le cnam

ÉCOLE DOCTORALE Science des Métiers de l'Ingénieur

Laboratoire Commun de Métrologie

THÈSE présentée par :

Frédéric BOURSON

soutenue le : **22 décembre 2017**

pour obtenir le grade de : **Docteur du Conservatoire National des Arts et Métiers**

Discipline : Milieux dilués et optique / Spécialité : lasers, nanosciences et métrologie

Dissémination de la température thermodynamique par des points fixes à haute température : vers une nouvelle mise en pratique du kelvin

THÈSE dirigée par :

M. HIMBERT Marc	Professeur, Cnam

RAPPORTEURS :

M. GAUCHER Philippe	Professeur, Ecole Centrale Paris
M. JOURNEAU Christophe	Docteur, CEA Cadarache

JURY :

M. BATSALE Jean Christophe	Professeur, Institut de Mécanique et d'Ingénierie de Bordeaux (I2M) - Président du jury
Mme. REYNARD-CARETTE Christelle	Docteur, Institut des Matériaux, de Microélectronique et des Nanosciences de Provence (IM2NP)
M. BRIAUDEAU Stéphan	Docteur, Cnam
M. SADLI Mohamed	Docteur, Cnam – Membre invité

Remerciements

J’ai effectué ma thèse par la validation des acquis de l’expérience (VAE). Le suivi et l'approbation du dossier VAE ont été assurés par Madame Marie-Eve DAUSSET, conseillère VAE d’lle de France, avec le support de Messieurs Philippe GAUCHER et Jean-Christophe BATSALE en tant que rapporteurs, ainsi que celui de Monsieur Marc HIMBERT, directeur du Laboratoire Commun de Métrologie. J’adresse mes sincères remerciements à ces personnes pour leur soutien dans cette étape préliminaire lors de laquelle, l’aboutissement au diplôme est encore incertain.

Je remercie Monsieur Christophe JOURNEAU pour son soutien, mais aussi pour sa disponibilité, notamment lors de la nomination des rapporteurs pour la soutenance finale, qui a permis de satisfaire aux critères des conditions de la VAE, ainsi qu'à ceux de l’école doctorale. Je remercie plus généralement l’ensemble des membres du jury de s’être montré disponible à une période de l’année qui n'est généralement pas particulièrement propice.

Je tiens à souligner la contribution de mes collègues du Laboratoire Commun de Métrologie dans cet aboutissement. J'adresse des remerciement particuliers à Messieurs Mohamed SADLI, Stéphan BRIAUDEAU et Bernard ROUGIE que j'ai souvent sollicités au cours des quinze années de travail en équipe. Ils ont joué un rôle essentiel dans la construction de mon parcours scientifique. Grace à leur apport, j'ai pu acquérir les multiples facettes du métier de chercheur et exercer aujourd'hui une profession que j'affecte particulièrement.

Je remercie enfin Patricia, ma femme, de m'avoir encouragé à me lancer dans ce projet personnel et d'avoir toujours été à mes côtés dans les moments de travail intensif.

Résumé

Les recherches consacrées aux points fixes à haute température (PFHT) ont été intensifiées depuis 1996, suite à une recommandation du Comité Consultatif de Thermométrie de développer des références au-delà de 2000 °C. Les Laboratoires Nationaux de Métrologie se sont alors engagés dans le developpement de PFHT construits à partir d'alliages de métal et de carbone. Ces points fixes ont montré des transitions de phase à des températures reproductibles indépendamment de la proportion de carbone dans le métal.

Les projets internationaux qui ont suivis les premiers developpements ont permis d'accroitre la robustesse et la stabilité à long terme des points fixes et ont mis en évidence l'importance des conditions thermiques de mise en œuvre. Aujourd'hui ces points fixes montrent une reproductibilité de l'ordre de 0.1 °C et sont en voie de renforcer l'exactitude des mesures pyrométriques aux plus hautes températures, jusqu'ici limitée par l'incertitude d'extrapolation dans l'Echelle Internationale de Température (EIT-90).

Un projet de mesure par voie radiométrique de la température thermodynamique des PFHT les plus étudiés a été récemment mené. Les résulats de ces mesures absolues permettent aujourd'hui d'aborder la future mise-en-pratique du kelvin à haute température, par des méthodes de dissémination directe de la température thermodynamique sans recours à l'EIT-90. Ce document décrit les principales étapes depuis la conception de ces nouvelles références, jusqu'à la mesure de leur température thermodynamique.

Mots clés : température thermodynamique, kelvin, dissémination, thermométrie.

Résumé en anglais

Research dedicated to high-temperature-fixed-points (HTFPs) have been intensified since 1996, further to a recommendation of the Consultative Committee for Thermometry to develop references above 2000 °C. National Laboratories of Metrology envolved in the development of HTFPs based on metal-carbon alloys. These fixed points showed phase transitions at reproducible temperatures independently to the proportion of carbon in the metal.

The international projects that followed the first developments allowed increasing the robustness and the long-term stability of the fixed points and highlighted the importance of the thermal conditions of implementation. Today these fixed points show a reproducibility of about 0.1 °C and are on the way to strengthen the accuracy of radiation thermometry measurements at high temperatures, up to now, limited by the uncertainty of the International Temperature Scale (ITS-90).

A project to measure the thermodynamic temperature of the most studied HTFPs by a radiometric method was recently led. Results of this absolute measurement is a step towards the future *mise en pratique of the kelvin* at high temperature, by a direct dissemination of the thermodynamic temperature without any link to the ITS-90. This document describes the main steps from the conception of these new references, up to the measurement of their thermodynamic temperature.

Key words: thermodynamic temperature, kelvin, dissemination, thermometry.

Table des matières

Résumé 3
Résumé en anglais 5
Liste des figures 9
Liste des tableaux 13
Communications de l'auteur 14
Lexique 21
Introduction 24
1. Contexte 32
2. Développement et caractérisation des points fixes à haute température 36
2.1. Points fixes de l'EIT-90 au-delà du point d'argent 36
2.1.1. Fabrication des points fixes de l'EIT-90 36
2.1.2. Mise en œuvre des points fixes de l'EIT-90 38
2.2. Points fixes à haute température basés sur des transitions eutectiques et péritectiques 38
2.2.1. Diagrammes de phases métal-carbone 38
2.2.2. Fabrication des points fixes à haute température à bases d'alliage métal-carbone 42
2.2.3. Mise en œuvre des points fixes à hautes température 43
3. Mesure des températures des points fixes à haute température dans l'EIT-90 47
3.1. Principe de mesure de température dans l'EIT-90 au-delà du point de congélation de l'argent 48
3.2. Principe de fonctionnement du comparateur de luminances 50
3.3. Caractérisation du comparateur de luminances 52
3.3.1. Etalonnage du monochromateur 52
3.3.2. Mesure de la sensibilité spectrale relative du comparateur de luminances 53
3.4. Bilan des corrections à appliquer au comparateur de luminances 54
3.4.1. Mesure de la lumière hors bande du comparateur 54
3.4.2. Linéarité du comparateur de luminances 57
3.4.3. Correction de l'effet de taille de source 57
3.4.4. Autres caractérisations du comparateur de luminances 60
3.5. Réalisation de l'EIT-90 à partir de pyromètres monochromatiques 60

3.6. Mesure de la sensibilité spectrale des pyromètres monochromatiques 62
4. Mesure de la température thermodynamique des points fixes de Cu, Co-C, Pt-C et Re-C 64
4.1. Principe de mesure de la température thermodynamique d'un corps noir au comparateur de luminances 65
4.2. Principe de fonctionnement du luminancemètre 66
4.3. Mesure de la luminance de la sphère intégratrice 67
4.4. Estimation des corrections liées à la mesure de $L0\lambda laser$ 68
4.4.1. Caractérisation de la sensibilité du détecteur piège 68
4.4.2. Stabilité du flux lumineux dans la sphère intégratrice 70
4.4.3. Homogénéité spatiale de la luminance en sortie de sphère 70
4.4.4. Alignement des diaphragmes et mesure de la distance qui les sépare 72
4.4.5. Mesure de la surface des diaphragmes 72
4.4.6. Etalonnage des convertisseurs courant-tension 73
4.4.7. Lumière parasite dans le luminancemètre 74
4.5. Résultats de mesure – bilan d'incertitudes 76
4.5.1. Cycle de mesure des PFHT 76
4.5.2. Bilan des incertitudes et corrections 77
4.5.3. Cellules de référence pour la mesure "définitive" de T 80
4.5.4. Mesure de la température thermodynamique des cellules de référence 82
4.5.5. Réflexion sur les résultats de la comparaison 84
Conclusion et perspectives 85
Bibliographie 87
Résumé 93
Résumé en anglais 93

Liste des figures

Figure 1.1 : Ecarts entre la température thermodynamique des points fixes de l'EIT-90 et la température donnée dans l'EIT-90 [12]. Les barres d'erreur représentent l'incertitude de mesure à k = 1. 32

Figure 2.1: Paliers de fusion et de congélation de métaux purs utilisés comme points fixes de l'EIT-90. 36

Figure 2.2 : Vue en coupe d'un point fixe de l'EIT-90 conçu au LCM. Les dimensions sont choisies de sorte que l'émissivité totale de la cavité se rapproche le plus possible de celle du corps noir. 37

Figure 2.3 : Vue en coupe d'une cellule point fixe de l'EIT-90 et de son dispositif de mise en œuvre. L'ensemble est installé dans un four à haute température porté au point de fusion du métal constituant la cellule. 38

Figure 2.4 : Diagramme de phase de deux composants A et B formant une solution solide biphasée. Pour une proportion de B dans A comprise entre C_1 et C_2, le changement de phase se produira à la température $T_{eutectique}$. 40

Figure 2.5 : Diagramme de phase Cr-C présentant une transition eutectique (E) et une transition péritectique (P). 41

Figure 2.6 : Vue en coupe d'un point fixe à haute température à base d'un alliage de métal et de carbone. 42

Figure 2.7 : Four VNIIOFI HTTB 3200 pg. Electrodes (1) et (2), ressort de pression (3), diaphragmes antifuites thermiques (4) et (7), cellule et son support (5), corps chauffant (6), corps de four en acier (8), isolant en tissu de graphite (9). 43

Figure 2.8 : Paliers de fusion et de congélation d'une cellule de Co-C du LCM. Le point d'inflexion du palier de fusion est choisi comme référence pour sa reproductibilité. Le domaine de fusion (différence de température entre l'entrée et la sortie du palier) est d'environ 100 mK. 44

Figure 2.9 : Différences de températures de fusion des PFHT en fonction du profil de température le long des cellules. Le niveau de température du point de Pt-C du LCM positionné dans le four HTBB 3200 pg dans un profil de température chutant de 10 °C sur l'arrière de la cellule est de 100 mK inférieur à celui mesuré dans un profil plat dans le même four. 45

Figure 3.1 : Dispositif dédié à l'étude des points fixes à haute température, à la réalisation de l'EIT-90 et à la mesure de la température thermodynamique. Le comparateur de luminances (7) ou des pyromètres (6) se déplace(nt) perpendiculairement aux sources corps noirs sur une course d'environ 3 mètres. Celles- ci peuvent être mesurées simultanément : fours haute température (1 et 2), fours EIT-90 (3 et 4), sphère intégratrice du luminancemètre (5). 47
Figure 3.2 : Mesure de la densité spectrale de luminance par un pyromètre. 48
Figure 3.3 : Comparateur de luminances vu de dessus. Diaphragme de champ et fente d'entrée du monochromateur (1), fente de sortie du monochromateur (2), réseau de Bragg (3), pupille d'entrée (5), photodiode (6), convertisseur courant-tension (7), réponse du comparateur (8), laser d'alignement (9), miroirs dorés (10 à 22). 50
Figure 3.4 : Courbe d'étalonnage en longueur d'onde du comparateur de luminances (trait plein) et résidus associés (trait en pointillés). 53
Figure 3.5 : Sensibilité spectrale relative $S\lambda laser$ du comparateur de luminances normalisée à $\lambda laser$ = 800 nm pour des fentes d'entrée et de sortie de monochromateur de 1,7 mm et 5 mm respectivement. Echelle verticale logarithmique à gauche et linéaire à droite. 54
Figure 3.6 : Mesure de la lumière hors bande du comparateur de luminances à l'aide d'un filtre réjecteur de bande (filtre notch). Le niveau de lumière hors bande est égal à l'intégrale du produit des trois courbes, divisée par $0\infty S\lambda . L\lambda(\lambda, T) . d\lambda$. Les frontières entre lumière "out of band" et "in band" sont définies arbitrairement lorsque le produit $S\lambda . \tau notch$ est minimal..... 56
Figure 3.7 : Mesure de l'effet de taille de source du comparateur de luminances par la méthode indirecte. Un dépôt occultant (3) est gravé sur un disque de quartz (2) placé devant la source étendue (1) sur laquelle un diaphragme (4) est monté. Le SSE est mesuré lors de la visée 1, la stabilité de la sphère, lors de la visée 2. 58
Figure 3.8: Décomposition de la scène thermique vue par l'instrument en anneaux de luminances constantes. 59
Figure 3.9 : Effet de taille de source du comparateur de luminances avant et après mise en place de la pupille de Lyot (à gauche) puis après isolation des compartiments et réduction des réflexions parasites. 60
Figure 3.10 : Schéma des principaux composants du pyromètre KE LP3. Objectif (1), diaphragme de champ (2), lentille de mise en forme du faisceau (3 et 8), roues à filtres (4) et (5), commandes des roues à filtres (6) et (7), photodiode (9), cellule thermostatée (10),

convertisseur courant/tension (11), système de renvoi (12), oculaire (13), pupille d'entrée (14). 61
Figure 3.11 : Sensibilité spectrale relative $S\lambda$ normalisée du pyromètre LP3.le taux de réjection hors bande au-delà de 800 nm est également mesuré. 62
Figure 4.1 : Schéma du luminancemètre ouvert. Détecteur piège (1), sphère intégratrice (2), platine de translation (3), support de sphère comprenant deux translations et une rotation (4), baffle (5). Dimensions du marbre : 60 cm x 120 cm. 66
Figure 4.2 : Schéma de principe du luminancemètre. Le faisceau laser (1) injecté dans la sphère intégratrice (2) constitue une source monochromatique étendue quasi-lambertienne. Son flux lumineux est mesuré par le détecteur piège (5) à travers une étendue géométrique définie par les diaphragmes (3) et (4). Le convertisseur courant/tension (6) de transimpédance Rp amplifie le photocourant ip en sortie de piège et délivre une tension $up = Rp.ip$. 67
Figure 4.3: Chemin optique parcouru par le faisceau à l'intérieur du détecteur piège (ouvert en arrière-plan) et photodiodes seules démontées (premier plan). 69
Figure 4.4 : Schéma du radiomètre cryogénique (à gauche) et son principe de fonctionnement (à droite). 69
Figure 4.5 : Mesure de la stabilité de la luminance de la sphère intégratrice avec le luminancemètre. 70
Figure 4.6 : Cartographie de la luminance dans le plan du diaphragme de sphère normalisé à 1 au centre. 71
Figure 4.6 : Résultats de mesure d'un diaphragme dans le cadre de la comparaison clé CCPR-S2. La dispersion des mesures n'est pas encadrée par l'incertitude donnée par chaque LNM [61]. 73
Figure 4.7 : Variation relative de la luminance en fonction de la distance qui sépare les diaphragmes. Les variations linéaires valident le modèle de l'équation 4.16. 75
Figure 4.8 : Variation relative de la luminance en fonction de la distance entre les deux diaphragmes. La luminance est indépendante de la distance et de l'ouverture de l'iris. Le flux diffusé est par conséquent inférieur aux variations de luminance. 76
Figure 4.9 : Ecarts de température par rapport à la cellule de Co-C du NMIJ prise comme référence pour sa température de fusion la plus élevée des six cellules comparées. 81
Figure 4.10 : Résultats de mesure de la température thermodynamique au point du cuivre publiés par les LNM engagés dans le WP1 du JRP InK [37]. 82

Figure 4.11 : Résultats de mesure de la température thermodynamique au point de Co-C publiés par les LNM engagés dans le WP1 du JRP InK [37]. 82
Figure 4.12 : Résultats de mesure de la température thermodynamique au point de Pt-C publiés par les LNM engagés dans le WP1 du JRP InK [37]. 83
Figure 4.13 : Résultats de mesure de la température thermodynamique au point de Re-C publiés par les LNM engagés dans le WP1 du JRP InK [37]. 83

