2} \right) \quad (4.10)$$

Les relations de Fresnel appliquées à un matériau métallique considéré comme opaque donne la relation suivante :

$$\rho_{\lambda n} = \frac{(1 - n)^2 + k}{(1 + n)^2 + k} \quad (4.11)$$

avec $\rho_{\lambda n}$ la réflexion d'incidence normale.

De plus, à l'équilibre thermodynamique la réflexion est reliée à l'émissivité par l'équation suivante :

$$\varepsilon_{\lambda n} = 1 - \rho_{\lambda n} \quad (4.12)$$

On déduit de (4.11) et de (5.3) :

$$\varepsilon_{\lambda n} = \frac{4n}{(n + 1)^2 + k^2} \quad (4.13)$$

Enfin, en posant : $a_1 = \frac{\mu\gamma_{el}c^2}{2}$ et $a_2 = \pi cr_e\gamma_{el}$, la combinaison des équations (4.9), (4.10) et (5.3) permet de retrouver le modèle de Maxwell:

$$\varepsilon_{\lambda n} = \frac{4 \left[a_1 \left(1 + \left[1 + \left(\frac{\lambda}{a_2} \right)^2 \right]^{1/2} \right) \right]^{1/2}}{2a_1 \left[1 + \left(\frac{\lambda}{a_2} \right)^2 \right]^{1/2} + 2 \left[a_1 \left(1 + \left[1 + \left(\frac{\lambda}{a_2} \right)^2 \right]^{1/2} \right) \right]^{1/2} + 1} \quad (4.14)$$

Le modèle de Hagen-Rubens se retrouve très facilement à partir du modèle de Maxwell. En effet, il suffit de rajouter l'hypothèse d'un r_e très faible (de l'ordre des métaux) et de considérer que $\left(\frac{\lambda}{a_2}\right)^2$ est prépondérant devant 1. On a alors $n = k = \left(\frac{\lambda\mu c}{4\pi r_e}\right)^{1/2}$.

Si $\mu = 4\pi \times 10^{-7}$, alors $n = \left(\frac{0.003\lambda}{r_e}\right)^{1/2}$ et donc $\varepsilon_{\lambda n} = \frac{2}{n} = \frac{2}{\sqrt{\frac{0.003}{r_e}}} \lambda^{-1/2}$ ce qui est bien le modèle de Hagen-Rubens.

5 Propriétés des matériaux utilisés pour la simulation

Les propriétés matériaux utilisées sont $\mu_r, \varepsilon_r, \varepsilon, \sigma_{elec}, \lambda, \rho$ et C_p . Elles sont exprimées en unités S.I dans les tableaux de ce paragraphe. Les matériaux utilisés sont l'argon, le graphite R4550, le GFA10, la stumatite, l'aluminium 5083, le cuivre et l'alumine.

Matériau	μ_r	ε_r	ε	σ_{elec}	λ	ρ	C_p
argon	1	1	/	10^{-13}			520
graphite R4550	1	15	0,85				
GFA10	1	15	0,85				
stumatite	1	1	0,85		1,4	2650	
aluminium 5083	1	1	0,1	2×10^7			
cuivre	1	1	/	6×10^7	328	8940	383
alumine	1	1	0,8	10^{-13}	35	0,143	900

Tableau 5-1 : Propriétés non modélisées en fonction de la température.

T	C_p	σ_{elec}	T	λ	ρ	C_p
473	950	$1,92 \times 10^{-12}$	293	118	2665	955
673	1040		393	131	2646	960
873	1120		493	138	2625	
1073	1130		593	142		
1273	1160	$2,86 \times 10^{-5}$	693	143		
Propriétés de la stumatite en fonction de la température			Propriétés de l'aluminium en fonction de la température			

Remarque : les propriétés sont considérées comme constantes et égales à la valeur donnée pour la température la plus élevée.

T	λ	ρ	λ	ρ	C_p	$\sigma_{elec} \times 10^5$	λ	ρ	C_p	σ_{elec}
293	0,017	1,8	106	1830	710	0,78	0,03	87	710	398
593	0,03	0,88	77	1828	1420	0,99	0,05	87	1420	498
893	0,039	0,58	63	1825	1710	1,14	0,08	87	1710	599
1193	0,048	0,44	56	1822	1855	1,16	0,11	87	1855	699
1493	0,055	0,35	48	1818	1960	1,13	0,2	87	1960	799
1793	0,064	0,29	45	1815	2035	1,1	0,31	86	2035	900
2093	0,071	0,25	44	1811	2090	1,04	0,49	86	2090	1000
2393	0,079	0,22	44	1807	2135	1	0,76	86	2135	1100
2693	0,81	0,19		1801	2190		1,2	86	2190	1201
2993		0,17			2240		1,89		2240	1301
Propriétés de l'argon en fonction de la température			Propriétés du R4550 en fonction de la température				Propriétés du GFA10 en fonction de la température			

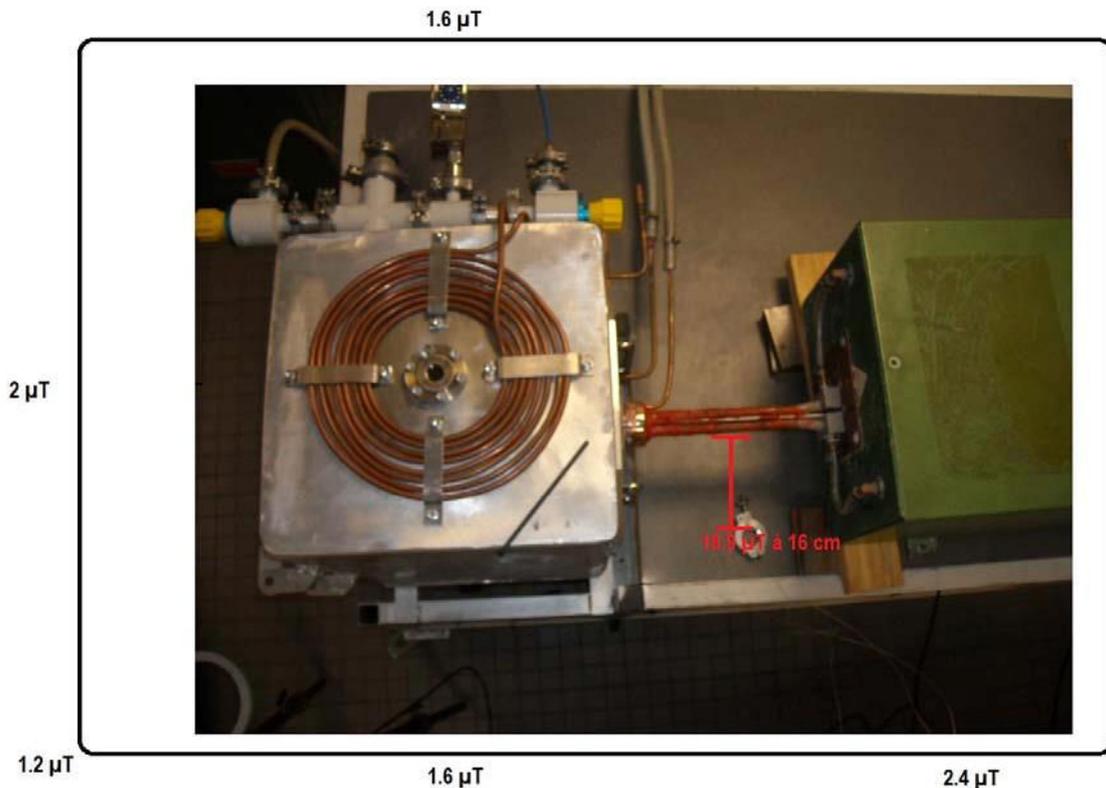
6 Conclusion du rapport d'expertise sur les risques électromagnétiques liés au dispositif à hautes températures

Les niveaux d'intensité de courant les plus élevés sont relevés face aux broches de l'inducteur situés à l'extérieur de la cuve renfermant l'inducteur soit $18,9 \mu\text{T}$ à 16 cm pour une limite à $100 \mu\text{T}$ aux fréquences analysées.

La limite VA concerne les niveaux bas pour les effets non thermiques et concerne l'exposition de la tête et le tronc de l'opérateur. Pour l'exposition des membres, elle est relevée à $300 \mu\text{T}$.

Les niveaux sont très inférieurs à la directive travailleur 2013/35/UE dès 20 cm autour de l'inducteur.

Par rapport à la directive travailleur, le four à induction peut être, sans restriction, utilisé à 100% de son courant d'alimentation sans précaution particulière à 20 cm autour de l'inducteur. Les niveaux extrapolés sont présentés sur la photo ci-dessous.



7 Codes de calcul matlab®

7.1. Code de calcul pour les valeurs des σ_i et H_{M_i}

```
clear all
close all
clc

lbd=[400:0.01:1000];

% --- Fenetre saphir ---
load fenetre_saphir.txt
mat = fenetre_saphir;
la = mat(:,1); tausaphir = mat(:,2);
tausaphir = interp1(la,tausaphir,lbd,'spline')/100;
% --- Collimateurs ---
load collimateur.txt
mat = collimateur;
la = mat(:,1); taucol = mat(:,2);
taucol = interp1(la,taucol,lbd,'spline')/100;
% --- Filtres monochromatiques ---
load filtre480nm.txt; load filtre530nm.txt; load filtre680nm.txt;
load filtre850nm.txt; load filtre940nm.txt
mat1 = filtre480nm; mat2 = filtre530nm; mat3 = filtre680nm; mat4 = filtre850nm; mat5 =
filtre940nm;
la = mat1(:,1);
tauf1 = mat1(:,2);tauf2 = mat2(:,2);tauf3 = mat3(:,2);tauf4 = mat4(:,2);tauf5 = mat5(:,2);
filtres = [tauf1tauf2tauf3tauf4tauf5];
filtres = interp1(la,filtres,lbd,'spline')/100;
% --- Miroirs dichroïques ---
load miroir_dichroïque505nm.txt;
load miroir_dichroïque605nm.txt;
load miroir_dichroïque805nm.txt;
load miroir_dichroïque900nm.txt;
matm1 = miroir_dichroïque505nm; matm2 = miroir_dichroïque605nm; matm3 =
miroir_dichroïque805nm;
matm4 = miroir_dichroïque900nm;
la = matm1(:,1);
taum1 = matm1(:,2);taum2 = matm2(:,2);taum3 = matm3(:,2);taum4 = matm4(:,2);
taum = [taum1taum2taum3taum4];
taum = interp1(la,taum,lbd)/100;
rhom1 = matm1(:,3);rhom2 = matm2(:,3);rhom3 = matm3(:,3);rhom4 = matm4(:,3);
rhom = [rhom1rhom2rhom3rhom4];
rhom = interp1(la,rhom,lbd,'spline')/100;

for i = 1:length(lbd),
    FT5(i) = tausaphir(i)*taucol(i).*taucol(i)*taum(i,4)*filtres(i,5);
    FT4(i) = tausaphir(i)*taucol(i).*taucol(i)*rhom(i,4)*rhom(i,3)*filtres(i,4);
    FT3(i) = tausaphir(i)*taucol(i).*taucol(i)*rhom(i,4)*taum(i,3)*taum(i,2)*filtres(i,3);
    FT2(i) =
    tausaphir(i)*taucol(i).*taucol(i)*rhom(i,4)*taum(i,3)*rhom(i,2)*taum(i,1)*filtres(i,2);
    FT1(i) =
    tausaphir(i)*taucol(i).*taucol(i)*rhom(i,4)*taum(i,3)*rhom(i,2)*rhom(i,1)*filtres(i,1);
end
plot(lbd,FT1,lbd,FT2,lbd,FT3,lbd,FT4,lbd,FT5);
% --- calcul de l'aire sous chaque fonction de transfert --- %
aireFT1=trapz(lbd,FT1);
aireFT2=trapz(lbd,FT2);
aireFT3=trapz(lbd,FT3);
aireFT4=trapz(lbd,FT4);
aireFT5=trapz(lbd,FT5);

% --- calcul de sigma940 --- %
x5=[920:0.01:960];
Hm5=max(FT5);%Hm= max de la fonction de transfert théorique
b=0.001*ones(1,1000);%moyenne mobile sur 1000 pts
FT5a=filter(b,1,FT5);%moyenne mobile sur 1000 pts de n à n-1000, il faudra donc enlever
1000*pas(=0.01)/2=5 à lbd pour recentrer la courbe
l940=lbd(find(FT5a==max(FT5a)))-5;%longueur d'onde correspondant au max de la fonction de
transfert théorique
gauss940=@(x)(trapz(x5,Hm5.*exp(-1/2.*(l940-x5).^2./x^2))-aireFT5)^2;%fonction de comparaison
des aires sous la courbe
```

```

[x, fval]=fminsearch(gauss940, [0.1], optimset('tolX', 1e-100));%recherche de sigma
sigma5=x;
erreur5=fval;
hold on
plot(x5, Hm5.*exp(-1/2.*(1940-x5).^2./sigma5^2), '-. ')

% --- calcul de sigma850 --- %
x4=[830:0.01:870];
Hm4=max(FT4);%Hm= max de la fonction de transfert théorique
FT4a=filter(b,1,FT4);%moyenne mobile sur 1000 pts de n à n-1000, il faudra donc enlever
1000*pas(=0.01)/2=5 à lbd pour recentrer la courbe
l850=lbd(find(FT4a==max(FT4a)))-5;%longueur d'onde correspondant au max de la fonction de
transfert théorique
gauss850=@(x) (trapz(x4, Hm4.*exp(-1/2.*(1850-x4).^2./x^2))-aireFT4)^2;%fonction de comparaison
des aires sous la courbe
[x, fval]=fminsearch(gauss850, [0.1], optimset('tolX', 1e-100));%recherche de sigma
sigma4=x;
erreur4=fval;
hold on
plot(x4, Hm4.*exp(-1/2.*(1850-x4).^2./sigma4^2), '-. ')

% --- calcul de sigma680 --- %
x3=[660:0.01:700];
Hm3=max(FT3);%Hm= max de la fonction de transfert théorique
FT3a=filter(b,1,FT3);%moyenne mobile sur 1000 pts de n à n-1000, il faudra donc enlever
1000*pas(=0.01)/2=5 à lbd pour recentrer la courbe
l680=lbd(find(FT3a==max(FT3a)))-5;%longueur d'onde correspondant au max de la fonction de
transfert théorique
gauss680=@(x) (trapz(x3, Hm3.*exp(-1/2.*(1680-x3).^2./x^2))-aireFT3)^2;%fonction de comparaison
des aires sous la courbe
[x, fval]=fminsearch(gauss680, [0.1], optimset('tolX', 1e-100));%recherche de sigma
sigma3=x;
erreur3=fval;
hold on
plot(x3, Hm3.*exp(-1/2.*(1680-x3).^2./sigma3^2), '-. ')

% --- calcul de sigma530 --- %
x2=[510:0.01:550];
Hm2=max(FT2);%Hm= max de la fonction de transfert théorique
FT2a=filter(b,1,FT2);%moyenne mobile sur 1000 pts de n à n-1000, il faudra donc enlever
1000*pas(=0.01)/2=5 à lbd pour recentrer la courbe
l530=lbd(find(FT2a==max(FT2a)))-5;%longueur d'onde correspondant au max de la fonction de
transfert théorique
gauss530=@(x) (trapz(x2, Hm2.*exp(-1/2.*(1530-x2).^2./x^2))-aireFT2)^2;%fonction de comparaison
des aires sous la courbe
[x, fval]=fminsearch(gauss530, [0.1], optimset('tolX', 1e-100));%recherche de sigma
sigma2=x;
erreur2=fval;
hold on
plot(x2, Hm2.*exp(-1/2.*(1530-x2).^2./sigma2^2), '-. ')

% --- calcul de sigma480 --- %
x1=[460:0.01:500];
Hm1=max(FT1);%Hm= max de la fonction de transfert théorique
FT1a=filter(b,1,FT1);%moyenne mobile sur 1000 pts de n à n-1000, il faudra donc enlever
1000*pas(=0.01)/2=5 à lbd pour recentrer la courbe
l480=lbd(find(FT1a==max(FT1a)))-5;%longueur d'onde correspondant au max de la fonction de
transfert théorique
gauss480=@(x) (trapz(x1, Hm1.*exp(-1/2.*(1480-x1).^2./x^2))-aireFT2)^2;%fonction de comparaison
des aires sous la courbe
[x, fval]=fminsearch(gauss480, [0.1], optimset('tolX', 1e-100));%recherche de sigma
sigma1=x;
erreur1=fval;
hold on
plot(x1, Hm1.*exp(-1/2.*(1480-x1).^2./sigma1^2), '-. ')

```

7.2. Algorithme de minimisation de H_{M_i} lors d'une mesure par thermocouple

```

clc
clear all
close all

%collecte des données
donnee_pyro_brute=xlsread('traitement des données pyro - feuille de
référence','pyro','W1000:Z11000');
tps_pyro=donnee_pyro_brute(:,1);
s940=donnee_pyro_brute(:,2);
s850=donnee_pyro_brute(:,3);
tc=donnee_pyro_brute(:,4);

%constantes pour planck%
h=6.6225e-34; % en Joule.seconde
k=1.3808e-23; % en Joule/
c0=299792458; % en m/s
nair= 1.000277; % indice de refractiond de l'air
c=c0/nair; % célérité dans l'air
C1=2*pi*h*c^2; % définition de la constante C1
C2=h*c/k; %définition de la constante C2

%calcul%
lbd940=940e-9;%définition de la longueur d'onde
a=0.85;
epsi=@(x) (polyval(a,x));
deltalbd=20e-9;%écart 3 fois lécart type: écart type max =celui de 850nm=6.6 donc 3*6.6=19.8

%minimisation pour 940nm%
x940=940e-9-deltalbd:0.1e-9:940e-9+deltalbd;%définition de la zone d'intégration
x850=850e-9-deltalbd:0.1e-9:850e-9+deltalbd;%définition de la zone d'intégration
x680=680e-9-deltalbd:0.1e-9:680e-9+deltalbd;%définition de la zone d'intégration
x530=530e-9-deltalbd:0.1e-9:530e-9+deltalbd;%définition de la zone d'intégration
x480=480e-9-deltalbd:0.1e-9:480e-9+deltalbd;%définition de la zone d'intégration

%calcul du facteur de forme%
R1=2e-3/2;%rayon de la surface émettrice m
R2=23e-3/2;%rayon de la surface réceptrice m
d=150e-3;%distance entre les 2 surfaces m
X1=R1/d;
X2=R2/d;
FF=(1/(2*X1^2))*(1+X1^2+X2^2-sqrt((1+X1^2+X2^2)^2-4*X1^2*X2^2));%facteur de forme

%calcul de la surface%
S=pi*R1^2;

%Calcul de la fonction de transfert%

%calcul de la temperature T940%
sigma_moy940=4.9134e-9;
sigma_moy850=6.4021e-9;
sigma_moy680=4.0890e-9;
sigma_moy530=3.8469e-9;
sigma_moy480=3.5499e-9;

j=1;
k=0;
%minimisation des paramètres de la gaussienne pour FT940%
for i=1:length(tps_pyro)
    if tc(i)<900 %pas assez de signal
        else

            TdegC=tc(i);%1538;%variation de la température à chaque pas de temps

            %minimisation des paramètres de la gaussienne pour FT940%
            lbd=x940;%définition de lbd
            planck940=@(x) (FF*S*trapz(x940, (epsi(x940).*x.*exp(-1/2.*((lbd-940e-
9).^2./sigma_moy940.^2)).*C1.*lbd.^-5./(exp(C2./lbd./(TdegC+273.15))-1)))-
s940(i)).^2;%(facteur de forme*surface*intégrale(FTgaussienne*planck)-signal)^2
            [x] = fminsearch(planck940, [1], optimset('tolx', 1e-200));