Liste des tableaux

Tableau 4.1 : Cycle de mesures de T des PFHT. 77
Tableau 4.2 : Tableau récapitulatif des composantes d'incertitudes des mesures de températures thermodynamiques des points fixes de Cu, Co-C, Pt-C et Re-C exprimées en millikelvin. 79
Tableau 4.3 : Corrections de lumière hors bande (OOB pour out-of-band transmission), d'effet de taille de source (SSE pour "size of source effect") et de surface des diaphragmes. 80
Tableau 4.4 : Températures thermodynamiques provisoires des points fixes de Cu, Co-C, Pt-C et Re-C mesurées aux points d'inflexion des paliers de fusion des eutectiques et au palier de congélation du Cu. 83

Communications de l'auteur

Articles parus dans des revues à comité de lecture classé dans l'ordre antéchronologique :

1. D. H. Lowe, A. D. W. Todd, R. Van den Bossche, P. Bloembergen, K. Anhalt, M. Ballico, F. Bourson, S. Briaudeau, J. Campos, M. G. Cox, D. del Campo, M. R. Dury, V. Gavrilov, I. Grigoryeva, M. L. Hernanz, F. Jahan, B. Khlevnoy, V. Khromchenko, X. Lu, G. Machin, J. M. Mantilla, M. J. Martin, H. C. McEvoy, B. Rougié, M. Sadli, S. G. R. Salim, N. Sasajima, D. R. Taubert, E. van der Ham, T. Wang, D. Wei, A. Whittam, B. Wilthan, D. J. Woods, J. T. Woodward, E. R. Woolliams, Y. Yamada, Y. Yamaguchi, H. W. Yoon and Z. Yuan "The equilibrium liquidus temperatures of rhenium-carbon, platinum-carbon and cobalt-carbon eutectic alloys" Metrologia 54 390-398 (2017). doi.org/10.1088/1681-7575/aa6eeb
2. E. R.Woolliams, K. Anhalt, M. Ballico, P. Bloembergen, F. Bourson, S. Briaudeau, J. Campos, M. G. Cox, D. del Campo, W. Dong, M. R. Dury, V. Gavrilov, I. Grigoryeva, M. L. Hernanz, F. Jahan, B. Khlevnoy, V. Khromchenko, D. H. Lowe, X. Lu, G. Machin, J. M. Mantilla, M. J. Martin, H. C. McEvoy, B. Rougié, M. Sadli, S. G. R. Salim, N. Sasajima, D. R. Taubert, A. D. W. Todd, R. Van den Bossche, E. van der Ham, T. Wang, A. Whittam, B. Wilthan, D. J. Woods, J. T. Woodward, Y. Yamada, Y. Yamaguchi, H. W. Yoon and Z. Yuan "Thermodynamic temperature assignment to the point of inflection of the melting curve of high temperature fixed points" Phil. Trans. R. Soc. A374 20150044 (2016). DOI.org/10.1098/rsta.2015.0044
3. M. Sadli, G. Machin, K. Anhalt, F. Bourson, S. Briaudeau, D. del Campo, A. Diril, O. Kozlova, D. H. Lowe, J. M. Mantilla Amor, M. J. Martin, H. C. Mc Evoy, M. Ojanen-Saloranta, Ö. Pehlivan, B. Rougié, and S. G. R. Salim "Dissemination of thermodynamic temperature above the freezing point of silver" Phil. Trans. R.Soc. A 374 20150043 (2016). DOI: 10.1098/rsta.2015.0043
4. S. Salim, S. Briaudeau, F. Bourson, B. Rougié, D. Truong, O. Kozlova, J.-M. Coutin and M. Sadli "A reference radiance-meter system forthermodynamic temperature measurements" Metrologia 53 945–955 (2016). DOI:10.1088/0026-1394/53/3/945
5. F. Bourson, S. Briaudeau, O. Koslova, B. Rougié, M. Sadli and S.R. Salim "Characterisation of the spectroradiometer used at LNE-Cnam for thermodynamic temperature measurements" en cours d'écriture pour Metrologia.
6. G. Machin, K. Anhalt, M. Battuello, F. Bourson, P. Dekker, A. Diril, F. Edler, C.J. Elliott, F. Girard, A. Greenen, L. Kňazovická, D. Lowe, P. Pavlásek , J.V. Pearce, M. Sadli, R. Strnad, M. Seifert and E.M. Vuelban, "The European project on high temperature measurement solutions in industry (HiTeMS) - A summary of achievements" Measurement 78 168-179 (2016)
7. A. Diril, F. Bourson, C. Parga and M. Sadli, "Construction and characterization of mini-ruthenium-carbon eutectic cells for industrial use". Int. J. Thermophys. 36 3355-3365 (2015). DOI 10.1007/s10765-015-1971-7
8. F. Bourson, M. Sadli, S Briaudeau et B. Rougié, "Développement et caractérisation du point fixe à haute température chrome-carbone". Revue Française de Métrologie. 39 35-42 (2015)

9. Kozlova O., Briaudeau S., Rongione L., Bourson F., Guimier S., Kosmalski S. et Sadli M. “Caractérisation d’un corps noir de transfert pour l’étalonnage de pyrometers jusqu’à 3 000 ◦C” Revue Française de Métrologie 36 29-37 (2015)
10. O. Kozlova, S. Briaudeau, L. Rongionne, F. Bourson, S. Guimier and S. Kosmalski, "Calibration of radiation thermometers up to 3000 °: Effective emissivity of the source". International Journal of Thermphysics. 36 1726-1742 (2015). DOI: 10.1007/s10765-015-1867-6
11. F. Bourson, M. Sadli, B. Rougié, S. Briaudeau and O. Kozlova, "Influence of the Opening of a Blackbody Cavity Measured at the Ag and Cu ITS-90 Fixed Points", International Journal of Thermphysics. 35 516-525 (2014)
12. J.V. Pearce, C.J. Elliott, D.H. Lowe, G. Failleau, T. Deuzé, F. Bourson, M. Sadli and G. Machin "Performance of Pt–C, Cr7C3–Cr3C2, Cr3C2–C, and Ru–C Fixed Points for Thermocouple Calibrations Above 1600 ◦C" Int. J. of Thermophys. 35 547–559 (2014)
13. M. Sadli, F. Bourson, A. Diril, C. Journeau, D. Lowe and C. Parga, "Construction and in-situ characterisation of high-temperature fixed point cells devoted to industrial applications". European Physical Journal. EPJ Web of conferences 77 0018 (2014)
14. Bourson F., Briaudeau S., Rougié B. and Sadli M. "Determination of the furnace effect of two high-temperature furnaces on metal-carbon eutectic points”, Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry, AIP Conf. Proc. 8 380-385 (2013)
15. H.C. McEvoy, M. Sadli, F. Bourson, S. Briaudeau and B. Rougié "A comparison of the NPL and LNE-Cnam silver and copper fixed-point blackbody sources, and measurement of the silver/copper temperature interval" Metrologia 50 559–571(2013)
16. Failleau G., Deuze T., Bourson F., Briaudeau S. and Sadli M. "A New Technique for Direct Traceability Of Contact Thermometry Co-C Eutectic Cells To The ITS-90", Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry, AIP Conf. Proc. 8 352-357 (2013)
17. M.G.Ahmed, K. Ali, F. Bourson and M. Sadli "Comparison of the copper blackbody fixed-point cavities between NIS and LNE-Cnam", Meas. Sci. Technol. 24 095902 (2013)
18. Sadli M., Matveyev M., Bourson F., Fuksov V., Sild Y.A. and Pokhodun A. "Comparison of Pyrometric Co-C and Re-C Eutectic-Point Cells between VNIIM and LNE-Cnam", Int. J. Thermphys. 32 2657-2670 (2011)
19. Bourson F., Sadli M., Rougié B. and Briaudeau S. "Study and Comparison of Newly Developed ITS-90 silver- and Copper-Point" Cells, Int. J. Thermophys. 32 1602-1610 (2011)
20. Battuello M., Florio M., Sadli M. and Bourson F. "Investigations on Two Co–C Fixed-Point Cells Prepared at INRIM and LNE-Cnam", Int. J. Thermophys 32 1732–1743 (2011)
21. Sadli M., Pehlivan O., Bourson F., Diril A. and Ozcan K. "Collaboration between UME and LNE-INM on Co-C eutectic fixed point construction and characterization”, Int. J. Thermophys. 30, 36-46 (2009)
22. M. S. Matveyev, M. Sadli, Yu. A. Sild, A. I. Pokhodun and F. Bourson, "Experience of Construction and Study of Pt–C Eutectic in VNIIM and Cooperation with LNE-INM", Int J Thermophys 30 47–58 (2009)
23. Sadli M., Anhalt K., Bourson F., Schiller S. and Hartmann J. "Thermal effects in HTBB-3200pg furnace on metal-carbon eutectic point implementation”, Int. J. Thermophys. 30 69-76 (2009)

24. Bourson F., Fanjeaux M., Rougié B. et Sadli M. "Caractérisation et étalonnage d'un pyromètre de référence pour la mesure des hautes températures" Revue Française de Métrologie, 6 3-8 (2006)

Articles issus d'actes de conférence :

25. M. Sadli, K.Anhalt, F.Bourson, S. Briaudeau, D.Del Campo, A. Diril, D. Lowe, G. Machin, J. M. Mantilla Amor, M.J. Martin, H. Mc Evoy, M. Ojanen, Ö. Pehlivan, B. Rougié and S.G.R. Salim " Experimental assessment of methods of dissemination of the thermodynamic temperature at the highest temperatures" 17th International Congress of Metrology 2015 doi.org/10.1051/metrology/0150015001
26. D. Lowe, F. Bourson, C. Journeau, G. Machin, C. Parga and M. Sadli, "Correction for window transmission losses in radiation thermometry using high temperature fixed points". Congrès International de Métrologie, Paris 2013. 16th International Congress of Metrology, 15009 (2013)
27. M. Sadli, F. Bourson, S. Briaudeau, J.-M. Coutin, T. Deuzé, G. Failleau, S. Guimier, S. Kosmalski, O. Kozlova, C. Martin, S. Mokdad, L. Rongione, B. Rougié, A. Sadouni, D. Truong, V. Vidal et Y. Hermier "Amélioration des références et dissémination dans le domaine des hautes températures et de la pyrométrie optique au LNE-Cnam" 16ème Congrès International de Métrologie, Paris 2013– http://dx.doi.org/10.1051/metrology/201315009
28. C. Parga, F. Bourson, M. Sadli et C. Journeau "Cellules à points fixes de température pour la recherche appliqué" Congrès Français de Thermique, Gérardmer 28-31 mai 2013 – DOI http://lc.cx/qCr
29. Sadli M., Bourson F., Briaudeau S., Deuzé T., Failleau G., Agnandji E., Ojanen M. and Rougié B. "Review and prospects of the high temperature metrology activities at LNE-Cnam", 15ème congrès de métrologie (Paris 2011), comptes rendus électroniques + conférence affichée
30. Sadli M., Morice R., Bourson F., Briaudeau S., Deuzé T., Failleau G., Favreau J., Fleurence N. et Rougié B. "Nouvelles références à haute température à base d'alliages eutectiques métal-carbon", Congrès de la Société française de thermique, Le Touquet, France, 25-28 mai 2010
31. Bourson F., Briaudeau S., Rougié B. and Sadli M., "Developments around the Co-C eutectic point at LNE- INM/Cnam", Tempbeijing 2008, Pékin 20-23 octobre 2008. Acta Metrologica Sinica, 29 4A
32. Sadli M., Morice R., Bourson F., Favreau J.O., Rougié B., Deuzé T. et Briaudeau S. "Hautes températures : nouveaux points fixes pour une amélioration significative de l'exactitude", 14e Congrès international de métrologie, Paris, France, 22-25 juin 2009
33. Sadli M., Rougié B., Bourson F. et Briaudeau S. "Références et moyens de transfert en pyrométrie : état de l'art et nouvelles perspectives", proceedings électroniques, 2° Conférence internationale de métrologie - CAFMET 2008, Tunis, Tunisie, 22-24 avril 2008
34. Sadli M., Rougie B., Bourson F. et Briaudeau S. "Hautes températures : Nouveaux points fixes et température thermodynamique", comptes rendus électroniques, 13e Congrès international de métrologie, Lille, France, 18-21 juin 2007

35. M. Sadli, B. Rougié, S. Briaudeau, F. Bourson et M. Fanjeaux "Exactitude et traçabilité des hautes températures : améliorations et nouvelles réalisations" Actes du Congrès International de Métrologie, Lyon, Juin 2005
36. M. Sadli, F. Bourson, M. Fanjeaux, S. Briaudeau, B. Rougié, G. Bonnier “Study of metal-carbon eutectic points: from construction to temperature determination”. Tempmeko 2004 Cavtat Croatie. Proceedings Vol.1
37. M. Sadli, F. Bourson, M. Fanjeaux et G. Bonnier "Réalisation et caractérisation de points fixes à haute température à base d’eutectiques métal-carbone" Actes du Congrès International de Métrologie, Toulon, Octobre 2003
38. G. Machin, G.Beynon, F.Edler, S. Fourrez, J. Hartmann, P. Jimeno-largo, D. Lowe, R. Morice, M. Sadli, M. Villamanan, K. Anhalt, F. Bourson and E. Morel. “Progress with the development of high temperature fixed-points in the EU through the HIMERT project” Actes du Congrès International de Métrologie, Toulon, October 2003.
39. S. Briaudeau, B. Rougié, M. Fanjeaux, F. Bourson et G. Bonnier "Nouveau dispositif de mesure des hautes températures par voie purement radiométrique" Actes du Congrès International de Métrologie, Toulon, Octobre 2003.

Posters

40. F. Bourson et al. “Dissemination of thermodynamic temperature above the silver freezing point temperature” au workshop "Towards implementing the new kelvin" Kavli Royal Society Centre, Chicheley Hall Angleterre, 18-19 May 2015
41. M. Sadli, F. Bourson et al. "Improving references and dissemination in the field of high temperatures and radiation thermometry at LNE-Cnam". 16° Congrès International de Metrologie Paris 2013
42. M. Sadli, F. Bourson, S. Briaudeau, T. Deuzé, G. Failleau, E. Agnandji, M. Ojanen, B. Rougié, "Review and prospects of the high temperature metrology activities at LNE-CNAM". 15° Congrès International de Metrologie Paris 2011

Communications orales en conférences

43. S. Briaudeau, O. Kozlova, A. Sadouni, D. Truong, F. Bourson, S.G.R. Salim and M. Sadli "Metrological validation of a new tuneable visible radiation thermometer" presented at the 13th Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, TEMPMEKO 2016, 26 June – 1st July, Zakopane, Pologne
44. F. Bourson, M. Sadli, S. Briaudeau, O. Kozlova and B. Rougié "A Review of the Development of HTFP Cells at LNE-Cnam over the last 15 Years" presented at the 13th Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, TEMPMEKO 2016, 26 June – 1st July, Zakopane, Pologne
45. O. Kozlova, S. Briaudeau, D. Truong, V. Vidal, A. Sadouni, F. Bourson and M. Sadli "Portable and wavelength tuneable near infrared radiation thermometer", presented at the 13th Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, TEMPMEKO 2016, 26 June – 1st July, Zakopane, Pologne

46. M. J. Martin, F. Bourson, C. García-Izquierdo and M. Sadli "A Comparison of the Melting Temperatures of Two High-Temperature Fixed Point Cells between LNE-Cnam and CEM" presented at the 13th Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, TEMPMEKO 2016, 26 June – 1st July, Zakopane, Pologne
47. Y. Yamada, M. Battuello, F. Girard, M. Sadli, F. Bourson, D. Lowe, T. Wang, W. Dong, E. Woolliams and G. Machin "Stability of High-Temperature Fixed Point Cells During Thermodynamic Temperature Determination" presented at the 13th Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, TEMPMEKO 2016, 26 June – 1st July, Zakopane, Pologne
48. M. Sadli, F. Bourson, S. Briaudeau, S.G.R. Salim, O. Kozlova, D. Truong, A. Sadouni and B. Rougié "Determination of T-T90 on a Set of High-Temperature Fixed Points at LNE-Cnam" presented at the 13th Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, TEMPMEKO 2016, 26 June – 1st July, Zakopane, Pologne
49. S. Briaudeau, F. Bourson, S.G.R. Salim, O. Kozlova, D. Truong, A. Sadouni, B. Rougié and M. Sadli "Measurement of the Thermodynamic Melting Temperatures of High-Temperature Fixed Points at LNE-Cnam" presented at the 13th Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, TEMPMEKO 2016, 26 June – 1st July, Zakopane, Pologne
50. H C McEvoy, G Machin, D Lowe, A Whittam, M Sadli, F Bourson, L Xiaofeng, M J Martin, C E Gibson, H W Yoon, V B Khromchenko, A Todd, D Woods, Y Yamada, Y Yamaguchi, M S Matveyev, D Taubert and K Anhalt, YS Yoo "Update on Progress with The Radiation Thermometry Key Comparison CCT-K10" presented at the 13th Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, TEMPMEKO 2016, 26 June – 1st July, Zakopane, Pologne
51. M. Sadli, B. Khlevnoy, F. Bourson, I. Grigoryeva, S. Briaudeau, O. Kozlova, V. Gavrilov, D. Otryaskin and B. Rougié "Comparison and Melting Temperature Determination of WC-C Cells Developed at VNIIOFI and LNE-Cnam" presented at the 13th Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, TEMPMEKO 2016, 26 June – 1st July, Zakopane, Pologne
52. M. Sadli, F. Bourson, G. Failleau, T. Deuzé, C. Journeau, C. Parga, D. Lowe, A. Diril "Nouvelles références pour la traçabilité in-situ des mesures à haute température jusqu'à 2500 °C" Séminaire "Matériaux et Fluides à Haute Température du Groupe Hautes Températures" de la Société Française de Thermique, Paris septembre 2016
53. Bourson F., Briaudeau S., Rougié B. and Sadli M. "Determination of the furnace effect of two high-temperature furnaces on metal-carbon eutectic points", 9th International Temperature Symposium, 17th-23rd, Anaheim, CA (USA) March 2012
54. M. Sadli, T. Bellin-Croyat, F. Bourson, T. Deuzé, A. Diril, G. Failleau, C. Journeau, D. Lowe, S.A. Mokdad, M. Monteiro, C. Parga and N. Richard "High-temperature fixed points for in-situ industrial applications" Workshop HiTeMS, Congrès International de Métrologie, Paris 9 octobre 2013
55. F. Bourson, M. Sadli, S. Briaudeau, B. Rougié and O. Kozlova "Influence of the opening of a blackbody cavity measured at the Ag and Cu ITS-90 fixed points" presented at 12th Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, TEMPMEKO 2013, 14-18, Funchal, Madère, Portugal octobre 2013

56. J.V. Pearce, C.J. Elliott, G. Failleau, T. Deuzé, F. Bourson, M. Sadli, and G. Machin "Performance of Pt-C, Cr-C, and Ru-C fixed points for refractometry thermocouple calibrations" presented at 12th Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, TEMPMEKO 2013, 14-18 octobre 2013, Funchal, Madère, Portugal
57. M. Sadli, T. Bellin-Croyat, F. Bourson, T. Deuzé, A. Diril, G. Failleau, C. Journeau, D. Lowe, S. Mokdad, C. Parga and N. Richard "High-temperature fixed points for industrial applications" presented at 12th Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, TEMPMEKO 2013, 14-18 octobre 2013, Funchal, Madère, Portugal
58. M. Sadli, K. Anhalt, F. Bourson, I. Grigoryeva, B. Khlevnoy, D. Lowe, G. Machin, T. Wang and Y. Yamada "Assement of the long-term stability of high temperature fixed point cells" presented at 12th Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, TEMPMEKO 2013, 14-18 octobre 2013, Funchal, Madère, Portugal
59. O. Kozlova, S. Briaudeau, L. Rongione, S. Guimier, S. Kosmalski, F. Bourson and M. Sadli "Calibration of radiation thermometers up to 3000 °C: effective emissivity of the source" presented at 12th Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, TEMPMEKO 2013, 14-18 octobre 2013, Funchal, Madère, Portugal
60. S. Briaudeau, M. Ojanen, F. Bourson, M.Sadli and B. Rougié "Thermodynamic temperature of the copper fixed point : experimental validation of the uncertainty budget" presented at 12th Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science, TEMPMEKO 2013, 14-18 Octobre 2013, Funchal, Madère, Portugal
61. Failleau G., Deuzé T., Bourson F., Briaudeau S. and Sadli M. "A new technique for direct traceability of contact thermometry Co-C eutectic cells to the ITS-90" 9th International Temperature Symposium, 17th-23rd March 2012, Anaheim, CA (USA)
62. Matveyev M., Sadli M., Sild Y. A., Bourson F. and Fuksov V. "High temperature fixed point and scale realisation comparisons between VNIIM and LNE-Cnam: report on six years of collaboration" Fourth All-Russian Conference on Thermometry Problems Temperature 2011, 19-21 April, Saint-Petersbourg, Russian Federation (2011).
63. Battuello M., Florio M., Sadli M. and Bourson F. "Study of two Co-C fixed-point cells prepared at INRIM and LNE-CNAM", Tempmeko & ISHM 2010, Portorož, Slovénie, 31 mai - 4 juin2010
64. Sadli M., Bourson F., Rougié B. and Briaudeau S. "Construction and evaluation of a set of Co-C and Re-C eutectic cells", Tempmeko & ISHM 2010, Portorož, Slovénie, 31 mai - 4juin 2010
65. Sadli M., Matveyev M., Bourson F., Fuksov V., Sild Y.A. and Pokhodun A.I. "Co-C and Re-C eutectic point cells comparison between LNE-INM and VNIIM", Tempmeko & ISHM 2010, Portorož, Slovénie, 31 mai - 4 juin 2010
66. Bourson F., Sadli M., Rougié B. and Briaudeau S. "Investigation of ITS-90 silver and copper point blackbodies", Tempmeko & ISHM 2010, Portorož, Slovénie, 31 mai - 4 juin2010
67. Briaudeau S., Sadli M., Bourson F. and Rougié B. "Primary radiometry for the mise–en-pratique: the laser-based radiancemethod applied to a pyrometer" Tempmeko & ISHM 2010, Portorož, Slovénie, 31 mai - 4 juin 2010

68. Matveyev M.S., Sadli M., Sild Yu A., Pokhodun A.I. and Bourson F. "Experience of construction and study of Pt-C eutectic in VNIIM and cooperation with LNE-INM" 10th International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science (Tempmeko-2007), Lake Louise, Canada, 21-25 mai 2007
69. Sadli M., Anhalt K., Bourson F., Schiller S. and Hartmann J. "Thermal effects in HTBB-3200pg furnace on metal- carbon eutectic point implementation" 10th International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science (Tempmeko-2007), Lake Louise, Canada, 21-25 mai 2007
70. Sadli M., Pehlivan O., Bourson F., Diril A. and Ozcan K. "Collaboration on Co-C eutectic fixed point construction and characterisation between UME and LNE-INM/Cnam" 10th International Symposium on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science (Tempmeko-2007), Lake Louise, Canada, 21-25 mai 2007
71. Sadli M., Rougie B., Bourson F. et Briaudeau S. "Hautes températures : Nouveaux points fixes et température thermodynamique" 13e Congrès international de métrologie, Lille, France, 18-21 juin 2007

Lexique

BIPM : Bureau International des Poids et Mesures

BNM : Bureau National de Métrologie

CERN : Organisation européenne pour la recherche nucléaire

CCT : Comite Consultatif de Température

CCT-WG5 : Groupe de travail du CCT dédié à la thermométrie sans contact (ex CCT-NCTh)

CCT-NCTh : Groupe de travail du CCT dédié à thermométrie sans contact (Non Contact Thermometry)

CEA : Commissariat à l'Energie Atomique

CGPM : Conférence Générale des Poids et Mesures

CIPM : Comité International des Poids et Mesures

CNAM : Conservatoire National des Arts et Métiers

CODATA : International Council for Science : Committee on Data for Science and Technology

COFRAC : Comité Français d'Accréditation

EIT-90 : Echelle Internationale de Température de 1990

EMPIR : European Metrology Programme for Innovation and Research

EMRP : European Metrology Research Program

ENSAM : Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

EURAMET : European Association of National Metrology Institutes

HTFP : High Temperature Fixed Point (voir PFHT)

INM : Institut National de Métrologie

InK : Implementing the New Kelvin

InK-2 : Implementing the New Kelvin (suite du JRP InK)

OOB : Out Of Band

JRP : Joint Research Project

LNM : Laboratoire National de Métrologie

PFHT : Point Fixe à Haute Température (voir HTFP)

SI : Sytème international d'unités

SSE : Size of Source Effect (effet de taille de source)

VAE : Validation des Acquis de l'Expérience

WP : Workpackage (module de travail)

Laboratoires nationaux de métrologie et laboratoires associés :

CEM : Centro Español de Metrología (Espagne)

INRiM : Istituto Nazionale di Ricerca Metrologica (Italie)

KRISS : Korea Research Institute of Standards and Science (Corée du sud)

LNE : Laboratoire National de Métrologie et d'Essais (France)

NIM : National Institute of Metrology (Chine)

NIST : National Institute of Standard and Technologies (Etats Unis)

NMIA : National *Measurement* Institute, *Australia (Australie)*

NMIJ : National Metrology Institute of Japan (Japon)

NPL : National Physical Laboratory (Angleterre)

NRC : National Research Council Canada (Canada)

OMH : Országos Mérésügyi Hivatal (Hongrie)

PTB : Physikalische Tekhnische Bundesanhalt (Allemagne)

Tubitak UME : Ulusal Metroloji Enstitüsü (Turquie)

VNIIM : D.I. Mendeleyev Institute for Metrology (Russie)

VNIIOFI : The All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements Federal State Unitary Enterprise (Russie)

Introduction

Le kelvin, unité de température thermodynamique a été défini en 1948 par la fraction 1/273,16 de la température thermodynamique du point triple de l'eau [1]. Il fut adopté lors de la dixième conférence générale des poids et mesures (CGPM) en 1954 [2]. La continuité avec les précédentes échelles de température, notamment le degré Celsius, est assurée par la différence de température thermodynamique dont le symbole est T à celle du point de congélation de l'eau à la température T_0 = 273,15 °C par la relation :

$$t = T - T_0 \tag{4.1}$$

où t est la température exprimée en degrés Celsius. Il résulte de cette définition l'équivalence des deux unités, le kelvin, de symbole K, et le degré Celsius, de symbole °C, liés par la relation suivante :

$$t/°C = T/K - 273{,}15 \tag{4.2}$$

La pyrométrie optique repose sur la loi de Planck qui lie la température thermodynamique à la densité spectrale de luminance émise par un corps noir. Elle couvre un domaine de température qui s'étend généralement de 0 °C à 3500 °C :

$$L_\lambda^\circ(\lambda, T) = \frac{2hc^2}{\lambda^5} \frac{1}{e^{hc/\lambda kT} - 1} \tag{4.3}$$

- $L_\lambda^\circ(\lambda, T)$ est la densité spectrale de luminance du corps noir exprimée en $\mathrm{W.sr^{-1}.m^{-3}}$
- $h = 6.626\,070\,040\,(81)\,10^{-34}\ \mathrm{J.s}$ est la constante de Planck
- $\lambda = \lambda_0/n$ où λ_0 est la longueur d'onde dans le vide du rayonnement émis par le corps noir, exprimé en mètre et n, l'indice de réfraction du milieu dans laquelle l'onde se propage
- $c = c_0/n$ où $c_0 = 299\,792\,458\ \mathrm{m.s^{-1}}$ est la vitesse de la lumière dans le vide
- $k = 1{,}380\,648\,52(79).10^{-23}\ \mathrm{J.K^{-1}}$
- T est la température thermodynamique du corps noir exprimée en K

Les valeurs numériques des constantes fondamentales h, c_0 et k sont issues du CODATA 2014. En définissant les constantes $c_1 = 2\pi hc_0^2$ et $c_2 = hc_0/k$, la loi de Planck est couramment exprimée sous la forme :

$$L_\lambda^\circ(\lambda, T) = \frac{c_1 n^3}{\pi {\lambda_0}^5} \frac{1}{e^{c_2 n^2/\lambda_0 T} - 1} \tag{4.4}$$

La mesure de la densité spectrale de luminance d'un corps noir à une longueur d'onde donnée est suffisante pour déduire sa température thermodynamique, en remarquant que les incertitudes relatives u_{c_1}/c_1 et u_{c_2}/c_2 sont négligeables par rapport à $u_{L_\lambda^0(\lambda,T)}/\ L_\lambda^0(\lambda, T)$. Exprimée en

$W.sr^{-1}.m^{-3}$, elle correspond donc à une luminance ($W.sr^{-1}.m^{-2}$) mesurée à une longueur d'onde donnée (m^{-1}). La mesure de la température thermodynamique implique donc de définir ces grandeurs de manière absolue. Dans la pratique, la densité spectrale de luminance est mesurée avec un pyromètre qui définit une étendue géométrique et un domaine spectral de mesure qui, bien qu'étroit, n'est pas infiniment fin. La mesure de T nécessite donc une caractérisation complète et au meilleur niveau des domaines spatial et spectral de l'instrument. Autrement dit, elle implique de mesurer de manière absolue l'étendue géométrique dans lequel le flux lumineux se propage, ainsi que la sensibilité spectrale du pyromètre. Une telle mesure ne peut être mise en œuvre que par certains laboratoires nationaux de métrologie disposant des moyens importants [3] [4] [5].

L'échelle internationale de température (EIT-90) propose aux laboratoires nationaux de métrologie une alternative à la mesure de la température thermodynamique. Elle permet de définir une température T_{90} par comparaison à un point fixe dont la température a été fixée et définie comme une bonne approximation de la température thermodynamique. L'EIT-90 couvre un domaine de température qui s'étend entre 0,65 K et la température la plus élevée qu'il soit possible de mesurer par des moyen radiométriques [6]. Elle est complétée entre 0,9 mK et 1 K par l'échelle provisoire des basses températures qui fut adoptée par le CIPM en octobre 2000 [7]. L'EIT-90 compte 17 points fixes répartis depuis le point triple de l'hydrogène en équilibre à 13,8033 K jusqu'au point de congélation du cuivre à 1357,77 K.

La partie haute de l'EIT-90 repose sur des mesures pyrométriques. Sur ce domaine, qui couvre généralement des températures comprises entre 1000 °C et 3000 °C, la température T_{90} est définit par extrapolation, par le rapport des lois de Planck, l'une exprimée à la température à mesurer, l'autre, à celle d'un point fixe de l'EIT-90 de température connue. L'extrapolation est réalisée par un pyromètre : "Au-dessus du point de congélation de l'argent, la température T_{90} est définie par la relation :

$$\frac{L_\lambda\,(T_{90})}{L_\lambda\,(T_{90}\,(X))} = \frac{\exp[c_2\,(\lambda\,T_{90}\,(X))^{-1}] - 1}{\exp[c_2\,(\lambda\,T_{90})^{-1}] - 1} \tag{4.5}$$

$T_{90}\,(X)$ est la température du point de congélation de l'argent [$T_{90}\,(\mathrm{Ag})$ = 1234,93 K], ou de l'or [$T_{90}\,(\mathrm{Au})$ = 1337,33 K] ou encore du cuivre [$T_{90}\,(\mathrm{Cu})$ = 1357,77 K]; $L_\lambda\,(T_{90})$ et $L_\lambda\,(T_{90}\,(X))$ sont les densités spectrales de luminances énergétiques à la longueur d'onde (dans le vide) λ, à T_{90} et à $T_{90}\,(X)$ respectivement.
Similairement aux mesures de températures thermodynamiques, les mesures dans l'EIT-90 sont définies par le rapport des lois de Planck exprimées à deux températures différentes. Leurs déterminations sont donc indépendantes des conditions géométriques de visée pourvu que celles-ci restent stables durant les mesures de $L_\lambda\,(T_{90})$ et $L_\lambda\,(T_{90}\,(X))$. Le rapport des lois de

Planck autorise également de ne définir la sensibilité spectrale de l'instrument qu'à une constante multiplicative près. Cette condition, définie pour une largeur spectrale infiniment fine, reste valable pour peu que la sensibilité spectrale de l'instrument soit suffisamment étroite pour rendre le rapport des lois de Planck indépendant de la longueur d'onde. Dans le domaine visible, pour des mesures de températures comprises entre 1000 °C et 3000 °C, la largeur spectrale des instruments de laboratoire est de l'ordre de 10 nm à 30 nm. Les mesures de température dans l'EIT-90 ne nécessitent donc qu'une caractérisation relative de la sensibilité spectrale de l'instrument, contrairement aux mesures de températures thermodynamiques qui en requièrent une caractérisation absolue de la sensibilité spectrale et de l'étendue géométrique [8].