```

```

Hm940(j)=x;%max de la gaussienne

%minimisation des paramètres de la gaussienne pour FT850%
lbd=x850;%définition de lbd
planck850=@(x) (FF*S*trapz(x850, (epsi(x850).*x.*exp(-1/2.*((lbd-851.39e-
9).^2./sigma_moy850.^2)).*C1.*lbd.^-5./ (exp(C2./lbd./(TdegC+273.15))-1))) -
s850(i)).^2;%(facteur de forme*surface*intégrale(FTgaussienne*planck)-signal)^2
[x] = fminsearch(planck850,[1],optimset('tolX',1e-200));
Hm850(j)=x;%max de la gaussienne
j=j+1;
end
end
for i=1:length(tps_pyro)

%calcul de la température%
Hm_moy940=mean(Hm940);
Hm_moy850=mean(Hm850);

%940nm
lbd=x940;%définition de lbd
temperature=@(T) (FF*S*trapz(x940, (epsi(x940).*Hm_moy940.*exp(-1/2.*((lbd-940e-
9).^2./sigma_moy940.^2)).*C1.*lbd.^-5./ (exp(C2./lbd./T)-1))) -s940(i)).^2;
[Tcalc] = fminsearch(temperature,[1000],optimset('tolX',1e-100));
TcalcdegC940(i)=Tcalc-273.15;

%850nm
lbd=x850;%définition de lbd
temperature=@(T) (FF*S*trapz(x850, (epsi(x850).*Hm_moy850.*exp(-1/2.*((lbd-851.2e-
9).^2./sigma_moy850.^2)).*C1.*lbd.^-5./ (exp(C2./lbd./T)-1))) -s850(i)).^2;
[Tcalc] = fminsearch(temperature,[1000],optimset('tolX',1e-100));
TcalcdegC850(i)=Tcalc-273.15;

if tc(i)<900 %pas assez de signal
else
k=k+1;
TcalcdegC940_sup900(k)=TcalcdegC940(i);
TcalcdegC850_sup900(k)=TcalcdegC850(i);
tc_sup900(k)=tc(i)
end
end

figure('units','normalized','position',[.1 .1 .7 .6])
plot(tps_pyro,TcalcdegC940,'linewidth',1)
hold on
plot(tps_pyro,TcalcdegC940,'r','linewidth',1);
plot(tps_pyro,tc,'k-','linewidth',1);
legend('T_9_4_0','T_8_5_0','T_t_c','location','northwest');
xlabel('Temps en s','FontSize',16)
ylabel('Température en °C','FontSize',16)
%title('100% de la puissance max','FontSize',16)
set(gcf,'color',[1 1 1])
set(gca,'fontsize',16)
axis([20 180 800 1200])

```

7.3. Code de calcul pour les coefficients β

```
clear all
close all
clc
warning off
tic
signal=xlsread('traitement des données pyro - feuille de
référence','pyro','W2:Z11400');;% 'J1000:O5700');
tps_pyro=signal(:,1);
s940=signal(:,2);
s850=signal(:,3);
tc=signal(:,4);

%constantes pour planck%
h=6.6225e-34; % en Joule.seconde
k=1.3808e-23; % en Joule/
c0=299792458; % en m/s
nair= 1.000277; % indice de refractiond de l'air
c=c0/nair; % célérité dans l'air
C1=2*pi*h*c^2; % définition de la constante C1
C2=h*c/k; %définition de la constante C2

%calcul%
deltalbd=20e-9;%écart 3 fois lécart type: écart type max =celui de 850nm=6.6 donc 3*6.6=19.8

%minimisation pour 940nm%
x940=940.0e-9-deltalbd:0.1e-9:940.0e-9+deltalbd;%définition de la zone d'intégration
x850=851.4e-9-deltalbd:0.1e-9:851.4e-9+deltalbd;%définition de la zone d'intégration

%calcul de la temperature T940%
sigma_moy940=4.9134e-9;
sigma_moy850=6.4021e-9;

%calcul de la température%
Hm_moy940=0.2463;
Hm_moy850=0.2793;
k=0;

for i=1:length(s940);

    % température bichromatique

    if tc(i)<900 %pas assez de signal
    else
        k=k+1;
        A940=s940(i);%transmission après filtre et rendement detecteur à 940
        A850=s850(i);%transmission après filtre et rendement detecteur à 850
        T=tc(i);
        tcl(k)=tc(i);
        tps1(k)=tps_pyro(i);
        epsi=@(x) (0.85);
        minim=@(coeff) (A940/A850-(trapz(x940, (epsi(x940) .*Hm_moy940 .*exp(-1/2.* ((x940-940e-
9).^2./sigma_moy940.^2)) .*C1.*x940.^-5./ (exp(C2./x940./ (T+273.15))-1)))) ...
        / (trapz(x850, (epsi(x850) .*Hm_moy940 .*coeff .*exp(-1/2.* ((x850-851.4e-
9).^2./sigma_moy850.^2)) .*C1.*x850.^-5./ (exp(C2./x850./ (T+273.15))-1))))).^2;

        [coefficient] = fminsearch(minim,[1],optimset('tolX',1e-100));
        coeff850(k)=coefficient;
    end
end

%post traitement
figure('units','normalized','position',[.1 .1 .8 .8])
hold on
plot(tps1,coeff850)
plot(tps1,tcl,'r:');
hold off
h_legend=legend('T_9_4_0/_8_5_0','T_t_c');
```

```
set(h_legend,'FontSize',16)
xlabel('Temps en s','FontSize',20)
ylabel('coefficient \beta','FontSize',20)
set(gcf,'color',[1 1 1])
set(gca,'fontsize',16)
```