L'extrapolation depuis l'un des trois plus hauts points fixes de l'EIT-90 génère une incertitude qui croît avec le carré du rapport des températures $[T_{90}/T_{90}(X)]^2$. Cette d'incertitude dépend non seulement de la réalisation du point fixe, mais également de la mesure de la sensibilité spectrale relative de l'instrument. Aux températures supérieures à 2000 °C, l'incertitude d'extrapolation devient prépondérante devant les autres composantes ; elle peut atteindre plusieurs degrés Celsius à 2500 °C.

En 1996, une recommandation du groupe de travail n°5 du comité consultatif de thermométrie (CCT-WG5 devenu CCT-NCTh) encourage les laboratoires nationaux de métrologie à développer de nouveaux points fixes aux plus hautes températures [9]. L'objectif de cette recommandation est de pallier le manque de points fixes entre 1000 °C et 3000 °C en vue de faciliter la mise en pratique du kelvin aux plus hautes températures en permettant de réduire l'incertitude d'extrapolation [10]. Depuis cette date, de nombreux projets internationaux relatifs au développement de points fixes à haute température ont été lancés. L'équipe de pyrométrie du Laboratoire Commun de Métrologie (LCM) s'est pleinement engagée dans la plupart de ces projets et a contribué à positionner le LCM parmi les laboratoires nationaux de métrologie (LNM) les plus reconnus dans le domaine. Ce document présente une synthèse des recherches portant sur les points fixes à haute température PFHT dans l'équipe de pyrométrie du LCM au cours des quinze dernières années. Il est constitué de trois principaux chapitres, numérotés 6, 7 et 8.

Le chapitre 6, "Développement et caractérisation des nouveaux points fixes de température" concerne les sources de température. Il regroupe les études portant sur les points fixes de l'EIT-90 ainsi que celles liées aux PFHT du LCM. Leur conception, leur fabrication, leur mise en œuvre ainsi que le cheminement qui a permis de rendre ces points fixes reproductibles sont décrits. Parmi les sept évolutions des creusets qui permettent au LCM de construire aujourd'hui des cellules pérennes et stables, deux améliorations décisives ont été suivies au niveau international. La première concerne les cellules dites "hybrides" développées au LCM en 2007.

Ce dessin est aujourd'hui repris par la quasi-totalité des laboratoires nationaux de métrologie. La seconde concerne une méthode de remplissage par piston qui permet de limiter la contamination de la cellule lors de sa fabrication tout en réduisant considérablement le nombre d'étapes de remplissage Cette méthode a été également reprise par plusieurs laboratoires nationaux de métrologie (NPL, PTB, VNIIOFI, VNIIM, CEM …).

Le chapitre 7, "Mesure des températures des points fixes à haute température dans l'EIT-90" décrit les instruments nécessaires à la réalisation de l'EIT-90 au-delà du point de congélation de l'argent. Le principe de fonctionnement du comparateur de luminances, dispositif central pour la réalisation de l'EIT-90 est présenté. Sa caractérisation et son amélioration au plus haut niveau d'exactitude ont été l'un des principaux axes de recherche, avec pour objectif, une mesure de la température thermodynamique avec une incertitude cible de 0.1 °C au point du cuivre. Ce travail de fond a consisté à réduire l'incertitude de linéarité, d'effet de taille de source, de lumière hors bande et de sensibilité spectrale à un niveau comparable à la reproductibilité des points fixes. D'une manière générale, le niveau d'incertitude global du comparateur de luminances est passé de quelques 10^{-3} à quelques 10^{-4} en une dizaine d'années.

Le chapitre 8, "Mesure de la température thermodynamique des points fixes de Cu, Co-C, Pt-C et Re-C" décrit le principe de mesure de la température thermodynamique par voie radiométrique. Le luminancemètre, élément central du dispositif nécessaire à la caractérisation absolue du comparateur de luminances est introduit. Son principe de fonctionnement et les différents éléments qui le composent sont décrits. Un bilan exhaustif d'identification des biais et incertitudes portant sur les mesures "définitives" des températures thermodynamiques établies dans le cadre du WP1 du JRP InK est présenté.

Ces recherches ont été encadrées par divers projets européens (JRP notamment) ou collaboration entre laboratoires nationaux de métrologie, ou encore par le groupe de travail NCTh (non contact thermometry) du comité consultatif de thermométrie du BIPM. Au niveau du LCM, le pilotage des projets a été assuré par M. Sadli, représentant français du CCT-NCTh et responsable des activités de recherche en pyrométrie et thermométrie de contact. Dans ce contexte d'organisation des programmes de recherche au niveau des LNM, ma contribution a consisté à participer aux rendez-vous internationaux à titre consultatif et décisionnel, tels que les réunions d'organisation des projets, réunions des JRP, ou encore collaborations entre LNM. Au niveau de la métrologie française, j'ai piloté de 2011 à 2015, un projet intitulé "Nouvelle génération de points fixes à haute température pour la pyrométrie jusqu'à 3 000 K". L'objectif de ce projet a été de répondre aux besoins du transfert et des applications industrielles en réalisant la mise en pratique du kelvin par des PFHT de températures thermodynamiques connues. Les ressources humaines et matérielles accordées ont été de 7,7 équivalent temps plein pour 115 k€ financés, en partie par les JRP InK et HiTeMS. Je pilote aujourd'hui un second

projet intitulé "Optimisation des points fixes à haute température pour la mise en pratique du kelvin". Ce projet a été retenu et financé pour un montant de 74 k€ sur 3 ans.

J'ai eu toute latitude pour piloter l'activité expérimentale autour des PFHT et de l'instrumentation qui leur est liée, hormis celle de la mesure de la température thermodynamique qui émane d'un travail collectif. J'ai été à l'initiative de la fabrication et de l'évolution des PFHT, en particulier celles des structures hybrides et de la méthode de remplissage par piston. J'ai adapté celle-ci aux techniques de fabrication des points fixes de l'EIT-90 qui profitent dorénavant recherches provenant des PFHT. J'ai calculé l'émissivité des cavités corps noirs par modélisation et confronté ces résultats à une méthode expérimentale que j'ai développée, qui permet de modifier l'ouverture des cavités corps noir lors de la fusion ou de la congélation des points fixes de l'EIT-90. Parallèlement aux points fixes, j'ai amélioré les conditions thermiques des fours à haute températures et ceux de l'EIT-90 en vue d'atteindre des conditions quasi-adiabatiques pour la mise en œuvre des cellules (maitrise des profils, réduction des effets de four, contrôle des rampes …). J'ai pour cela redessiné entièrement certains dispositifs.

Pour la partie expérimentale qui concerne les instruments, j'ai réalisé un travail de fond sur le comparateur de luminances (1500 h à 2000 h) en modifiant la géométrie du monochromateur (fonction d'appareil), en améliorant l'effet de taille de source par l'isolation complète de l'instrument et par la mise en place d'une pupille de Lyot (pupille placée dans une zone où le faisceau est collimaté), en caractérisant sa linéarité avec une exactitude de quelques 10^{-5} à l'aide d'une cavité corps noir stabilisée à quelques millikelvins, en caractérisant la lumière hors bande à l'aide d'un filtre notch, ou encore en améliorant sa stabilité sur le long terme en intervenant sur la détection et l'amplification (sensibilité spatiale du détecteur, boucles de masse, lumière parasite ...). Mon collègue S. Briaudeau a été à l'origine de plusieurs idées novatrices, entre autres, la caractérisation de la lumière hors bande par le filtre notch et l'installation de la pupille de Lyot pour la réduction de l'effet de taille de source. J'ai également caractérisé métrologiquement, sans les modifier, d'autres instruments tels que le pyromètre LP3 en sensibilité spectrale, SSE et linéarité.

La mesure de la température thermodynamique des PFHT décrite dans le chapitre 8 émane d'un travail collectif de l'équipe de pyrométrie. Elle a été encadrée scientifiquement par S. Briaudeau qui a piloté la partie expérimentale relative au développement et à la caractérisation du luminancemètre ainsi que celle relative à la mesure de la sensibilité spectrale absolue du comparateur de luminances. Pour ma part, j'ai pris en charge la caractérisation du comparateur de luminances et la partie relative aux sources corps noir (PFHT et PF de l'EIT-90). La caractérisation du luminancemètre et le réglage de la boucle d'asservissement du flux dans la sphère ont été réalisés principalement par S. Salem, post doctorant. La construction mécanique supportant les diaphragmes, la source et le détecteur a été conçue par D. Truong, mécanicien.

Ma contribution pour le luminancemètre a été de mettre en évidence l'instabilité du précédent instrument et d'orienter vers la construction d'un nouvel instrument basé sur une mécanique plus robuste. Après concertation commune sur l'instrumentation, notamment pour le choix des platines de déplacement et le montage final du luminancemètre, j'ai monté l'instrument dans sa version définitive et vérifié certaines étapes après qu'il ait été caractérisé (alignement, stabilité, homogénéité spatiale de la sphère, mesure du flux diffusé …). L'analyse des résultats a été un travail collectif discuté entre S. Briaudeau, M. Sadli et moi-même. J'ai ensuite été pleinement impliqué dans la rédaction du bilan d'incertitudes et des corrections et dans la diffusion des résultats.

1. Contexte

La température thermodynamique notée T est une grandeur intensive[1]. Les lois physiques qui la lient à des grandeurs mesurables sont donc très différentes selon les domaines de température. La mesure de T nécessite une caractérisation absolue de l'ensemble de ces grandeurs. Elle est donc complexe et ne peut être mise en œuvre que par certains laboratoires nationaux de métrologie mettant en œuvre des moyens importants.

A la fin du 19ème siècle et au cours du 20 ème siècle, le BIPM a fédéré le lien entre les différentes réalisations de thermomètres et des transitions de phase de corps purs choisis pour leur reproductibilité. Ces recherches ont permis de définir un socle pour une échelle de température simple à mettre en œuvre. La 7° CGPM adopte en 1927 la première Echelle Internationale de Température l'EIT-27 qui fut révisée en 1948, 1968 et 1990, cette dernière version étant toujours en vigueur. Au cours du siècle dernier, les évolutions successives de l'EIT ont été motivées par le fait d'attribuer aux points fixes, des températures les plus proches possible de leur température thermodynamique de changement de phase [5] [11].

La figure 1.1 montre les écarts $T - T_{90}$ qui subsistent entre les températures thermodynamiques T des points fixes de l'EIT-90 et leurs températures T_{90} données dans l'EIT-90 [12].

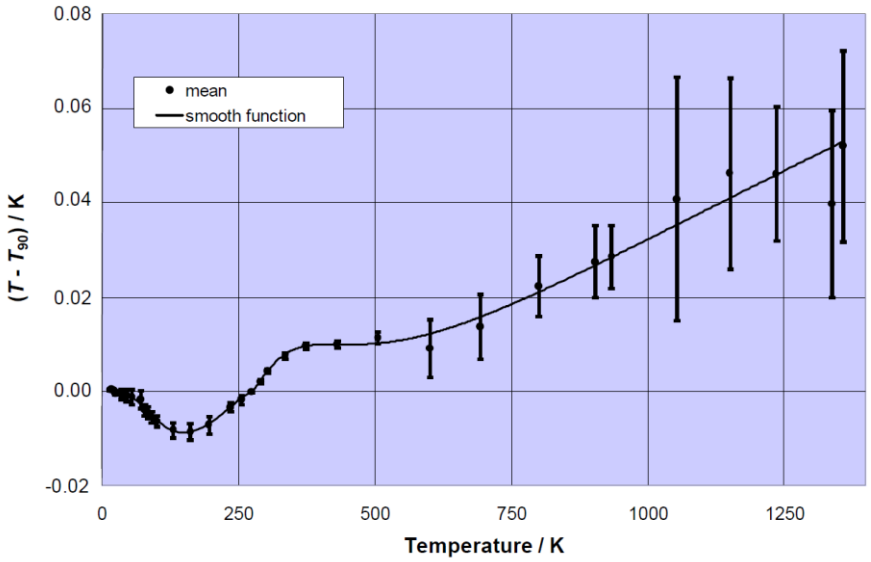


Figure 1.1 : Ecarts entre la température thermodynamique des points fixes de l'EIT-90 et la température donnée dans l'EIT-90 [12]. Les barres d'erreur représentent l'incertitude de mesure à k = 1.

[1] Non proportionnelle à la quantité de matière

Les mesures de plus en plus justes des températures thermodynamiques des points fixes de l'EIT-90 permettent d'identifier les écarts $T - T_{90}$ et donc de définir une échelle plus juste et plus proche de la température thermodynamique.

Du fait de sa nature intensive, la mise en pratique de la définition du kelvin en utilisant un thermomètre primaire (ou absolu) couvrant une large gamme de température n'est pas communément réalisable [6]. La température thermodynamique peut-être mesurée au moyen de différents thermomètres primaires tels que le thermomètre à gaz [13], le thermomètre à bruit de Johnson [14], le thermomètre acoustique [15] [16], le thermomètre diélectrique [17] [18] ou encore le thermomètre Doppler [19] [20]. Ces thermomètres peuvent couvrir une gamme de température comprise entre 0 K et 1000 K mais sont limités au-delà par les propriétés mécaniques des matériaux qui les composent (dilatation, stabilité …).

Les mesures de $T - T_{90}$ des trois plus hauts points fixes de la figure 5.1 (Ag, Au et Cu) montrent un écart significatif de l'ordre de 50 mK. Cet écart important génère une incertitude d'extrapolation au-dessus du point du cuivre et confirme la non-unicité de l'EIT-90. L'extension de l'EIT-90 par une série de points fixes allant du point de fusion du palladium à 1555 °C jusqu'à celui du tungstène à 3420 °C a été proposée à plusieurs reprises, mais le gain a été jugé insuffisant compte tenu de l'incertitude de réalisation de ces points fixes (10 °C au point de tungstène) cumulée à leur instabilité dans le temps [21] [22].

Les recherches consacrées aux points fixes à haute température (PFHT) ont été initiées par une recommandation du Comité Consultatif de Thermométrie, incitant les laboratoires nationaux de métrologie à développer des points fixes au-delà de 2000 °C avec une répétabilité de 0,1 °C [9] [23]. Au cours des quinze dernières années, divers projets internationaux ont été lancés pour répondre à cette recommandation. Le premier projet international (Euramet 550) portant sur cette thématique fut initié en 2000 par le LNE-Cnam [24]. De nombreux laboratoires nationaux de métrologie se sont alors impliqués dans le développement des PFHT à travers différents projets de recherche. Le projet européen Himert (novel HIgh-temperature Metal-carbon Eutectic points for Radiation Thermometry, Radiometry and Thermocouples) a suivi en 2002 avec la collaboration de sept partenaires européens : NPL, PTB, Université de Valladolid (Espagne), LNE, Land Instrument, Thermocoax et BNP-INM (actuel LCM), avec la participation du NMIJ [25]. Ce projet a consisté en l'étude, la fabrication et la caractérisation de points fixes sur un domaine de températures comprises entre 1150 °C et 2474 °C.

De 2005 à 2007, le LCM a intensifié ses collaborations, principalement avec le NMIJ, le NPL, le PTB et Tübitak UME [26]. Les thématiques de recherche concernèrent la fabrication et à la caractérisation des PFHT dans une gamme de température comprise entre 1000 °C et 2500 °C [27]. Les projets ont porté en grande partie sur l'amélioration des techniques de fabrication des

points fixes [28] [29] ainsi que sur les conditions thermiques de réalisation [30] [31] [32]. Les études qui ont suivi ont principalement été consacrées à la robustesse et la pérennité des PFHT [33] [34]. De 2008 à 2012 le projet "points fixes à haute température" du CCT-WG5 a réuni 12 laboratoires nationaux de métrologie : NPL, PTB, INRIM, NMIJ, NIST, VNIIOFI, VNIIM, KRISS, NIM, LCM, Tübitak UME et NMIA avec l'objectif de concevoir les meilleurs points fixes possibles en vue d'une mesure de leur température thermodynamique [35]. Ce projet a engagé dans le cadre du JRP InK, la contribution de neuf laboratoires nationaux de métrologie : CEM, LCM, NIM, NIST, NMIA, NMIJ, NRC, PTB et VNIIOFI dans une campagne de mesure de température thermodynamique des points fixes de Cu (1085 °C), Co-C (1324 °C), Pt-C (1738 °C), Re-C (2474 °C). Cette "extension" directe de l'EIT-90, par des points fixes dont la température thermodynamique est connue est une première depuis la création de l'EIT. Elle permet aux LNM de définir une température sur un domaine compris entre 1000 °C et 3000 °C sans avoir recours aux seuls points fixes de l'EIT, tout en limitant les domaines d'extrapolation.