7.4. Code de calcul pour des températures monochromatiques

```
clc
clear all
close all

%collecte des données
donnee_pyro_brute=xlsread('traitement des données pyro - feuille de
référence','pyronickel4','J2:O9100');
tps_pyro=donnee_pyro_brute(:,1);
s940=donnee_pyro_brute(:,2);
s850=donnee_pyro_brute(:,3);
s680=donnee_pyro_brute(:,4);
s530=donnee_pyro_brute(:,5);
s480=donnee_pyro_brute(:,6);

%constantes pour planck%
h=6.6225e-34; % en Joule.seconde
k=1.3808e-23; % en Joule/
c0=299792458; % en m/s
nair= 1.000277; % indice de refractiond de l'air
c=c0/nair; % célérité dans l'air
C1=2*pi*h*c^2; % définition de la constante C1
C2=h*c/k; %définition de la constante C2

%calcul%

deltalbd=20e-9;%écart 3 fois lécart type: écart type max =celui de 850nm=6.6 donc 3*6.6=19.8

%minimisation pour 940nm%

x940=940e-9-deltalbd:0.1e-9:940e-9+deltalbd;%définition de la zone d'intégration
x850=850e-9-deltalbd:0.1e-9:850e-9+deltalbd;%définition de la zone d'intégration
x680=680e-9-deltalbd:0.1e-9:680e-9+deltalbd;%définition de la zone d'intégration
x530=530e-9-deltalbd:0.1e-9:530e-9+deltalbd;%définition de la zone d'intégration
x480=480e-9-deltalbd:0.1e-9:480e-9+deltalbd;%définition de la zone d'intégration

%calcul du facteur de forme%
R1=2.6e-3;%rayon de la surface émettrice m
R2=11e-3;%rayon de la surface réceptrice m
d=400e-3;%distance entre les 2 surfaces m
X1=R1/d;
X2=R2/d;
FF=(1/(2*X1^2))*(1+X1^2+X2^2-sqrt((1+X1^2+X2^2)^2-4*X1^2*X2^2));%facteur de forme

%calcul de la surface%

S=pi*R1^2;

%Calcul de la fonction de transfert%

%calcul de la temperature T940%
sigma_moy940=4.9134e-9;
sigma_moy850=6.4021e-9;
sigma_moy680=4.0890e-9;
sigma_moy530=3.8469e-9;
sigma_moy480=3.5499e-9;

%calcul de la température%
Hm_moy940=0.1946;
Hm_moy850=0.2367;
Hm_moy680=0.2048;
Hm_moy530=0.0725;
Hm_moy480=0.0821;

T=900;%initialisation
for j=2:length(s940)
    if (j>1194)&(j<5315) % liquide
        a=[7.4322e22 -4.0707e17 9.0339e11 -1.0500e6 0.7773];%watanabe 2002 emissivité solide
    au point de fusion
        epsi=@(x) (polyval(a,x));
    else%solide
```

```

a=[7.4322e22 -4.0707e17 9.0339e11 -1.0500e6 0.7773-0.027];%watanabe 2002 emissivité
solide au point de fusion
epsi=@(x) (polyval(a,x));
end

%940nm
lbd=x940;%définition de lbd
temperature=@(T) (FF*S*trapz(x940, (epsi(x940).*Hm_moy940.*exp(-1/2.*((lbd-940e-
9).^2./sigma_moy940.^2)).*C1.*lbd.^-5./(exp(C2./lbd./T)-1))-s940(j)).^2;
[Tcalc] = fminsearch(temperature, [1500], optimset('tolX', 1e-100));
TcalcdegC940(j)=Tcalc-273.15;

%850nm
lbd=x850;%définition de lbd
temperature=@(T) (FF*S*trapz(x850, (epsi(x850).*Hm_moy850.*exp(-1/2.*((lbd-851.39e-
9).^2./sigma_moy850.^2)).*C1.*lbd.^-5./(exp(C2./lbd./T)-1))-s850(j)).^2;
[Tcalc] = fminsearch(temperature, [1500], optimset('tolX', 1e-100));
TcalcdegC850(j)=Tcalc-273.15;

%680nm
lbd=x680;%définition de lbd
temperature=@(T) (FF*S*trapz(x680, (epsi(x680).*Hm_moy680.*exp(-1/2.*((lbd-680.22e-
9).^2./sigma_moy680.^2)).*C1.*lbd.^-5./(exp(C2./lbd./T)-1))-s680(j)).^2;
[Tcalc] = fminsearch(temperature, [1500], optimset('tolX', 1e-100));
TcalcdegC680(j)=Tcalc-273.15;

%530nm
lbd=x530;%définition de lbd
temperature=@(T) (FF*S*trapz(x530, (epsi(x530).*Hm_moy530.*exp(-1/2.*((lbd-531.87e-
9).^2./sigma_moy530.^2)).*C1.*lbd.^-5./(exp(C2./lbd./T)-1))-s530(j)).^2;
[Tcalc] = fminsearch(temperature, [1500], optimset('tolX', 1e-100));
TcalcdegC530(j)=Tcalc-273.15;

%480nm
lbd=x480;%définition de lbd
temperature=@(T) (FF*S*trapz(x480, (epsi(x480).*Hm_moy480.*exp(-1/2.*((lbd-481.35e-
9).^2./sigma_moy480.^2)).*C1.*lbd.^-5./(exp(C2./lbd./T)-1))-s480(j)).^2;
[Tcalc] = fminsearch(temperature, [1500], optimset('tolX', 1e-100));
TcalcdegC480(j)=Tcalc-273.15;

end
%post traitement%

figure('units','normalized','position',[.1 .1 .8 .8])

plot(tps_pyro,TcalcdegC480,'+')
hold on
plot(tps_pyro,TcalcdegC530,'g');
plot(tps_pyro,TcalcdegC680,'k');
plot(tps_pyro,TcalcdegC850,'r');
plot(tps_pyro,TcalcdegC940);
hold off

h_legend=legend('T480','T530','T680','T850','T940');
set(h_legend,'FontSize',16)
xlabel('Temps en s','FontSize',20)
ylabel('Température en °C','FontSize',20)
axis([0 130 1000 1800]);

set(gcf,'color',[1 1 1])
set(gca,'fontsize',16)

```

7.5. Code de calcul polychromatique

```
clc
clear all
close all
tic

%collecte des données
donnee_pyro_brute=xlsread('traitement des données pyro - feuille de
référence','24_06_9mm','J50:O900');
tps_pyro=donnee_pyro_brute(:,1);
s940=donnee_pyro_brute(:,2);
s850=donnee_pyro_brute(:,3);
s680=donnee_pyro_brute(:,4);
s530=donnee_pyro_brute(:,5);
s480=donnee_pyro_brute(:,6);

%constantes pour planck%
h=6.6225e-34; % en Joule.seconde
k=1.3808e-23; % en Joule/
c0=299792458; % en m/s
nair= 1.000277; % indice de refractiond de l'air
c=c0/nair; % célérité dans l'air
C1=2*pi*h*c^2; % définition de la constante C1
C2=h*c/k; %définition de la constante C2

%calcul%
deltalbd=20e-9;%écart 3 fois lécart type: écart type max =celui de 850nm=6.6 donc 3*6.6=19.8

%minimisation pour 940nm%
x940=940e-9-deltalbd:0.1e-9:940e-9+deltalbd;%définition de la zone d'intégration
x850=850e-9-deltalbd:0.1e-9:850e-9+deltalbd;%définition de la zone d'intégration
x680=680e-9-deltalbd:0.1e-9:680e-9+deltalbd;%définition de la zone d'intégration
x530=530e-9-deltalbd:0.1e-9:530e-9+deltalbd;%définition de la zone d'intégration
x480=480e-9-deltalbd:0.1e-9:480e-9+deltalbd;%définition de la zone d'intégration

%calcul du facteur de forme%
R1=(2e-3)/2;%rayon de la surface émettrice m
R2=(23e-3)/2;%rayon de la surface réceptrice m
d=(150)*1e-3;%distance entre les 2 surfaces m

X1=R1/d;
X2=R2/d;

FF=(1/(2*X1^2))*(1+X1^2+X2^2-sqrt((1+X1^2+X2^2)^2-4*X1^2*X2^2));%facteur de forme

%calcul de la surface%
S=pi*R1^2;

%Calcul de la fonction de transfert%

%calcul de la temperature T940%
sigma_moy940=4.9134e-9;
sigma_moy850=6.4021e-9;
sigma_moy680=4.0890e-9;
sigma_moy530=3.8469e-9;
sigma_moy480=3.5499e-9;

%calcul de la température%
Hm_moy940=0.1375;
Hm_moy850=0.1759;
Hm_moy680=0.1938;
seuil = 10e-9; %seuil de sensibilité du detecteur

for j=2:length(s940)

    temperature5=@(T)(FF*S*trapz(x940,(polyval(T(2:end),x940).*Hm_moy940.*exp(-1/2.*((x940-
940e-9).^2./sigma_moy940.^2)).*C1.*x940.^-5./(exp(C2./x940./T(1))-1))-s940(j));
    temperature4=@(T)(FF*S*trapz(x850,(polyval(T(2:end),x850).*Hm_moy850.*exp(-1/2.*((x850-
851.39e-9).^2./sigma_moy850.^2)).*C1.*x850.^-5./(exp(C2./x850./T(1))-1))-s850(j));
    temperature3=@(T)(FF*S*trapz(x680,(polyval(T(2:end),x680).*Hm_moy680.*exp(-1/2.*((x680-
680.22e-9).^2./sigma_moy680.^2)).*C1.*x680.^-5./(exp(C2./x680./T(1))-1))-s680(j));
```

```

if s680(j)>seuil
    temperature=@(T) (temperature5(T)^2+temperature4(T)^2+temperature3(T)^2);
    [Tcalc] = fminsearch(temperature,[1500 0.1 0.1],optimset('tolX',1e-100));
    TcalcdegC(j)=Tcalc(1)-273.15;%température en °C
    a1(j)=Tcalc(2);% premier coefficient du polynôme d'émissivité
    a2(j)=Tcalc(3);% second coefficient du polynôme d'émissivité
elseif s850(j)>seuil
    temperature=@(T) (temperature5(T)^2+temperature4(T)^2);
    [Tcalc] = fminsearch(temperature,[1500 0.1],optimset('tolX',1e-100));
    TcalcdegC(j)=Tcalc(1)-273.15;
    a1(j)=Tcalc(2);
    a2(j)=0;
else %pas assez de signal
    TcalcdegC(j)=0;
    a1(j)=0;
    a2(j)=0;
end
epsi940(j)=polyval([a1(j) a2(j)],940e-9);
epsi850(j)=polyval([a1(j) a2(j)],850e-9);
epsi680(j)=polyval([a1(j) a2(j)],680e-9);
end

%post traitement%
figure('units','normalized','position',[.1 .1 .8 .8])
plot(tps_pyro,TcalcdegC);
xlabel('Temps en s','FontSize',20)
ylabel('Température en °C','FontSize',20)
axis([0 15 500 3000]);
set(gcf,'color',[1 1 1])
set(gca,'fontsize',16)

figure('units','normalized','position',[.1 .1 .8 .8])
plot(tps_pyro,epsi940);
hold on
plot(tps_pyro,epsi850,'r');
plot(tps_pyro,epsi680,'k');
h_legend=legend('\epsilon_9_4_0','\epsilon_8_5_0','\epsilon_6_8_0');
set(h_legend,'FontSize',16)
xlabel('Temps en s','FontSize',20)
ylabel('émissivité','FontSize',20)
set(gcf,'color',[1 1 1])
set(gca,'fontsize',16)

toc

```

Bibliographie

- Amiel, S., Loarer, T., Pocheau, C., Roche, H., Aumeunier, M.H., Gauthier, E., Le Nilot, C., and Rigollet, F. (2012). Surface temperature measurement of plasma facing components with active pyrometry. *Journal of Physics: Conference Series*, Volume 395, conference 1
- Anhalt, K., Hartmann, J., Lowe, D., Machin, G., Sadli, M., and Yamada, Y. (2006). Thermodynamic temperature determinations of Co–C, Pd–C, Pt–C and Ru–C eutectic fixed-point cells. *Metrologia* 43, S78.
- Antoni-Zdziobek, A., Durand, F., Pina, V., and Herve, P. (1997). A Radiative Thermal Analysis Method for Phase-Change Determination of Strictly Controlled Refractory Alloys. *High Temp. Mater. Sci.* 37.
- Apfel, R.E. (1976). Technique for measuring the adiabatic compressibility, density, and sound speed of submicroliter liquid samples. *J. Acoust. Soc. Am.* 59, 339–343.
- Assael, M.J., Kalyva, A.E., Antoniadis, K.D., Banish, R.M., Egry, I., Wu, J., Kaschnitz, E., and Wakeham, W.A. (2010). Reference Data for the Density and Viscosity of Liquid Copper and Liquid Tin. 39.
- Assael, M.J., Kalyva, A.E., Antoniadis, K.D., Banish, R.M., Egry, I., Wu, J., Kaschnitz, E., and Wakeham, W.A. (2012). Reference data for the density and viscosity of liquid antimony, bismuth, lead, nickel and silver. *High Temp—High Press* 41, 161–184.
- Audaire, L. (2000). Détecteurs de rayonnements optiques. *Téchniques de l'ingénieur Réf* : 42451210.
- Azumi, T., and Takahashi, Y. (1981). Novel finite pulse-width correction in flash thermal diffusivity measurement. *Rev. Sci. Instrum.* 52, 1411–1413.
- Bachelet, E. (1912). Levitating transmitting apparatus. U.S. Patent US 1020942 A.
- Balageas, D.L., Krapez, J.C., and Cielo, P. (1986). Pulsed photothermal modeling of layered materials. *J. Appl. Phys.* 59, 348–357.
- Barbé, J.-C., and Papoular, M. (2000). Sustentation sur film de gaz : Application à l'étude de la rhéologie des mélanges corium-béton = Gas-Film Levitation : application to the study of the rheology of corium-concrete melts. Thèse soutenue à l'INPG.
- Barbé, J.-C., Parayre, C., Daniel, M., Papoular, M., and Kernevez, N. (1999). High-Temperature Containerless Viscosity Measurement by Gas-Film Levitation. *Int. J. Thermophys.* 20, 1071–1083.
- Baykara, T., Hauge, R.H., NOREM, N., P. Lee and J.J. Margrave, J.L. (1991). A review of containerless thermophysical property measurements for liquid metals and alloys. *High temperature science* 32, 2-3, 113-154.
- Belyaev, A.I. (1965). Surface phenomena in metallurgical processes. *Consult. Bur.* 48.
- Bertrand, P., Smurov, I., and Grevey, D. (2000). Application of near infrared pyrometry for continuous Nd:YAG laser welding of stainless steel. *Appl. Surf. Sci.* 168, 182–185.
- Blanco, E., Mexmain, J.M., and Chapron, P. (1999). Temperature measurements of shock heated materials using multispectral pyrometry: Application to bismuth. *Shock Waves* 9, 209–214.

- Bloembergen, P., Hanssen, L.M., Mekhontsev, S.N., Castro, P., and Yamada, Y. (2011). A Determination Study of the Cavity Emissivity of the Eutectic Fixed Points Co–C, Pt–C, and Re–C. *Int. J. Thermophys.* *32*, 2623–2632.
- Blumm, J., and Opfermann, J. (2002). Improvement of the mathematical modeling of flash measurements. *High Temp. - High Press.* *34*.
- Boivineau, M. (2001). What's new on plutonium up to 4000 K? *J. Nucl. Mater.* *297*, 97–106.
- Boivineau, M. (2009). Thermophysical properties of solid and liquid pure and alloyed Pu: A review. *J. Nucl. Mater.* *392*, 568–577.
- Boivineau, M., and Pottlacher, G. (2006). Thermophysical properties of metals at very high temperatures obtained by dynamic heating techniques: recent advances. *Int. J. Mater. Prod. Technol.* *26*, 217–246.
- Boivineau, M., Arlés, L., Vermeulen, J.M., and Thévenin, T. (1993a). Thermophysical properties of solid and liquid beryllium. *Int. J. Thermophys.* *14*, 427–439.
- Boivineau, M., Arlés, L., Vermeulen, J.M., and Thévenin, T. (1993b). High-pressure thermophysical properties of solid and liquid uranium. *Phys. B Condens. Matter* *190*, 31–39.
- Boivineau, M., Colin, H., Vermeulen, J.M., and Thévenin, T. (1996). Thermophysical properties of solid and liquid thorium. *Int. J. Thermophys.* *17*, 1001–1010.
- Boivineau, M., Cagran, C., Doytier, D., Eyraud, V., Nadal, M.-H., Wilthan, B., and Pottlacher, G. (2006). Thermophysical Properties of Solid and Liquid Ti-6Al-4V (TA6V) Alloy. *Int. J. Thermophys.* *27*, 507–529.
- Brillo, J., and Egly, I. (2005). Surface tension of nickel, copper, iron and their binary alloys. *J. Mater. Sci.* *40*, 2213–2216.
- Brown, M.E. (1998). *Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry, Volume 1: Principles and Practice* (Amsterdam Netherlands ; New York: Elsevier Science).
- Campana, G., Ascari, A., Fortunato, A., and Tani, G. (2009). Hybrid laser-MIG welding of aluminum alloys: The influence of shielding gases. *Appl. Surf. Sci.* *255*, 5588–5590.
- Campbell, N.R., and Gardiner, H.W.B. (1925). Photo-electric colour-matching. *Journal of scientific instruments* *2*, 6.
- Cape, J.A., and Lehman, G.W. (1963). Temperature and Finite Pulse-Time Effects in the Flash Method for Measuring Thermal Diffusivity. *J. Appl. Phys.* *34*, 1909–1913.
- Chandrasekhar, S. (2013). *Hydrodynamic and hydromagnetic stability* (Courier Corporation).
- Chauvin, C. (2010). *Contribution à la mesure de température des matériaux sous choc modéré par pyrométrie optique. Thèse soutenue à l'école nationale supérieure de mécanique et d'aérotechnique - Poitiers.*
- Chauvin, C., Petit, J., Héreil, P.L., and Boustie, M. (2009). Analysis of temperature measurement at material/LiF interface under moderate shock wave compression. In *DYMAT 2009-9th International*

Conference on the Mechanical and Physical Behaviour of Materials under Dynamic Loading, pp. 311–317.

Chen, X., Mutasim, Z., Price, J., Feist, J.P., Heyes, A.L., and Seefeldt, S. (2005). Industrial Sensor TBCs: Studies on Temperature Detection and Durability. *Int. J. Appl. Ceram. Technol.* 2, 414–421.

Claudy, P. (2005). *Analyse calorimétrique différentielle : Théorie et applications de la d.s.c.* (Paris; Londres: Tec & Doc Lavoisier).

Coates, P.B. (1981). Multi-Wavelength Pyrometry. *Metrologia* 17, 103.

Courtois, M., Carin, M., Philippe Le Masson, Gaied, S., and Balabane, M. (2016). Guidelines in the experimental validation of a 3D heat and fluid flow model of keyhole laser welding. *J. Phys. Appl. Phys.* 49, 155503–155515.

Cowan, R.D. (1963). Pulse Method of Measuring Thermal Diffusivity at High Temperatures. *J. Phys. Appl. Phys.* 34, 926.

Dal, M. (2011). *Modélisation magnéto-thermo-hydraulique d'une pièce soumise à un procédé de soudage TIG et estimation d'évolution d'un front de fusion.* Thèse soutenue à l'Université de Bretagne sud.

Dal, M., LE MASSON, P., DUMONS, M., and LAWRIANIEC, D. (2009). Analyse des erreurs de mesure lors d'une opération de soudage; Définition d'une instrumentation optimale. Congrès SFT 2009 acte n°43.

Degiovanni, A. (1999). Transmission de l'énergie thermique. *Tech. L'ingénieur.* réf : BE2800.

Doubenskaia, M., and Smurov, I. (2006). Surface temperature evolution in pulsed laser action of millisecond range. *Appl. Surf. Sci.* 252, 4472–4476.

Doubenskaia, M., Bertrand, P., and Smurov, I. (2004). Optical monitoring of Nd:YAG laser cladding. *Thin Solid Films* 453–454, 477–485.

Durgutlu, A. (2004). Experimental investigation of the effect of hydrogen in argon as a shielding gas on TIG welding of austenitic stainless steel. *Mater. Des.* 25, 19–23.

Duvaut, T. (1994). *spéctrométrie d'émission infrarouge de métaux : application à la pyrométrie en vue du contrôle en soudage laser.* Thèse soutenue à l'université de Reims.

Edler, F., and Baratto, A.C. (2005). A cobalt–carbon eutectic fixed point for the calibration of contact thermometers at temperatures above 1100 °C. *Metrologia* 42, 201.

Edler, F., and Baratto, A.C. (2006). Comparison of nickel–carbon and iron–carbon eutectic fixed point cells for the calibration of thermocouples. *Metrologia* 43, 501.

Edler, F., Ederer, P., Baratto, A.C., and Vieira, H.D. (2007). Melting Temperatures of Eutectic Fixed-Point Cells Usable for the Calibration of Contact Thermometers. *Int. J. Thermophys.* 28, 1983–1992.

Elliott, C.J., Pearce, J.V., Failleau, G., Deuzé, T., Briaudeau, S., Sadli, M., and Machin, G. (2012). Fe–C eutectic fixed-point cells for contact thermometry: an investigation and comparison. *Metrologia* 49, 88–94.

Failleau, G., Elliott, C.J., Deuzé, T., Pearce, J.V., Machin, G., and Sadli, M. (2014). Miniature Fixed-Point Cell Approaches for Monitoring of Thermocouple Stability. *Int. J. Thermophys.* 35, 1223–1238.

Ferrieux, J.-P., and Forest, F. (2006). Alimentations à découpage, convertisseurs à résonance : Principes, composants, modélisation (Paris: Dunod). EAN13 : 9782100505395.