Aujourd'hui, certains laboratoires nationaux de métrologie sont capables de mesurer *T* avec un niveau d'incertitude comparable à celui de l'EIT-90 [36] dont l'exactitude est limitée à la fois par la non unicité du point fixe de référence (Ag, Au ou Cu) et par l'extrapolation aux plus hautes températures [37]. Les LNM ont donc dorénavant la possibilité de disséminer *T* à partirde points fixes de référence tout en supprimant certaines étapes intermédiaires liées à la réalisation de l'EIT-90, telles que l'utilisation d'un pyromètre caractérisé et d'un four de transfert. Autrement dit, ces PFHT proposent une alternative à l'EIT-90, en offrant aux utilisateurs un accès direct à la température thermodynamique à partir d'un artéfact. Ces projets viennent donc préparer la future mise-en-pratique du kelvin à haute température, par la réalisation de références, mais également par la mise en place de moyen et de méthodes de dissémination de la température thermodynamique vers les utilisateurs autres que les LNM [38]. Il est attendu un réel gain en incertitude, en particulier pour les températures dépassant 1500 °C.

Le LCM a été fortement impliqué dans l'ensemble des projets consacrés aux PFHT et est reconnu par ses pairs comme l'un des laboratoires de référence dans le domaine. L'équipe de pyrométrie du laboratoire a été à l'origine des plans de conception, de la fabrication et de la caractérisation des premiers points fixes à structure hybride ainsi que des techniques de fabrication par la méthode du piston. Les techniques consensuelles relatives à la fabrication des PFHT dans les LNM ont donc été initiées par le LCM. Ces mêmes techniques sont dorénavant également utilisées pour la fabrication des points fixes de Ag, Au et Cu de l'EIT-90 par certains laboratoires nationaux de métrologie. Dans le cadre du WP2 du JRP InK consistant à réunir les meilleures cellules en vue d'une mesure de *T*, le LCM a été l'unique laboratoire à proposer des cellules pour chacun des quatre points fixes : Cu, Co-C, Pt-C et Re-C. La totalité des cellules proposées a été sélectionnée pour la constitution du lot de référence [39].

Lors de ce projet, plusieurs cellules réalisées au LCM ont été utilisées comme support de la température thermodynamique et ont montré l'efficacité des méthodes développées au LCM pour la réalisation de cellules de qualité métrologique éprouvée (robustesse, stabilité, répétabilité, forme des paliers).

Le chapitre qui suit traite du développement des points fixes de température. Il regroupe les études portant sur les points fixes à base de métaux purs, notamment ceux dédiés à la réalisation de l'EIT-90, ainsi que les PFHT à base d'alliages de métal et de carbone.

2. Développement et caractérisation des points fixes à haute température

2.1. Points fixes de l'EIT-90 au-delà du point d'argent

2.1.1. Fabrication des points fixes de l'EIT-90

L'enthalpie de fusion ou de congélation d'un corps pur produit une stabilisation de la température du corps à l'interface solide-liquide, sur toute la durée du processus de changement de phase. Les points fixes de l'EIT-90 reposent sur ce principe. Ils sont définis à partir de transitions de phase de corps purs qui peuvent être, soit des points triples, soit des points de fusion ou encore des points de congélation [6]. Ces transitions sont choisies comme références car elles sont reproductibles, donc indépendantes des conditions de mise en œuvre. Les corps purs utilisés pour la partie haute de l'EIT-90 sont fabriqués à partir d'un métal de haute pureté contenu dans un creuset en graphite. Ils sont mis en œuvre dans des fours portés à une température proche de celle du changement de phase du métal. Les paliers sont mesurés de manière continue par un pyromètre dont la réponse reste stable sur toute la durée du changement de phase (figure 2.1).

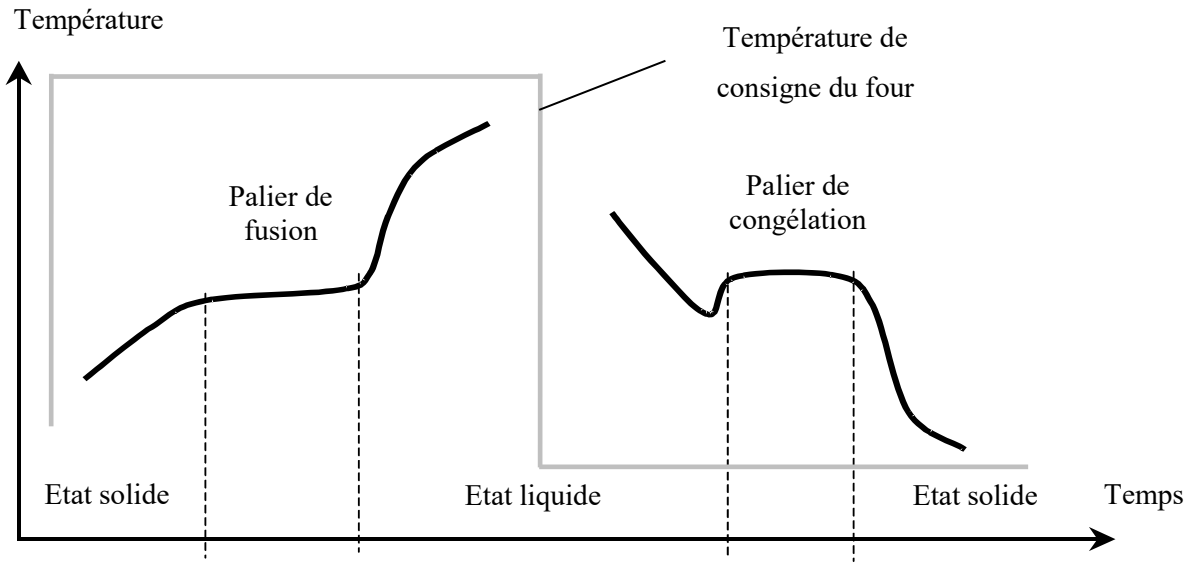


Figure 2.1 : Paliers de fusion et de congélation de métaux purs utilisés comme points fixes de l'EIT-90.

Les trois plus hauts points fixes de l'EIT-90 sont matérialisés par les points de congélation de l'argent de l'or ou du cuivre aux températures de fusion respectives T_{90} (Ag) = 961,78 °C, T_{90} (Au) = 1064,18 °C et T_{90} (Cu) = 1084,62 °C. Ces températures ont été mesurées et définies comme étant les plus proches des températures thermodynamiques dans les années 80. L'Ag, l'Au et le Cu sont chimiquement compatibles avec les creusets en graphite car aux températures proches de la fusion il n'y a pas de diffusion de l'un vers l'autre des composants. Aux températures plus élevées, l'agitation thermique accentue la diffusion du graphite dans le métal pour former un alliage inhomogène dont la composition peut varier dans le temps. Les conditions de reproductibilité des changements de phase ne sont alors plus observées. Ce phénomène limite le domaine d'utilisation des points fixes à base de métaux purs, et justifie l'absence de points fixe de l'EIT-90 au-delà du point du Cu. Le LCM dispose des points d'Ag et de Cu fabriqués à partir de creusets en graphite de formes cylindriques (70 mm x 32 mm) contenant un lingot de métal d'un volume d'environ 15 cm^3 (figure 2.2).

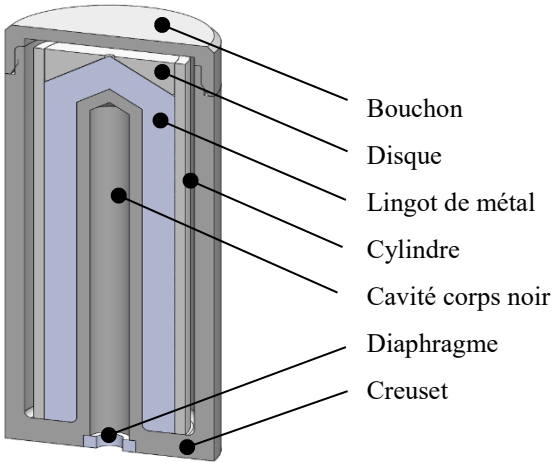


Figure 2.2 : Vue en coupe d'un point fixe de l'EIT-90 conçu au LCM. Les dimensions sont choisies de sorte que l'émissivité totale de la cavité se rapproche le plus possible de celle du corps noir.

Ce dernier est réparti uniformément autour d'une cavité cylindrique dont les dimensions ont été choisies pour que son émissivité totale ε_c se rapproche le plus de celle du corps noir (typiquement $0.9995 < \varepsilon_c < 0.9999$). Le lingot de métal est centré et maintenu en place par un cylindre de graphite enveloppé dans des feuilles de graphite anisotropes dont le rôle est d'absorber les contraintes mécaniques tout en homogénéisant le profil de température le long du lingot. Dans des conditions de mise en œuvre quasi-adiabatiques, la température thermodynamique de ce corps noir est liée à la densité spectrale de luminance qu'il émet par la loi du rayonnement de Planck.

2.1.2. Mise en œuvre des points fixes de l'EIT-90

Les points fixes de l'EIT-90 sont maintenus dans des tubes en quartz par des bagues de centrage fabriquées en alumine et en graphite (figure 2.3). L'ensemble est placé dans un four résistif alimenté par trois zones de chauffages indépendantes. La mise en œuvre du point fixe consiste dans un premier temps à stabiliser la température du four à environ 2 °C en dessous de celle de la fusion du métal. Les paliers de fusion et de congélation sont déclenchés par action de +/- 2 °C sur les consignes de température autour de la température de fusion du métal. Suivant les consignes de température et l'enthalpie de changement de phase propre à chaque métal, la stabilité des paliers est de l'ordre de 5 mK pour une durée comprise entre 30 min et 180 min.

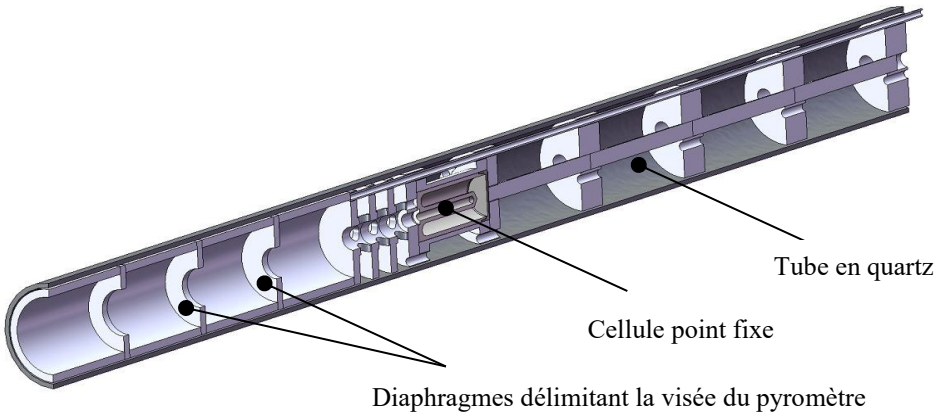


Figure 2.3 : Vue en coupe d'une cellule point fixe de l'EIT-90 et de son dispositif de mise en œuvre. L'ensemble est installé dans un four à haute température porté au point de fusion du métal constituant la cellule.

2.2. Points fixes à haute température basés sur des transitions eutectiques et péritectiques

2.2.1. Diagrammes de phases métal-carbone

Les recommandations du Comité Consultatif de Thermométrie de développer de nouvelles références au-delà de 1000 °C ont débouché sur la conception de points fixes, non plus basés sur des transitions de phase de métaux purs mais sur des transitions eutectiques ou péritectiques[2] à base d'alliages de métal pur et de graphite. La fraction massique de graphite dans l'alliage conditionne l'obtention les changements de phase, il est donc a priori nécessaire d'étudier la

[2] Transitions de phase obtenues pour une proportion donnée de graphite dans le métal. L'alliage se comporte comme un corps pur avec un point de fusion et de congélation unique.

constitution physico-chimique de l'alliage à partir des diagrammes de phase. Ces derniers représentent, à l'état d'équilibre thermodynamique les fractions massiques et la nature des phases en présence en fonction de la température.

Dans un alliage, le nombre de phases[3] en présence ϕ peut être déterminé par l'équation de Gibbs, dont la variance *v*, représentant le nombre de variables indépendantes nécessaire à définir entièrement le système, est donnée par :

$$v = n + 1 - \phi \tag{2.1}$$

n étant le nombre de composants. Dans le cas d'alliages binaires (n = 2), une variance nécessairement positive ou nulle implique un nombre de phases compris entre 1 et 3. Le mélange peut donc être monophasé, biphasé ou triphasé. Lorsque la structure cristalline, la valence, ou rayons atomiques des deux composants sont différents, les conditions de miscibilité à l'état solide sont incomplètes et présentent pour certaines proportions des composants, des solutions solides biphasées. Le diagramme de phase figure 2.4 montre les phases en présence en fonction des trois variables d'état qui sont, la température et la composition (proportion) de chacun des deux composants. En dessous de la température $T_{eutectique}$, la région *A + B* est composée d'un mélange solide biphasé qui se transforme en un mélange biphasé *A + liquide* pour une composition comprise entre C_1 et C_E, ou *B + liquide* pour une composition comprise entre C_E et C_2. A la composition C_E correspondante au point eutectique, les trois phases, *A + B + liquide* sont en équilibre. A l'état solide, les fractions massiques des deux composants *A et B* sont alors données par les relations :

$$\frac{m(A)}{m} = \frac{\overline{EP_2}}{\overline{P_1P_2}} \tag{2.2a}$$

$$\frac{m(B)}{m} = \frac{\overline{P_1E}}{\overline{P_1P_2}} \tag{2.2b}$$

Où $m = m(A) + m(B)$ est la masse totale de l'alliage, $m(A)$et $m(B)$ étant respectivement les masses des composants *A et B*.

[3] La phase désigne ici une partie homogène d'un corps, caractérisée par une structure et un arrangement atomique identique.

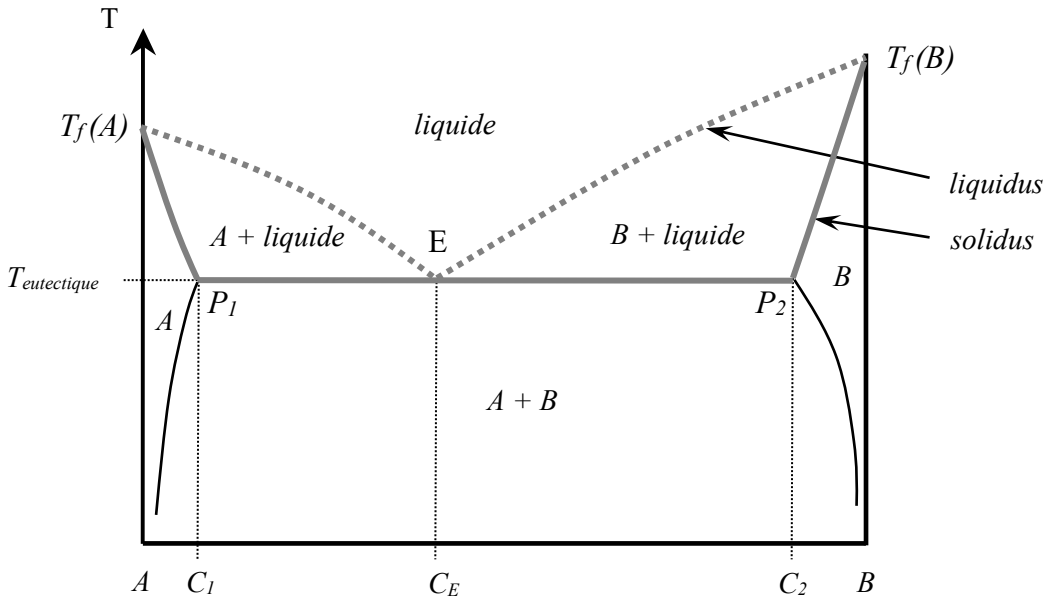


Figure 2.4 : Diagramme de phase de deux composants A et B formant une solution solide biphasée. Pour une proportion de B dans A comprise entre C_1 et C_2, le changement de phase se produira à la température $T_{eutectique}$.