Final materials.pdf (2016). Fiche technique : nitrure-de-bore. consultée sur Final-materials.com

Gardner, J.L., Jones, T.P., and Davies, M.R. (1981). A six-wavelength pyrometer. *High Temperature - High Pressure*, 459–466.

Garnier, B., Lanzetta, F., and Gomès, S. (2014). Leture 2: Mesurments with contact in the heat transfert: principles, implementation and pitfalls. Conférence METTI (Biarritz), lecture 2.

Gathers, G.R. (1992). Analysis of multiwavelength pyrometry using nonlinear chi-square fits and Monte Carlo methods. *Int. J. Thermophys.* 13, 539–554.

Gaussorgues, G. (1999). LA THERMOGRAPHIE INFRAROUGE. Principes, Technologie, Applications, 4ème édition (Paris; Londres: Tec & Doc Lavoisier), ISBN : 978-2-7430-0290-9.

Gharbi, M. (2013). Etats de surface de pièces métalliques obtenues en Fabrication Directe par Projection Laser (FDPL) : compréhension physique et voies d'amélioration. Thèse soutenue aux Arts et Métiers ParisTech - Centre de Paris PIMM – Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux.

Gilblas, R. (2012). Mesure de champs de températures vraies par thermoréfectométrie proche infrarouge. thèse soutenue à l'INSA de Toulouse.

Gillespie, A.R. (1992). Spectral mixture analysis of multispectral thermal infrared images. *Remote Sens. Environ.* 42, 137–145.

Girard, F., Battuello, M., and Florio, M. (2007). Investigation of the Behavior of the Co–C Eutectic Fixed Point. *Int. J. Thermophys.* 28, 2009–2018.

Greffrath, F., Prieler, R., and Telle, R. (2014). A new method for the estimation of high temperature radiant heat emittance by means of aero-acoustic levitation. *Infrared Phys. Technol.* 333–337.

Grenet, J., and Legendre, B. (2010). Analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC). *Tech. L'ingénieur*, Réf: P1205.

Grisch, F., Gicquel, P., and Hervé, P. Mesures de températures dans les gaz et les flammes - Mesures intrusives et mesures optiques intégrées, réf r2752.

Gülenç, B., Develi, K., Kahraman, N., and Durgutlu, A. (2005). Experimental study of the effect of hydrogen in argon as a shielding gas in MIG welding of austenitic stainless steel. *Int. J. Hydrog. Energy* 30, 1475–1481.

Guthrie, R.I.L., and Iida, T. (1994). Thermodynamic properties of liquid metals. *Mater. Sci. Eng. A* 178, 35–41.

Hansen, G.P., Krishnan, S., Hauge, R.H., and Margrave, J.L. (1988). Measurement of temperature and emissivity of specularly reflecting glowing bodies. *Metall. Trans. A* 19, 1889–1894.

Harman, T.C., Cahn, J.H., and Logan, M.J. (1959). Measurement of Thermal Conductivity by Utilization of the Peltier Effect. *J. Appl. Phys.* 30, 1351–1359.

Hasegawa, H., Hoshino, Y., Kasamoto, T., Akaida, Y., Kowatari, T., Shiroki, Y., Shibata, H., Ohta, H., and Waseda, Y. (2012). Thermal Conductivity Measurements of Some Synthetic Al₂O₃-CaO-SiO₂ Slags by Means of a Front-Heating and Front-Detection Laser-Flash Method. *Metall. Mater. Trans. B* 43, 1405–1412.

Hay, bruno, Filtz, J.-R., and Bastale, J.-C. (2004). Mesure de la diffusivité thermique par la méthode flash. *Technique de l'ingénieur*, Réf : r2955

Hay, B., Barré, S., Filtz, J.-R., Jurion, M., Rochais, D., and Sollet, P. (2006). New Apparatus for Thermal Diffusivity and Specific Heat Measurements at Very High Temperature. *Int. J. Thermophys.* 27, 1803–1815.

Hertz, H. (1887). On the photoelectric effect. *Ann Phys* 31, 983–1000.

Hervé, P. (1988). pyromètre ultraviolet, Brevet n° 8803874.

Hijazi, A., Sachidanandan, S., Singh, R., and Madhavan, V. (2011). A calibrated dual-wavelength infrared thermometry approach with non-greybody compensation for machining temperature measurements. *Meas. Sci. Technol.* 22, 25106.

Holmsten, M., Ogura, H., Klason, P., and Ljungblad, S. (2015). Development and Evaluation of a Co–C Eutectic-Point Cell for Thermocouple Calibration. *Int. J. Thermophys.* 1–7.

Horny, N., Chirtoc, M., Kanaké, Y., and Tighzert, L. (2013). Caractérisation photothermique de nanocomposites à base de carbone graphite expansé. (Gérardmer), SFT2013.

Ignatiev, M.B., Smurov, I.Y., Flamant, G., and Senchenko, V.N. (1996). Surface temperature measurements during pulsed laser action on metallic and ceramic materials. *Appl. Surf. Sci.* 96, 505–512.

Incropera, F.P. (2011). *Introduction to Heat Transfer* (John Wiley & Sons), ISBN-13: 978-0470917862.

Jo, W., and Noh, T.W. (1994). Growth of highly oriented Bi₄Ti₃O₁₂(104) thin films on Al₂O₃(0001) substrates using pulsed laser deposition. *Appl. Phys. Lett.* 65, 2780–2782.

Kealy, P.S., and Hook, S.J. (1993). Separating temperature and emissivity in thermal infrared multispectral scanner data: implications for recovering land surface temperatures. *IEEE Trans. Geosci. Remote Sens.* 31, 1155–1164.

Knoll, G.F. (2010). *radiation detection and mesurement (usa)*, ISBN-13: 978-0470131480.

Kobatake, H., Fukuyama, H., Minato, I., Tsukada, T., and Awaji, S. (2007). Noncontact measurement of thermal conductivity of liquid silicon in a static magnetic field. *Appl. Phys. Lett.* 90, 94102.

Kobatake, H., Khosroabadi, H., and Fukuyama, H. (2012). Normal Spectral Emissivity Measurement of Liquid Iron and Nickel Using Electromagnetic Levitation in Direct Current Magnetic Field. *Metall. Mater. Trans. A* 43, 2466–2472.

- Krapez, J.-C., and Dohou, E. (2014). Thermal quadrupole approaches applied to improve heat transfer computations in multilayered materials with internal heat sources. *Int. J. Therm. Sci.* *81*, 38–51.
- Krapez, J.C., Hay, B., Demange, D., Gardette, G., Levesque, P., and Passilly, F. (2002). Méthode flash en face avant. Optimisation de l'expérience pour un monocouche et un bicouche. (Vittel), SFT2002.
- Krapez, J.-C., Spagnolo, L., Frieß, M., Maier, H.-P., and Neuer, G. (2004). Measurement of in-plane diffusivity in non-homogeneous slabs by applying flash thermography. *Int. J. Therm. Sci.* *43*, 967–977.
- Kurosawa, R., Inoue, T., Baba, Y., Sugioka, K., Kubo, M., Tsukada, T., and Fukuyama, H. (2013). Normal spectral emissivity measurement of molten copper using an electromagnetic levitator superimposed with a static magnetic field. *Meas. Sci. Technol.* *24*, 15603.
- Kwon, S.Y., Kim, Y.-G., and Yang, I. (2010). Study on the melting and freezing behaviour of high temperature binary eutectic fixed points using differential scanning calorimetry. *Metrologia* *47*, 248.
- Le coze, J., and rogez, J. Mesure des températures - questions à se poser avant la mesure, *Techniques de l'ingénieur*, Réf : r2516.
- Lee, H.-K., Frohberg, M.G., and Hajra, J.P. (1993). Surface Tension Measurements of Liquid Iron-Nickel-Sulphur Ternary System Using the Electromagnetic Oscillating Droplet Technique. *ISIJ Int.* *33*, 833–838.
- Liang, S. (2001). An optimization algorithm for separating land surface temperature and emissivity from multispectral thermal infrared imagery. *IEEE Trans. Geosci. Remote Sens.* *39*, 264–274.
- Lide, D.R. (2004). *CRC Handbook of Chemistry and Physics*, 85th Edition (CRC Press), ISBN: 0-8493-0485-7.
- de Ligny, D., and Richet, P. (1996). High-temperature heat capacity and thermal expansion of SrTiO₃ and SrZrO₃ perovskites. *Phys. Rev. B* *53*, 3013–3022.
- Lowe, D., and Yamada, Y. (2006). Reproducible metal-carbon eutectic fixed-points. *Metrologia* *43*, S135.
- Machin, G., Bloembergen, P., Hartmann, J., Sadli, M., and Yamada, Y. (2007). A Concerted International Project to Establish High-Temperature Fixed Points for Primary Thermometry. *Int. J. Thermophys.* *28*, 1976–1982.
- Madura, H., Piatkowski, T., and Powiada, E. (2004). Multispectral precise pyrometer for measurement of seawater surface temperature. *Infrared Phys. Technol.* *46*, 69–73.
- Madura, H., Kastek, M., and Piątkowski, T. (2007). Automatic compensation of emissivity in three-wavelength pyrometers. *Infrared Phys. Technol.* *51*, 1–8.
- Maeda, Y., Sagara, H., Tye, R.P., Masuda, M., Ohta, H., and Waseda, Y. (1996). A high-temperature system based on the laser flash method to measure the thermal diffusivity of melts. *Int. J. Thermophys.* *17*, 253–261.
- Magunov, A.N. (2009). Spectral pyrometry (Review). *Instrum. Exp. Tech.* *52*, 451–472.

- Manara, D., De Bruycker, F., Boboridis, K., Tougait, O., Eloirdi, R., and Malki, M. (2012). High temperature radiance spectroscopy measurements of solid and liquid uranium and plutonium carbides. *J. Nucl. Mater.* *426*, 126–138.
- Margrave, J.L. (1994). Determination of thermophysical properties of liquid metals at high temperatures by levitation methods. *Mater. Sci. Eng. A* *178*, 83–88.
- Mas, C. (2003). Modélisation physique du procédé de découpe de métaux par laser. Thèse soutenue à Paris 6.
- Meriaudeau, F. (2007). Real time multispectral high temperature measurement: Application to control in the industry. *Image Vis. Comput.* *25*, 1124–1133.
- Mills, A.F. (1998). *Heat Transfer* (Upper Saddle River, N.J: Prentice Hall), ISBN-13: 978-0139476242.
- Mills, K.C., and Brooks, R.F. (1994). Measurements of thermophysical properties in high temperature melts. *Mater. Sci. Eng. A* *178*, 77–81.
- Modest, M.F. (2003). Narrow-band and full-spectrum k-distributions for radiative heat transfer—correlated-k vs. scaling approximation. *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transf.* *76*, 69–83.
- Modest, M.F., and Modest, M.F. (1993). *Radiative heat transfer* (McGraw-Hill New York).
- Morice, R., Edler, F., Pearce, J., Machin, G., Fischer, J., and Filtz, J.R. (2008). High-Temperature Fixed-Point Facilities for Improved Thermocouple Calibration—Euromet Project 857. *Int. J. Thermophys.* *29*, 231–240.
- Morville, S. (2012). Modélisation multiphysique du procédé de Fabrication Directe par Projection Laser en vue d'améliorer l'état de surface final, thèse de doctorat. Thèse soutenue à l'Université de Bretagne sud.
- Muller, M., Fabbro, R., El-Rabii, H., and Hirano, K. (2012). Temperature measurement of laser heated metals in highly oxidizing environment using 2D single-band and spectral pyrometry. *J. Laser Appl.* *24*, 22006.
- Murphy, A.B., Tanaka, M., Yamamoto, K., Tashiro, S., Sato, T., and Lowke, J.J. (2009). Modelling of thermal plasmas for arc welding: the role of the shielding gas properties and of metal vapour. *J. Phys. Appl. Phys.* *42*, 194006.
- Nettleton, H.R. (1916). On the Measurement of the Thomson Effect in Wires. *Proc. Phys. Soc. Lond.* *29*, 59.
- Nishi, T., Shibata, H., Waseda, Y., and Ohta, H. (2003a). Thermal conductivities of molten iron, cobalt, and nickel by laser flash method. *Metall. Mater. Trans. A* *34*, 2801–2807.
- Nishi, T., Shibata, H., and Ohta, H. (2003b). Thermal Diffusivities and Conductivities of Molten Germanium and Silicon. *Mater. Trans.* *44*, 2369–2374.
- Nogi, K., Chung, W.B., Mclean, A., and Miller, W.A. (1991). Surface Tension of Liquid Fe–(Cu, Sn, Cr) and Ni–(Cu, Sn) Binary Alloys. *Mater. Trans. JIM* *32*, 164–168.

- Nordine, P.C., Weber, J.K.R., and Abadie, J.G. (2000). Properties of high-temperature melts using levitation. *Pure Appl. Chem.* **72**, 2127–2136.
- Ogura, H., Izuchi, M., and Arai, M. (2008). Evaluation of Cobalt–Carbon and Palladium–Carbon Eutectic Point Cells for Thermocouple Calibration. *Int. J. Thermophys.* **29**, 210–221.
- Ongrai, O., Pearce, J.V., Machin, G., and Sweeney, S.J. (2011). Miniature Co–C eutectic fixed-point cells for self-validating thermocouples. *Meas. Sci. Technol.* **22**, 15104.
- Oran, W.A., and Berge, L.H. (1982). Containerless melting and solidification of materials with an aerodynamic levitation system. *Rev. Sci. Instrum.* **53**, 851–853.
- Orlande, H.R.B., Fudym, O., Maillet, D., and Cotta, R.M. (2011). *Thermal Measurements and Inverse Techniques* (CRC Press), ISBN : 978-1-4398-4556-1.
- PARGA, C., Bourson, F., Sadli, M., and Journeau, C. (2013). Cellules à points fixes de température pour la recherche appliquée. (Gerardmer), SFT2013.
- Parker, W.J., Jenkins, R.J., Butler, C.P., and Abbott, G.L. (1961). Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity. *J. Appl. Phys.* **32**, 1679–1684.
- Pearce, J.V., Ogura, H., Izuchi, M., and Machin, G. (2009). Evaluation of the Pd–C eutectic fixed point and the Pt/Pd thermocouple. *Metrologia* **46**, 473.
- Pierre, T. (2007). *Mesure de la température à l'échelle microscopique par voie optique dans la gamme ultraviolet-visible. Soutenance de thèse à L'université de Lorraine.*
- Pierre, T., Rémy, B., and Degiovanni, A. (2008). Microscale temperature measurement by the multispectral and statistic method in the ultraviolet-visible wavelengths. *J. Appl. Phys.* **103**, 34904.
- Pierre, T., Rodiet, C., Rémy, B., and Degiovanni, A. (2016). Steady-state and transient microscale temperature measurements by multispectral method and photons counting. *Appl. Therm. Eng.*
- Pottlacher, G. (1999). Thermal conductivity of pulse-heated liquid metals at melting and in the liquid phase. *J. Non-Cryst. Solids* **250–252, Part 1**, 177–181.
- Pottlacher, G., Jäger, H., and Neger, T. (1987). Thermophysical measurements on liquid iron and nickel. *High Temp. High Press.* **19**, 19–27.
- Pottlacher, G., Hosaeus, H., Kaschnitz, E., and Seifert, A. (2002). Thermophysical properties of solid and liquid Inconel 718 Alloy*. *Scand. J. Metall.* **31**, 161–168.
- Rhim, W.-K., and Ohsaka, K. (2000). Thermophysical properties measurement of molten silicon by high-temperature electrostatic levitator: density, volume expansion, specific heat capacity, emissivity, surface tension and viscosity. *J. Cryst. Growth* **208**, 313–321.
- Rhim, W.K., Collender, M., Hyson, M.T., Simms, W.T., and Elleman, D.D. (1985). Development of an electrostatic positioner for space material processing. *Rev. Sci. Instrum.* **56**, 307–317.
- Rhim, W.-K., Chung, S.K., Barber, D., Man, K.F., Gutt, G., Rulison, A., and Spjut, R.E. (1993). An electrostatic levitator for high-temperature containerless materials processing in 1-g. *Rev. Sci. Instrum.* **64**, 2961–2970.

Rodiet, C. (2014). *Mesure de Température par Méthodes Multi-Spectrales et Caractérisation Thermique de Matériaux Anisotropes par Transformations Intégrales : « Aspects Théoriques et Expérimentaux »*, soutenance de thèse à l'Université de Lorraine.

Rodiet, C., Rémy, B., Degiovanni, A., and Demeurie, F. (2013). Optimisation of wavelengths selection used for the multi-spectral temperature measurement by ordinary least squares method of surfaces exhibiting non-uniform emissivity. *Quant. InfraRed Thermogr. J. 0*, 1–15.

Rousseau, B., Brun, J.F., Meneses, D.D.S., and Echegut, P. (2005). Temperature Measurement: Christiansen Wavelength and Blackbody Reference. *Int. J. Thermophys.* *26*, 1277–1286.

Rudolph, S. (1993). Composition and application of coatings based on boron nitride. *Interceram* *42*, 302–305.

Sacadura, J.-F. (1980). *Initiation aux transferts thermiques (Technique et documentation)*, ISBN-13: 978-2743019938.

Sadli, M. *L'échelle internationale de température : EIT-90 | Techniques de l'Ingénieur*, Réf : R2510 v2.

Sapritsky, V.I., Ogarev, S.A., Khlevnoy, B.B., Samoylov, M.L., and B Khromchenko, V. (2003). Development of metal-carbon high-temperature fixed-point blackbodies for precision photometry and radiometry. *Metrologia* *40*, S128.

Sasajima, N., and Yamada, Y. (2008). Investigation of TiC-C Eutectic and WC-C Peritectic High-Temperature Fixed Points. *Int. J. Thermophys.* *29*, 944–957.

Sasajima, N., Yamada, Y., and Sakuma, F. (2003). Investigation of Fixed Points Exceeding 2500 °C Using Metal Carbide-Carbon Eutectics. In *AIP Conference Proceedings*, (AIP Publishing), pp. 279–284.

Schmon, A., Aziz, K., and Pottlacher, G. (2015). Density Determination of Liquid Copper and Liquid Nickel by Means of Fast Resistive Pulse Heating and Electromagnetic Levitation. *Metall. Mater. Trans. A* *46*, 2674–2679.

Schmugge, T., Hook, S.J., and Coll, C. (1998). Recovering Surface Temperature and Emissivity from Thermal Infrared Multispectral Data. *Remote Sens. Environ.* *65*, 121–131.

Schmugge, T., French, A., Ritchie, J.C., Rango, A., and Pelgrum, H. (2002). Temperature and emissivity separation from multispectral thermal infrared observations. *Remote Sens. Environ.* *79*, 189–198.