Les points fixes à haute température basés sur des alliages de métal et de carbone sont fabriqués de manière similaire à ceux de l'EIT-90. Leur fabrication consiste à verser dans un creuset en graphite le mélange de métal et de carbone puis de porter l'ensemble à une température supérieure de quelques °*C* à celle de l'eutectique. La proportion initiale de carbone dans le métal est généralement choisie entre C_1 et C_E car le creuset contribue lui aussi à alimenter l'alliage en carbone. Ce mélange hypoeutectique fond en totalité à la composition C_E sans suivre la verticale traversant la région *A + liquide*, le mélange étant enrichi par le creuset jusqu'à la composition C_E en suivant l'horizontale à $T_{eutectique}$. Un mélange hypereutectique peut aussi être envisagé pour améliorer la robustesse des cellules. Dans ce cas, le processus de fusion suit une verticale traversant la région *B* + liquide entre C_E et C_2. L'excès de graphite reste alors à l'état solide dans le liquide à la composition proche de l'eutectique car la température de la cellule ne reste toujours que légèrement supérieure à celle du *solidus*. Lors de la congélation, la ségrégation du graphite peut compartimenter le lingot en l'isolant des parois de la cavité, la cellule manque alors de reproductibilité ou de stabilité à long terme. Les transitions péritectiques sont également d'un grand intérêt, notamment celle de Cr-C à 1826 °C [40] et celle de WC-C à 2748 °C [41]. La première, située entre le point de Pt-C et le point de Ru-C présente, hormis son coût attractif, un domaine de fusion de l'ordre de 100 mK contre environ 250 mK pour le Pt-C ou le Ru-C. La seconde se situe à la limite atteinte par les fours à haute température. Comparés aux transitions eutectiques, l'incertitude de détermination du point d'inflexion de ces points fixes est moindre alors que la répétabilité des paliers est meilleure. La figure 2.5 montre le diagramme de phase du Cr-C qui a la particularité de présenter une transition eutectique au

point E et une transition péritectique au point P. Pour ce second cas, le mélange monophasé de carbure Cr_3C_2-C (région A) se transforme en un mélange biphasé *liquide* + *C* (région A'), le liquide étant formé à la composition péritectique correspondante au point P.

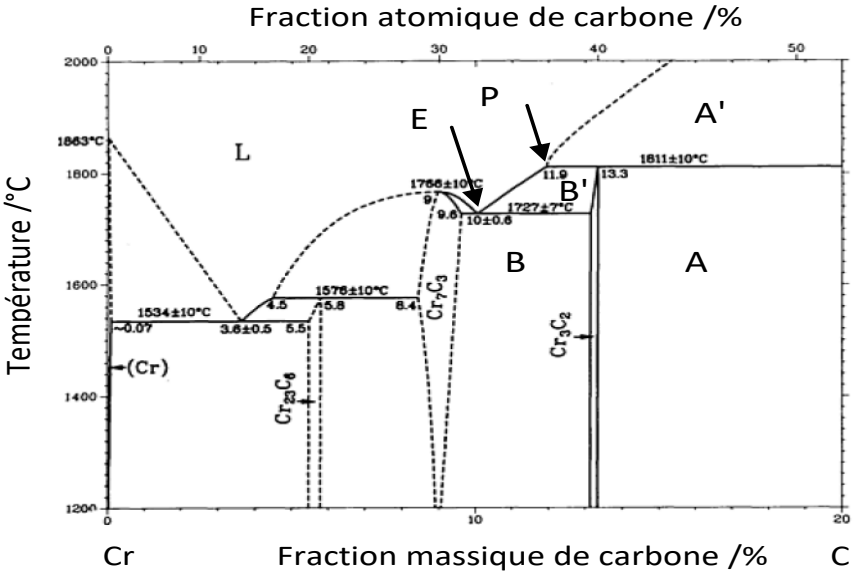


Figure 2.5 : Diagramme de phase Cr-C présentant une transition eutectique (E) et une transition péritectique (P).

Le palier eutectique pourra être observé si la fraction massique de C dans Cr est comprise entre 9,5 % et 13,3 % (Fig. 2.5 : proportions de C aux extrémités de l'horizontale représentant la transition eutectique). Dans ce cas la transition se produit depuis un mélange solide biphasé vers un mélange liquide monophasé :

$$Cr_7C_3 + Cr_3C_2 \xrightarrow[\text{eutectique}]{} \text{liquide} \qquad (2.3)$$

Pour une composition de C dans Cr supérieure à 13,3 %, la transition péritectique se produit depuis un solide monophasé vers une solution biphasé :

$$Cr_3C_2 + C \xrightarrow[\text{péritectique}]{} \text{liquide} + C \qquad (2.4)$$

Lorsque la composition de C dans Cr est comprise entre 11,9% et 13,3 %, les deux transitions suivantes sont observées.

$$Cr_7C_3 + Cr_3C_2 \xrightarrow[\text{eutectique}]{} \text{liquide} + Cr_3C_2 \xrightarrow[\text{péritectique}]{} \text{liquide} + C \qquad (2.5)$$

Les points fixes basés sur des transitions eutectiques développés au LCM sont les points de Fe-C (1153 °C), Co-C (1324 °C), Pd-C (1492 °C), Pt-C (1738 °C), Ru-C (1953 °C et Re-C

(2474 °C), ceux basés sur des transitions péritectiques, les points de Cr-C (1826 °C) et W-C (2748 °C).

2.2.2. Fabrication des points fixes à haute température à bases d'alliage métal-carbone

Les points fixes à base d'alliage de métal et de carbone ont des dimensions réduites par rapport aux points fixes de l'EIT-90 car leur température de mise en œuvre élevée requiert l'utilisation de fours à haute température mono-zones de dimensions réduites. Leurs dimensions, décidées par consensus entre les LNM, sont de 24 mm de diamètre pour une longueur d'environ 45 mm. Leur conception est similaire à celles des points fixes de l'EIT-90 car ces derniers ont en fait suivi le développement et l'évolution des techniques de remplissage des PFHT. Une attention particulière a été portée sur l'évolution des creusets au cours des quinze dernières années ainsi que sur les techniques de remplissage [42]. La figure 2.6 montre une vue en coupe de la 7° génération de point fixe développée au LCM.

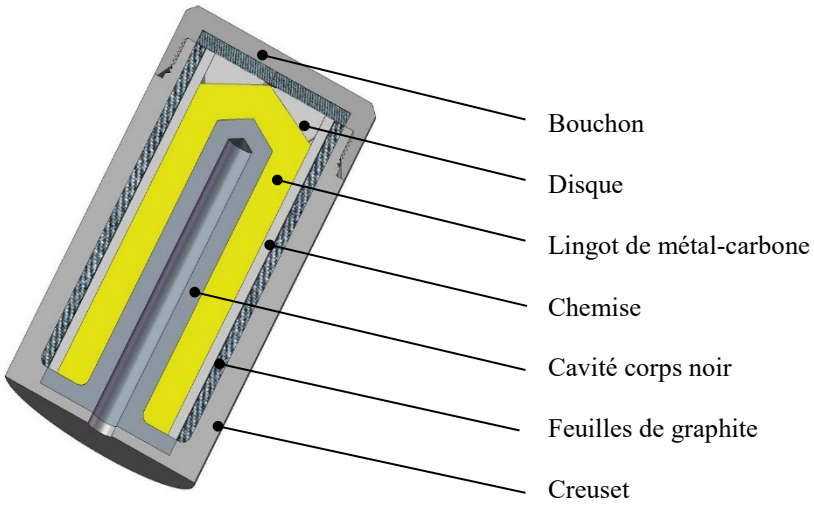


Figure 2.6 : Vue en coupe d'un point fixe à haute température à base d'un alliage de métal et de carbone.

Les améliorations notables ont été l'utilisation d'une chemise assurant le maintien du lingot puis la conception d'une structure hybride (chemise + feuilles de graphite) permettant d'absorber les dilatations du lingot tout en améliorant le profil de température le long de ce dernier. Cette structure de cellule dite "hybride" est aujourd'hui utilisée par la quasi-totalité des LNM.

L'évolution des techniques de remplissage a également été particulièrement considérée. Le LCM a développé une méthode basée sur l'utilisation d'un piston et d'un réservoir additionnel permettant un remplissage en une ou deux étapes contre une dizaine pour la méthode

traditionnelle [42]. Cette dernière consiste à remplir successivement le creuset de poudres de métal et de carbone, puis à le porter au point de fusion de l'alliage. L'opération est alors renouvelée après refroidissement jusqu'au remplissage complet du creuset.

2.2.3. Mise en œuvre des points fixes à hautes température

Au LCM, les PFHT sont mis en œuvre dans deux fours différents, l'un de conception japonaise (CHINO IR-R80), l'autre de conception russe (VNIIOFI HTBB 3200 pg). Le premier est constitué d'un cylindre de graphite d'environ 30 cm de longueur pour 27 mm de diamètre intérieur dans lequel le point fixe est inséré. Des anneaux de graphite placés de part et d'autre homogénéisent le profil de température le long de la cellule. L'ensemble est chauffé par un serpentin de graphite entourant sans contact l'extérieur du cylindre. Une régulation en température est assurée par un pyromètre visant une cible placée à proximité de la face arrière de la cellule. Le four VNIIOFI HTBB 3200 pg est de conception très différente. Son élément chauffant est constitué d'une cinquantaine d'anneaux de graphite pyrolytique maintenus par pression entre deux électrodes alimentées en courant figure 2.7 [43]. La cellule est centrée directement sur l'élément chauffant par l'intermédiaire d'une pièce d'adaptation en graphite. Tout comme le premier, ce four est équipé d'un pyromètre de régulation permettant de contrôler les rampes et consignes de l'alimentation en courant.

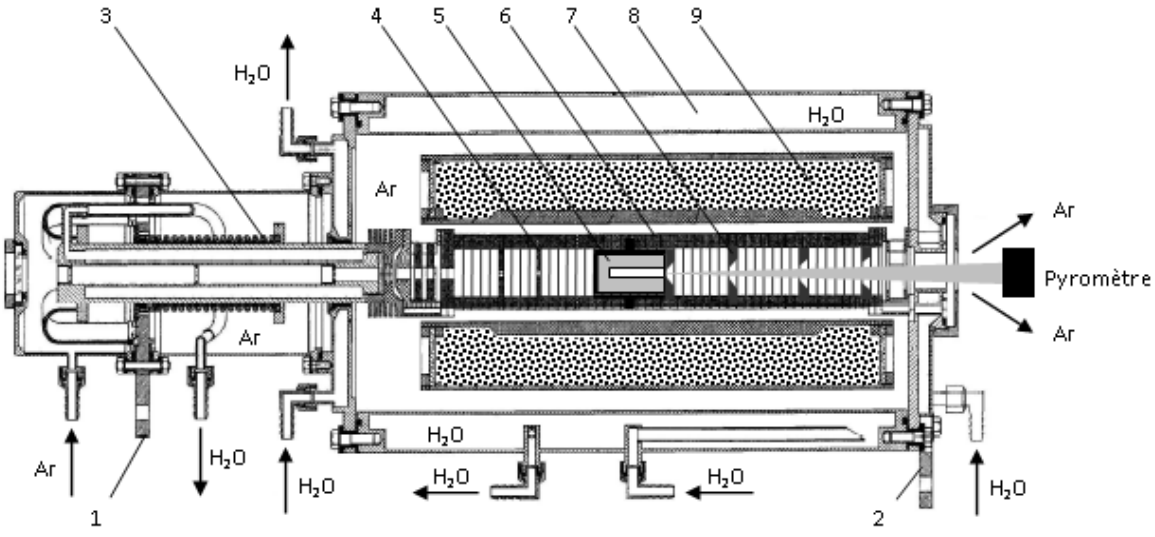


Figure 2.7 : Four VNIIOFI HTTB 3200 pg. Electrodes (1) et (2), ressort de pression (3), diaphragmes antifuites thermiques (4) et (7), cellule et son support (5), corps chauffant (6), corps de four en acier (8), isolant en tissu de graphite (9).

La figure 2.8 montre un exemple de cycle fusion /congélation d'une cellule de Co-C mise en œuvre dans le four VNIIOFI HTBB 3200 pg. La fusion est précédée d'une stabilisation du four à une température approximative de 1300 °C. Elle est déclenchée en portant la consigne à environ 1350 °C. Le palier de fusion est alors mesuré de manière continue par un pyromètre. Il s'étend sur un domaine de température d'environ 100 mK pour une durée de 12 min. Le palier de congélation est ensuite déclenché en ramenant la consigne du four à 1300 °C. La température de changement de phase est définie au point d'inflexion du palier de fusion, choisi pour sa répétabilité.

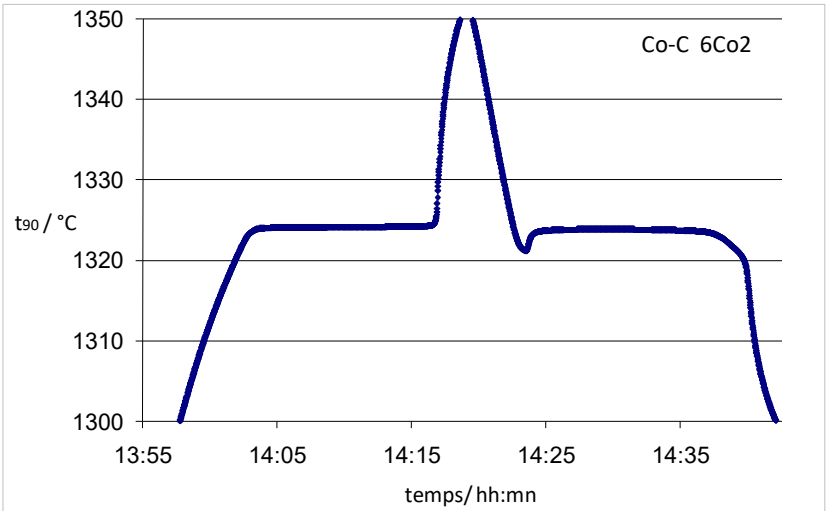


Figure 2.8 : Paliers de fusion et de congélation d'une cellule de Co-C du LCM. Le point d'inflexion du palier de fusion est choisi comme référence pour sa reproductibilité. Le domaine de fusion (différence de température entre l'entrée et la sortie du palier) est d'environ 100 mK.

L'amélioration des conditions thermiques dans lesquelles les points fixes sont mis en œuvre a nécessité un important travail de caractérisation des gradients de température des fours [43]. Des méthodes de mesure adaptées aux conditions thermiques ainsi qu'aux étendues géométriques définies par les instruments ont été développées [44]. Les profils de température ont été caractérisés par l'utilisation de pyromètres inclinés par rapport à l'axe optique mesurant la surface de l'élément chauffant, ou encore par le déplacement d'une cible le long de l'axe optique [45]. Le profil de température du four HTBB 3200 pg a été amélioré en réorganisant la disposition des anneaux de graphite suivant leur résistivité, les plus résistifs étant placés aux extrémités [46]. L'amélioration des profils de température a permis de doubler la durée des paliers tout en réduisant leurs domaines de fusion. L'incertitude liée à la détermination du point d'inflexion a donc été significativement réduite. En contrepartie, des effets thermiques ont été mis en évidence de manière plus systématique. Ils proviennent des géométries et conditions

thermiques très différentes des fours qui génèrent, pour une même cellule, des températures de fusion différentes [47]. Ces différences sont couramment appelées "effet de four". Elles proviennent des rampes de température qui diffèrent d'un four à l'autre suivant leur inertie thermique, des consignes de température appliquées en boucle ouverte ou en boucle fermée, des isolants thermiques entre l'élément chauffant et la cellule … La caractérisation des effets de four n'a pas encore été traitée de manière systématique par les LNM car ces biais, récemment mis en évidence, sont très dépendants des matériels et des conditions de mise en œuvre des points fixes.

L'influence des profils de température des deux fours a été caractérisée au LCM pour trois des points fixes les plus développés à ce jour, les points de Co-C (1324 °C), Pt-C (1738 °C et Re-C (2474 °C). Pour chaque point fixe, cette étude a mis en évidence l'effet du profil de température le long de la cellule sur le niveau des paliers [48]. La figure 2.9 montre pour les six cas de figure (trois points fixes dans deux fours), les écarts de température $dt(\Delta t)$ mesurés, les points fixes étant positionnés dans des profils de température Δt mesurés.

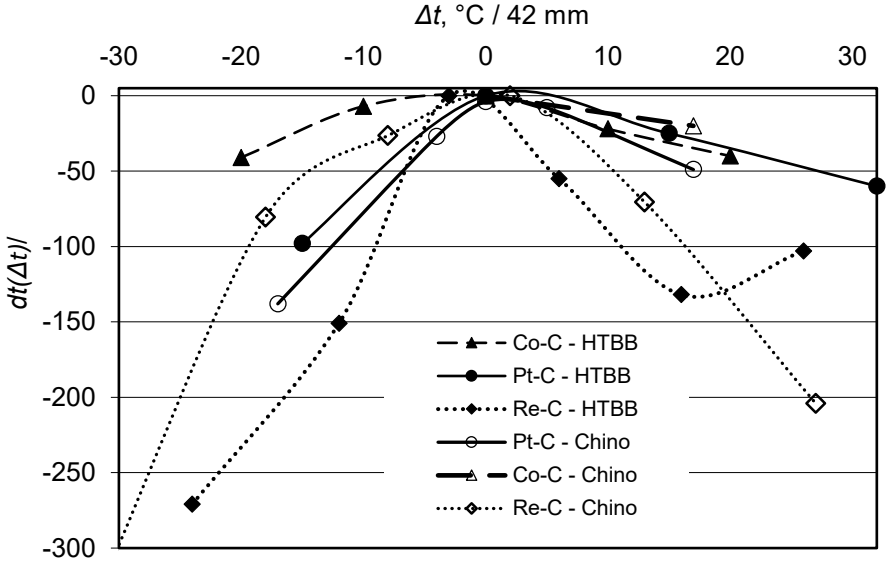


Figure 2.9 : Différences de températures de fusion des PFHT en fonction du profil de température le long des cellules. Le niveau de température du point de Pt-C du LCM positionné dans le four HTBB 3200 pg dans un profil de température chutant de 10 °C sur l'arrière de la cellule est de 100 mK inférieur à celui mesuré dans un profil plat dans le même four.

Ces résultats font partie, à ce jour, des rares résultats expérimentaux issus de mesures réalisées directement sur les points fixes les plus étudiés (Co-C, Pt-C et Re-C). Ils ont permis de mettre en évidence l'importance des conditions thermiques de mesure et de justifier certains écarts de

températures entre cellules. Dans un futur proche, les LNM accentueront leurs recherches pour tenter de quantifier ces effets.

Parallèlement à leur évolution, les PFHT ont été mesurés par les LNM, dans un premier temps dans l'EIT-90. Le paragraphe qui suit décrit les instruments nécessaires à la réalisation de l'EIT-90 dans le domaine de la pyrométrie optique, donc au-delà du point de congélation de l'argent à 961.78 °C. Le principe de fonctionnement du comparateur de luminances, élément central pour la réalisation de l'EIT-90 est présenté. Il est suivi de sa caractérisation métrologique complète incluant un bilan des corrections. Le fonctionnement et la caractérisation d'un pyromètre monochromatique de laboratoire, nécessaire à la caractérisation des points fixes sont également présentés.

3. Mesure des températures des points fixes à haute température dans l'EIT-90

Le département "hautes températures" du LCM utilise principalement un comparateur de luminances pour les mesures de températures dans l'EIT-90. Cet instrument est également utilisé pour la mesure de la température thermodynamique. Des pyromètres monochromatiques peuvent aussi être utilisés comme comparateurs et réaliser l'EIT-90, une fois caractérisés.

La figure 3.1 montre le banc de sources corps noirs et d'instruments utilisé dans l'équipe de pyrométrie du LCM pour les mesures de températures par rayonnement au-delà de 1000 °C.

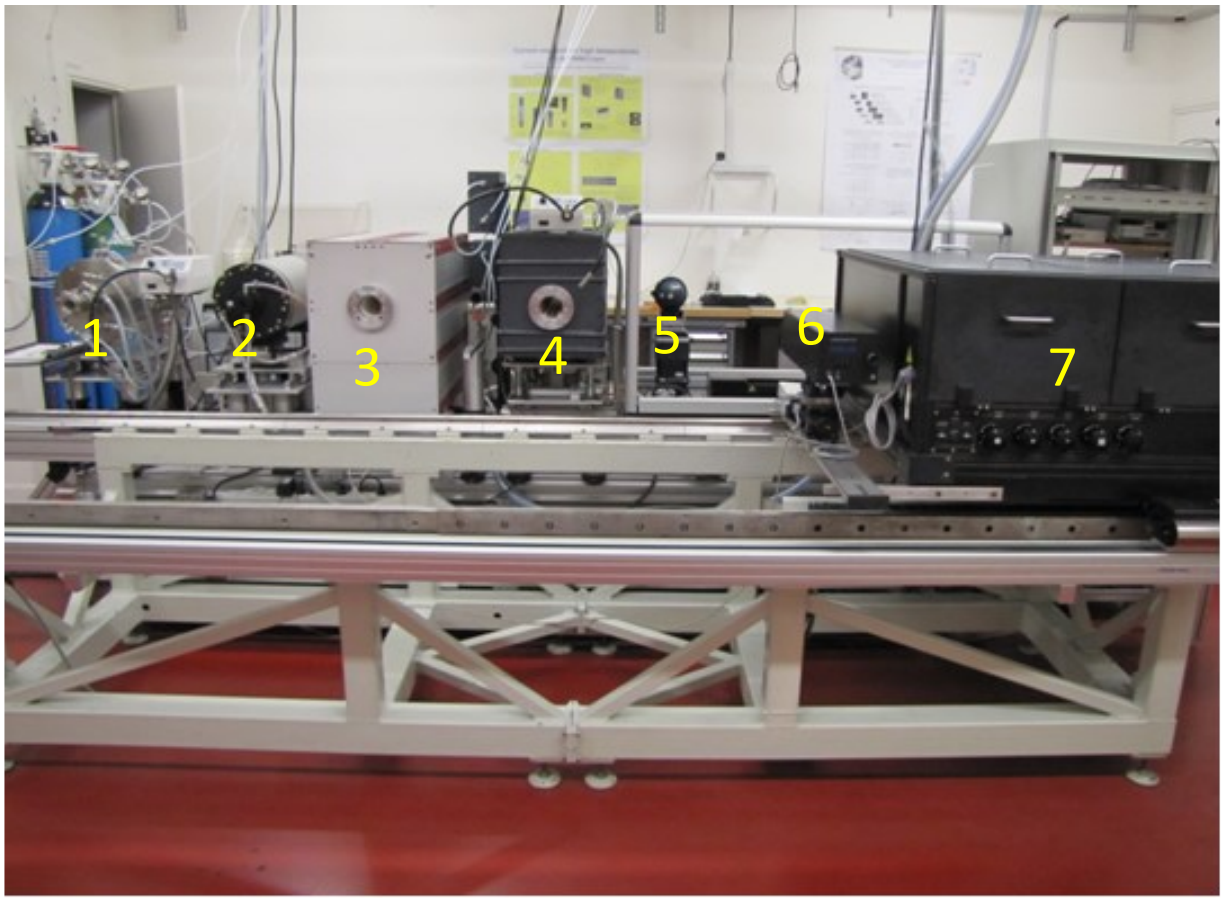


Figure 3.1 : Dispositif dédié à l'étude des points fixes à haute température, à la réalisation de l'EIT-90 et à la mesure de la température thermodynamique. Le comparateur de luminances (7) ou des pyromètres (6) se déplace(nt) perpendiculairement aux sources corps noirs sur une course d'environ 3 mètres. Celles-ci peuvent être mesurées simultanément : fours haute température (1 et 2), fours EIT-90 (3 et 4), sphère intégratrice du luminancemètre (5).

3.1. Principe de mesure de température dans l'EIT-90 au-delà du point de congélation de l'argent

Au-delà du point de congélation de l'argent, la température T_{90} est définie dans l'EIT-90 à partir du rapport des lois de Planck définit par la relation :

$$\frac{L_\lambda\,(T_{90})}{L_\lambda\,(T_{90}\,(X))} = \frac{\exp[c_2\,(\lambda\,T_{90}\,(X))^{-1}] - 1}{\exp[c_2\,(\lambda\,T_{90})^{-1}] - 1} \tag{3.1}$$

où $T_{90}\,(X)$ est la température du point de congélation de l'argent [T_{90} (Ag) = 1234,93 K], ou de l'or [T_{90} (Au) = 1337,33 K] ou du cuivre [T_{90} (Cu) = 1357,77 K]; $L_\lambda\,(T_{90})$ et $L_\lambda\,(T_{90}\,(X))$ sont les densités spectrales de luminances énergétiques à la longueur d'onde (dans le vide) λ, à T_{90} et à $T_{90}\,(X)$ respectivement; c_2 = 0,014388 m.K.

Un pyromètre ne mesure pas la densité spectrale de luminance $L_\lambda\,(\lambda, T_{90})$ à la longueur d'onde λ unique, mais intègre le flux lumineux émis par la source sur une étendue définie par sa sensibilité spectrale $S(\lambda)$ (figure 3.2).

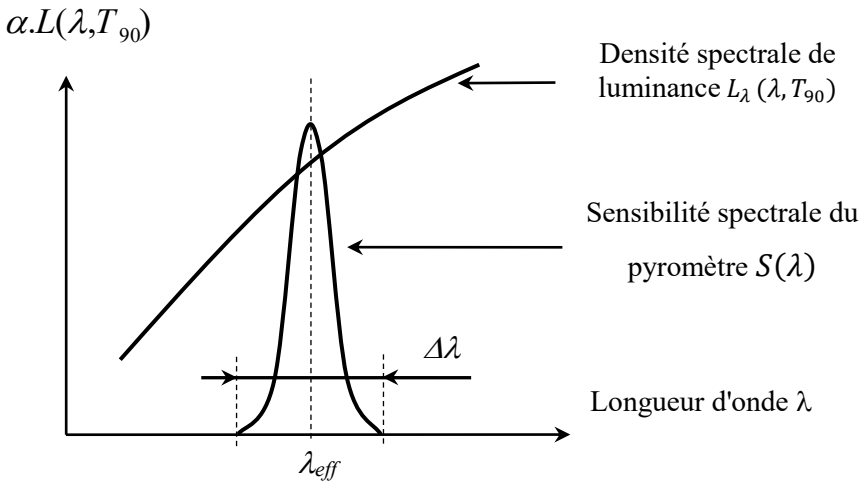


Figure 3.2 : Mesure de la densité spectrale de luminance par un pyromètre.

La réponse du pyromètre est une tension $u(T_{90})$ proportionnelle à la luminance de la source, ε_{c1} étant l'émissivité totale directionnelle de la cavité, G, l'étendue géométrique définie par le pyromètre et $(1 - SSE_1)$, la correction de l'effet de taille de source :

$$u(T_{90}) = \varepsilon_{c1}.\,G(1 - SSE_1)\int_0^\infty S(\lambda)\,.L_\lambda\,(\lambda, T_{90}).\,d\lambda \tag{3.2}$$

De la même manière, la tension fournie par l'instrument pour la mesure d'un des trois points fixes de référence de l'EIT-90 s'écrit :

$$u(T_{90}(X)) = \varepsilon_{c2}.G(1 - SSE_2)\int_0^\infty S(\lambda)\,.L_\lambda\,(\lambda, T_{90}(X)).d\lambda \tag{3.3}$$

où ε_{c2} est l'émissivité totale directionnelle de la cavité considérée et $(1 - SSE_2)$, la correction de l'effet de taille de source. La résolution de l'équation 7.1 consiste à déterminer T_{90} en remplaçant le rapport des densités spectrales de luminance $L_\lambda\,(T_{90})$ et $L_\lambda\,(T_{90}\,(X))$ par le rapport des réponses de l'instrument $u(T_{90})$ et $u(T_{90}(X))$ respectivement (équation 3.4).

$$\frac{L_\lambda\,(T_{90})}{L_\lambda\,(T_{90}\,(X))} \cong \frac{u(T_{90})}{u(T_{90}\,(X))} \tag{3.4}$$

Contrairement au rapport des densités spectrales de luminances qui ne fait intervenir que les sources, le rapport des réponses de l'instrument fait intervenir sa sensibilité spectrale $S(\lambda)$ qu'il est donc nécessaire de caractériser [49].Toutefois, $S(\lambda)$ est suffisamment étroite pour considérer l'expression 7.4 comme juste avec une approximation de l'ordre de 10^{-5} en valeur relative, ce qui revient à linéariser les intégrales définies dans les expressions 3.2 et 3.3. Il suffit donc de caractériser $S(\lambda)$ de manière relative pour définir entièrement l'équation 3.1, qui s'écrit alors :

$$\frac{L\left(\lambda_{eff}, T_{90}\right)}{L\left(\lambda_{eff}, T_{90}(X)\right)} \cong \frac{u\left(\lambda_{eff}, T_{90}\right)}{u\left(\lambda_{eff}, T_{.90}\,(X)\right)} \tag{3.5}$$

où λ_{eff} est la longueur d'onde effective, longueur d'onde pour laquelle le rapport des réponses du pyromètre est égal au rapport des densités spectrales de luminance qu'il mesure.

$$\lambda_{eff} = \frac{\int_0^\infty S(\lambda).\lambda.d\lambda}{\int_0^\infty S(\lambda).d\lambda} \tag{3.6}$$

Contrairement aux mesures de *T*, les mesures de température dans l'EIT-90 ne nécessitent donc qu'une caractérisation relative de la sensibilité spectrale de l'instrument pourvu que la réponse de celui-ci soit linéaire. Elles ne nécessitent pas non plus la caractérisation de l'étendue géométrique G de l'instrument car seul son rapport intervient dans l'équation 3.4.

3.2. Principe de fonctionnement du comparateur de luminances

Au LCM l'instrument chargé de la réalisation de l'EIT-90 est un comparateur de luminances basé sur un monochromateur de type Czerny-Turner. Cet instrument est également utilisé pour des mesures spectrales ou pour la caractérisation spatiale de sources étendues car il présente la particularité d'être entièrement ajustable (fentes d'entrée et de sortie du monochromateur, diaphragme de champ, pupille d'entrée et domaine spectral). Il a été constamment caractérisé et amélioré au cours des dix dernières années et présente aujourd'hui des caractéristiques comparables à celles des meilleurs pyromètres, tout en restant modulable [50]. Contrairement aux pyromètres constitués de lentilles et d'un filtre interférentiel, le comparateur de luminances est constitué de miroirs et d'un monochromateur. L'instrument est composé de quatre compartiments A, B, C, D (figure 3.3), montés sur une table optique. Les fonctions de chaque compartiment sont respectivement, la sélection de l'étendue géométrique (A), la sélection de la longueur d'onde (B), la mise en forme du faisceau (C) et la détection (D). Le comparateur de luminances peut être déplacé face aux sources corps noirs par un moteur pas-à-pas sur une distance de 2800 mm.