Schöpp, H., Sperl, A., Kozakov, R., Gött, G., Uhrlandt, D., and Wilhelm, G. (2012). Temperature and emissivity determination of liquid steel S235. *J. Phys. Appl. Phys.* *45*, 235203.

Shibata, H., Suzuki, A., and Ohta, H. (2005). Measurement of Thermal Transport Properties for Molten Silicate Glasses at High Temperatures by Means of a Novel Laser Flash Technique. *Mater. Trans.* *46*, 1877–1881.

Sibillano, T., Ancona, A., Berardi, V., Schingaro, E., Basile, G., and Mario Lugarà, P. (2006). A study of the shielding gas influence on the laser beam welding of AA5083 aluminium alloys by in-process spectroscopic investigation. *Opt. Lasers Eng.* *44*, 1039–1051.

Siegel, R. (2002). *Thermal radiation heat transfer* (Taylor & Francis), ISBN-13: 978-1439805336.

Sonneck-Museux, N., Vergé, P., Judic, J.-P., and Edard, P. (2015). Temperature measurement by IR camera of heated device to high temperature during a short time, Twelfth International Conference on Quality Control by Artificial Vision 2015.

Sun, H., and Pehlke, R.D. (2000). Coil Design for Lower Temperature Levitation Melting of Iron Alloys. *High Temp. Mater. Process.* 19.

Tank, V., and Dietl, H. (1990). Multispectral infrared pyrometer for temperature measurement with automatic correction of the influence of emissivity. *Infrared Phys* 331–342.

TC.S.A. (2015). *Traité de thermometrie par thermocouple et résistance*, guide gratuit disponible à partir de tcsa.fr.

Thevenet, J., Siroux, M., and Desmet, B. (2010). Measurements of brake disc surface temperature and emissivity by two-color pyrometry. *Appl. Therm. Eng.* 30, 753–759.

Thévenin, T., Arlès, L., Boivineau, M., and Vermeulen, J.M. (1993). Thermophysical properties of rhenium. *Int. J. Thermophys.* 14, 441–448.

Touloukian, Y.S., and DeWitt, D. (1970). *Thermal radiative properties :metallic elements and alloys (IFI/Plenum)*, vol 7, ISBN 0306670208, 9780306670206.

Tsai, B.K., Shoemaker, R.L., DeWitt, D.P., Cowans, B.A., Dardas, Z., Delgass, W.N., and Dail, G.J. (1990). Dual-wavelength radiation thermometry: Emissivity compensation algorithms. *Int. J. Thermophys.* 11, 269–281.

Tsukada, T., Fukuyama, H., and Kobatake, H. (2007). Determination of thermal conductivity and emissivity of electromagnetically levitated high-temperature droplet based on the periodic laser-heating method: Theory. *Int. J. Heat Mass Transf.* 50, 3054–3061.

Tušek, J., and Suban, M. (2000). Experimental research of the effect of hydrogen in argon as a shielding gas in arc welding of high-alloy stainless steel. *Int. J. Hydrog. Energy* 25, 369–376.

Tychowsky, V.W., and Ridge, J. (1998). Development and application of a gold cup sensor for measurement of strip temperatures on a continuous galvanizing line. *Iron Steel Eng.* 75, 37–42.

Watanabe, H., Susa, M., and Nagata, K. (1997). Discontinuity in normal spectral emissivity of solid and liquid copper at the melting point. *Metall. Mater. Trans. A* 28, 2507–2513.

Watanabe, H., Susa, M., Fukuyama, H., and Nagata, K. (2003a). Near-Infrared Spectral Emissivity of Cu, Ag, and Au in the Liquid and Solid States at Their Melting Points. *Int. J. Thermophys.* 24, 1105–1120.

Watanabe, H., Susa, M., Fukuyama, H., and Nagata, K. (2003b). Phase (Liquid/Solid) Dependence of the Normal Spectral Emissivity for Iron, Cobalt, and Nickel at Melting Points. *Int. J. Thermophys.* 24, 473–488.

Watson, K. (1992). Spectral ratio method for measuring emissivity. *Remote Sens. Environ.* 42, 113–116.

Weng, K.-H., and Wen, C.-D. (2011a). Effect of oxidation on aluminum alloys temperature prediction using multispectral radiation thermometry. *Int. J. Heat Mass Transf.* 54, 4834–4843.

- Weng, K.-H., and Wen, C.-D. (2011b). Effect of oxidation on aluminum alloys temperature prediction using multispectral radiation thermometry. *Int. J. Heat Mass Transf.* *54*, 4834–4843.
- Wilthan, B., Cagran, C., Brunner, C., and Pottlacher, G. (2004). Thermophysical properties of solid and liquid platinum. *Thermochim. Acta* *415*, 47–54.
- Woolliams, E.R., Machin, G., Lowe, D.H., and Winkler, R. (2006). Metal (carbide) carbon eutectics for thermometry and radiometry: a review of the first seven years. *Metrologia* *43*, R11.
- www.radiofrquences.gouv.fr (2013). Que sont les radiofréquences ? - Que sont les radiofréquences ? - Les radiofréquences - Site Radiofréquences.
- Yamada, Y., and Bloembergen, P. (2004). High-temperature metal-carbon eutectic fixed-point cells with improved robustness. In *SICE 2004 Annual Conference*, pp. 1027–1030 vol. 2.
- Yamada, Y., Sakate, H., Sakuma, F., and Ono, A. (1999). Radiometric observation of melting and freezing plateaus for a series of metal-carbon eutectic points in the range 1330 °C to 1950 °C. *Metrologia* *36*, 207.
- Yamada, Y., Sakuma, F., and Ono, A. (2000). Thermocouple observations of melting and freezing plateaus for metal-carbon eutectics between the copper and palladium points. *Metrologia* *37*, 71.
- Yamada, Y., Sakate, H., Sakuma, F., and Ono, A. (2001). High-temperature fixed points in the range 1150 °C to 2500 °C using metal-carbon eutectics. *Metrologia* *38*, 213.
- Yamada, Y., Khlevnoy, B., Wang, Y., Wang, T., and Anhalt, K. (2006a). Application of metal (carbide)–carbon eutectic fixed points in radiometry. *Metrologia* *43*, S140.
- Yamada, Y., Wang, Y., and Sasajima, N. (2006b). Metal carbide-carbon peritectic systems as high-temperature fixed points in thermometry. *Metrologia* *43*, L23.
- Yosioka, K., and Kawasima, Y. (1955). Acoustic radiation pressure on a compressible sphere. *Acta Acust. United Acust.* *5*, 167–173.
- Zhao, H., Zhang, G., Yin, Z., and Wu, L. (2011). A 3D dynamic analysis of thermal behavior during single-pass multi-layer weld-based rapid prototyping. *J. Mater. Process. Technol.* *211*, 488–495.
- Zhengming, W., and Dozier, J. (1989). Land-surface temperature measurement from space: physical principles and inverse modeling. *IEEE Trans. Geosci. Remote Sens.* *27*, 268–278.

La simulation numérique du soudage peut être améliorée par une meilleure connaissance des propriétés thermophysiques des métaux à l'état liquide. Un approfondissement de cette connaissance requiert un dispositif capable de conditionner ces métaux à de très hautes températures en vue de les caractériser. Après un état de l'art sur les techniques de caractérisation adaptées à ces échelles de températures (chapitre 1), ce manuscrit détaille les travaux, principalement expérimentaux, dédiés aux développements d'un dispositif capable d'élever des métaux jusqu'à 2 500 °C (chapitres 3 et 4) et d'un pyromètre à cinq longueurs d'onde pour mesurer cette température (chapitres 2, 4 et 5). Le dispositif chauffe par induction une tour en graphite, le creuset étant placé en son centre, et a été dimensionné *via* une simulation magnéto-thermique 2D axisymétrique à l'aide du logiciel Comsol Multiphysics®. Parallèlement, le pyromètre a été développé dans le but de mesurer simultanément la température et l'émissivité. En l'absence de corps noir à hautes températures, plusieurs expériences ont été menées pour étalonner ce dernier ; elles ont été basées sur la mesure de la température de fusion/solidification de corps purs. En fonction de leur tenue et pour couvrir la plus large gamme de température possible, les métaux choisis sont le fer, le chrome, ou encore le niobium. Les expériences ont montré l'efficacité du pyromètre et la capacité maximale du dispositif hautes températures lors de la fusion du niobium à environ 2 500 °C. Enfin, le pyromètre a été utilisé lors d'une opération de soudage à l'arc, au cours de laquelle la température a été estimée sur une gamme de 1 000°C – 2 500°C.

Welding simulation can be improved by a better knowledge of molten metals thermophysical properties. This improvement requires characterization using a very high temperature apparatus. After portraying a state of the art on characterization technics adapted to this temperature range (chapter 1), this manuscript details works, principally experimental, dedicated to the developments of a device able to heat metals up to 2 500 °C (chapters 3 and 4) and of a five wavelengths pyrometer in order to measure this temperature (chapters 2, 4 and 5). The device heats by induction a graphite tower, the crucible being placed at its center, and has been dimensioned by a magneto-thermal 2D axisymmetric simulation using the Comsol Multiphysics® software. In parallel, the pyrometer has been developed in order to measure both temperature and emissivity. In the absence of a high temperature blackbody, several experiments were carried out for the calibration of it; they were based on the use of the luminance of pure metals at their melting point. In order to cover the largest temperature range possible, chosen metals were iron, chromium, and even niobium. These experiments showed the efficiency of the pyrometer and the maximal ability of the high temperature device during the niobium melting around 2 500 °C. Finally, the pyrometer has been used on an arc welding process, in which temperature has been evaluated over a 1 000 °C – 2 500 °C temperature range.