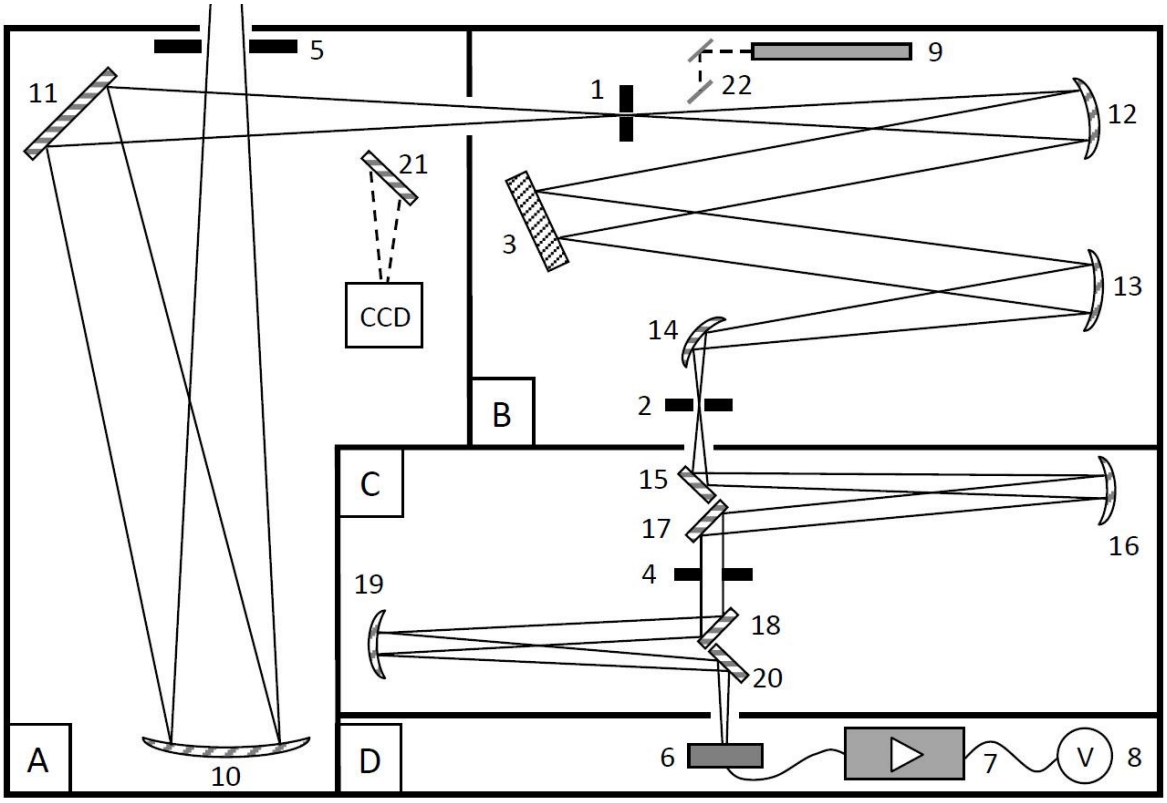


Figure 3.3 : Comparateur de luminances vu de dessus. Diaphragme de champ et fente d'entrée du monochromateur (1), fente de sortie du monochromateur (2), réseau de Bragg (3), pupille d'entrée (5), photodiode (6), convertisseur courant-tension (7), réponse du comparateur (8), laser d'alignement (9), miroirs dorés (10 à 22).

L'étendue géométrique est délimitée par le diaphragme de champ (1) qui est projeté dans le plan des sources par les miroirs sphériques (10) et (11) avec un grandissement de 1. Le miroir (10) est concave et a un rayon de 1 m. Le miroir (11) est convexe avec un rayon de 25 m. Il est utilisé pour corriger des défauts d'astigmatisme du miroir (10) positionné légèrement hors d'axe. La pupille d'entrée (4) est placée dans une zone ou le faisceau est collimaté dans le but de réduire l'effet de taille de source définit plus loin. C'est cette dernière, et non le diaphragme (5) qui limite l'étendue géométrique de visée.

Le diaphragme de champ (1) est monté sur une roue sur laquelle sont placés six diaphragmes interchangeables de diamètres 0,5 mm, 1,0 mm, 1,7 mm, 2,5 mm, 4,0 mm et 5,0 mm. Le changement de ce diaphragme permet de définir la surface de source visée ainsi que le flux mesuré. Le diaphragme (2) est monté sur une roue contenant des diaphragmes et des fentes parallèles. Le plan des sources peut être observé par déplacement du miroir (21) sur l'axe optique pour un renvoi du faisceau lumineux vers une caméra CCD. Un laser d'alignement (9) associé au miroir (22) permet de visualiser l'axe optique.

Le compartiment B est un monochromateur de type Czerny-Turner dont le diaphragme d'entrée (1) est également le diaphragme de champ de l'instrument. Le collimateur est constitué de deux miroirs identiques (12) et (13) de 1 m de rayon. Le réseau de diffraction (3) est situé dans un plan conjugué de celui du diaphragme de champ (4). Il est monté sur un axe dont la rotation est assurée par une platine de déplacement linéaire par l'intermédiaire d'un bras sinus. Ce montage rend linéaire la longueur d'onde effective du monochromateur avec la position de la platine de déplacement. La répétabilité de repositionnement de cette dernière de l'ordre de 80 nm correspond à une incertitude de 1 pm pour une configuration dans le visible à 650 nm.

Le compartiment C a deux fonctions. La première est de réduire la lumière parasite vers le détecteur. La seconde est de collimater le faisceau pour y placer des filtres ou des diaphragmes. La détection est faite par une photodiode à Si pour des mesures dans le visible (ou InGaAs dans l'infrarouge) associée à un convertisseur courant/tension. A titre d'exemple, le photocourant générée par la photodiode à Si lorsque le comparateur est face au point du cuivre, à 800 nm et monté avec des fentes d'entrées et de sorties de monochromateur de 1 mm et 2.5 mm respectivement est de l'ordre de 6 nA. Ce photocourant correspond à un flux lumineux de 10 nW. La tension de sortie de l'instrument $u(T_{90}\ (Cu))$ vaut 0,6 V pour une transimpédance du convertisseur courant-tension $R_{comp} = 10^8\ \Omega$. Dans cette configuration, la largeur spectrale

dans le plan de la fente de sortie du monochromateur est de 1.6 nm/mm soit environ 4 nm pour une fente de sortie de 2.5 mm. Le seuil de détection du comparateur se situe autour de 600 nm. Cette longueur d'onde correspond à une transmission relative de l'ordre de 10^{-4}, après réflexion sur les 11 miroirs dorés.

3.3. Caractérisation du comparateur de luminances

Les mesures dans l'EIT-90, requièrent la caractérisation de la sensibilité spectrale relative $S(\lambda)$ du comparateur de luminances donc *a priori* son étalonnage en longueur d'onde. Elles nécessitent également la caractérisation des corrections telles que sa transmission hors bande (flux parasite détecté hors du domaine spectral définit par le monochromateur) sa linéarité et son effet de taille de source.

3.3.1. Etalonnage du monochromateur

Pour une position donnée du réseau, la longueur d'onde effective λ_{eff} est définie par la moyenne arithmétique pondérée de la sensibilité spectrale $S(\lambda)$ (équation 3.6). L'étalonnage en longueur d'onde du comparateur de luminances consiste à établir la relation $\lambda_{eff} = f(p)$ où p est la position de la platine de translation du réseau. La fonction *f* est un polynôme des moindres carrés d'ordre 2 calculé à partir de *n* couples de coordonnées $(\lambda_0, p_0), (\lambda_1, p_1) \ldots (\lambda_n, p_n)$. Elle est déduite de l'équation 3.7 en scannant *n* raies de lampes spectrales (Ar et Hg dans le visible, Xe et Ne dans l'IR), u_i étant la réponse du comparateur de luminances correspondante à la position p_i de la platine.

$$p_n = \left.\frac{\sum_i p_i u_i}{\sum_i u_i}\right|_{\lambda_n} \tag{3.7}$$

La largeur (spatiale) de l'arc de la lampe spectrale est insuffisante pour éclairer le diaphragme de champ de manière homogène. Cette inhomogénéité génère une distribution de l'éclairement dans le plan du diaphragme de champ provocant un biais dans le calcul de λ_{eff}. Ce biais a pu être éliminé en injectant la lampe dans une sphère intégratrice. La figure 3.4 montre l'étalonnage en longueur d'onde du comparateur de luminances calculé à partir de six raies d'une lampe à décharge à vapeur d'argon. Les résidus sont indiqués dans la partie basse de la même figure. Pour chaque raie, la répétabilité des longueurs d'onde effectives est de l'ordre de 1 pm à 2 pm, tandis que les résidus sont de l'ordre de ± 5 pm. Ces valeurs correspondent à une

incertitude d'étalonnage inférieure à 10 pm (k=1), soit 22 mK pour la réalisation de l'EIT-90 à 3000 °C à 800 nm.

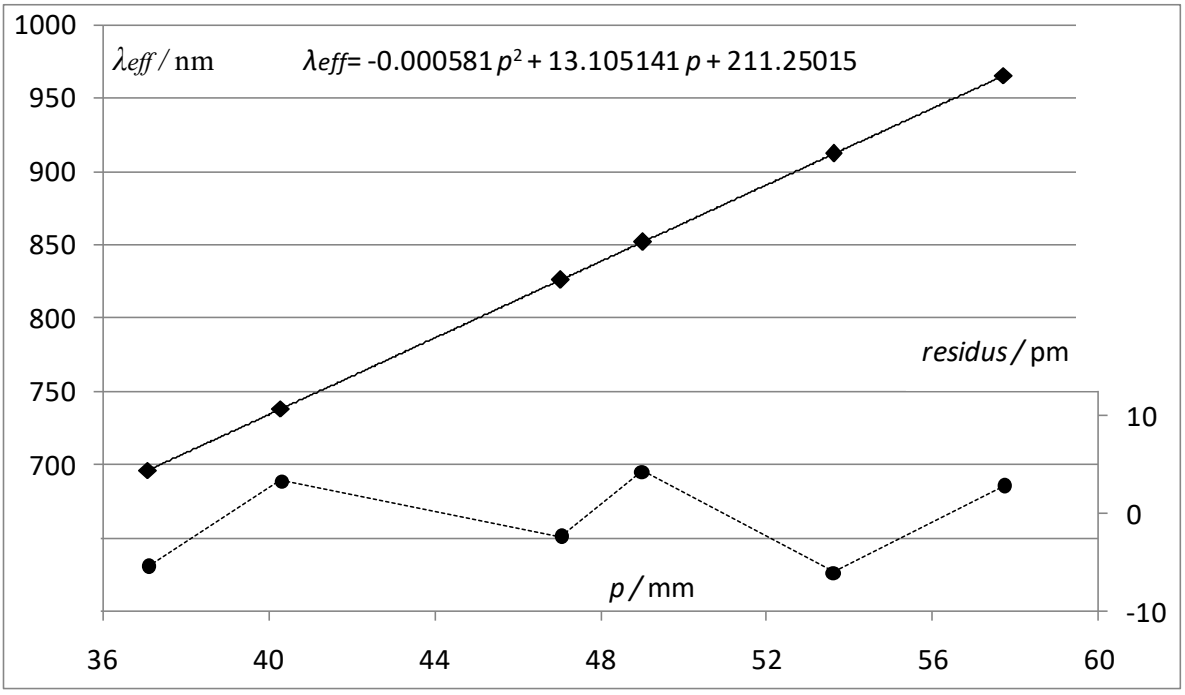


Figure 3.4 : Courbe d'étalonnage en longueur d'onde du comparateur de luminances (trait plein) et résidus associés (trait en pointillés).

3.3.2. Mesure de la sensibilité spectrale relative du comparateur de luminances

La sensibilité spectrale relative du comparateur de luminances est mesurée à l'aide d'un laser injecté dans une sphère intégratrice, par balayage du réseau autour de la longueur d'onde du laser λ_{laser}. Dans le cas présent d'une source monochromatique, la réponse du comparateur $u(\lambda_{laser})$ est proportionnelle au produit de sa sensibilité spectrale $S(\lambda_{laser})$ et de la luminance de la source $L_0\,(\lambda_{laser})$, K étant une constante :

$$u(\lambda_{laser}) = K.S(\lambda_{laser})\,.L_0\,(\lambda_{laser}) \tag{3.8}$$

Les mesures dans l'EIT-90 n'imposent pas une caractérisation absolue, mais relative de $S(\lambda_{laser})$. Il n'est donc pas nécessaire de mesurer K ni $L_0\,(\lambda_{laser})$ pour réaliser l'échelle. La figure 3.5 montre une courbe de sensibilité spectrale normalisée à λ_{laser}= 800 nm.

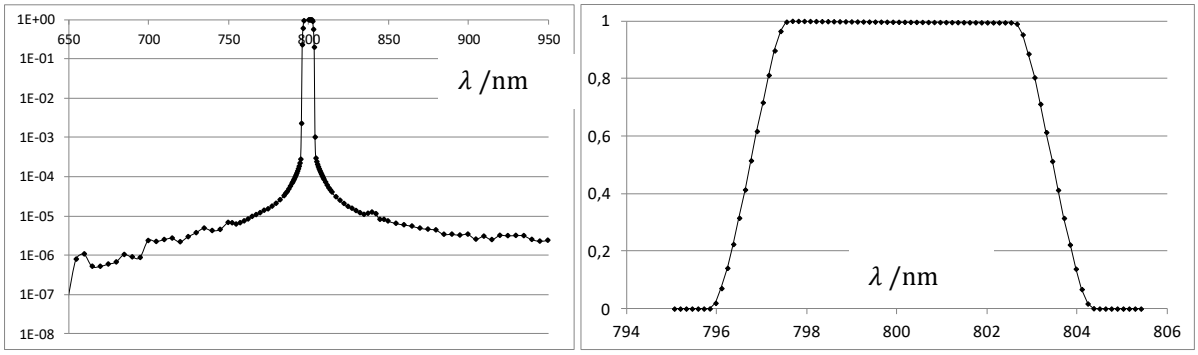


Figure 3.5 : Sensibilité spectrale relative $S(\lambda_{laser})$ du comparateur de luminances normalisée à λ_{laser} = 800 nm pour des fentes d'entrée et de sortie de monochromateur de 1,7 mm et 5 mm respectivement. Echelle verticale logarithmique à gauche et linéaire à droite.

3.4. Bilan des corrections à appliquer au comparateur de luminances

Le flux mesuré par le comparateur de luminances est le plus souvent surestimé car l'instrument détecte une partie du flux hors de son domaine spectral défini par le monochromateur et hors de son domaine spatial défini par son étendue géométrique. A ces deux corrections s'ajoute d'éventuels écarts à la linéarité générés principalement par l'amplification. Il est nécessaire de caractériser ces paramètres et de les corriger, tout comme les écarts à la linéarité.

3.4.1. Mesure de la lumière hors bande du comparateur

Le taux de réjection hors bande du monochromateur, de l'ordre de 10^{-5} à 10^{-6} en valeur relative, est insuffisant pour considérer comme nul le flux hors bande transmis vers le détecteur. Ce signal supplémentaire, appelé "lumière hors bande" est détecté par l'instrument. Il est donc nécessaire de corriger le signal mesuré de la lumière hors bande qui peut atteindre quelques 10^{-4} du flux total mesuré. La caractérisation de cette correction et de son incertitude associée est entreprise régulièrement de deux manières différentes. La première consiste à mesurer directement la sensibilité spectrale du comparateur par un balayage du réseau sur tout le domaine spectral (le LCM ne dispose pas de source monochromatique accordable sur un domaine de 500 nm à 1000 nm). La seconde, récemment testée, consiste en l'utilisation d'un filtre noch (filtre réjecteur de bande) centré à 808 nm. Le flux mesuré lorsque le comparateur est face à un corps noir à cette même longueur d'onde est alors une mesure directe de la lumière hors bande.

Le taux de réjection hors bande du comparateur de luminances n'est pas suffisamment élevé pour que l'on puisse négliger la partie du flux transmise en dehors de la bande passante principale du monochromateur. La figure 3.5 montre que le flux lumineux émis par le corps noir ne sera pas complètement coupé à l'extérieur de la bande passante du monochromateur (≅ 796 nm à 804 nm) mais sera intégré par la photodiode sur tout son domaine de détection. Les variations importantes de la densité spectrale de luminance sur ce large domaine provoquent un décalage de la longueur d'onde effective qui varie avec la température du corps noir. Il est donc nécessaire de définir les frontières entre la bande passante et le signal hors bande et de caractériser la transmission hors bande du filtre.

La correction de lumière hors bande est appliquée relativement par rapport au flux total détecté. En considérant le domaine spectral de mesure compris entre $\lambda_{eff} - \Delta\lambda$ et $\lambda_{eff} + \Delta\lambda$, l'expression de la lumière hors bande (*OOB* pour out of band) s'écrit :

$$OOB = \frac{\int_0^{\lambda_{eff}-\Delta\lambda} S(\lambda).L_\lambda(\lambda,T).d\lambda \; + \; \int_{\lambda_{eff}+\Delta\lambda}^{\infty} S(\lambda).L_\lambda(\lambda,T).d\lambda}{+\int_0^{\infty} S(\lambda).L_\lambda(\lambda,T).d\lambda} \tag{3.9}$$

où λ_{eff} et $S(\lambda)$ sont respectivement la longueur d'onde effective et la sensibilité spectrale relative du comparateur, $L_\lambda(\lambda,T)$ étant la densité spectrale de luminance du corps noir.

Le niveau de lumière hors bande peut être mesuré en effectuant un balayage du réseau sur l'ensemble du domaine spectral détecté (figure 3.5 à gauche), le comparateur visant une source monochromatique. La difficulté de cette méthode est d'estimer la transmittance du comparateur à 10^{-6} près, alors que la transmission maximale observée à $\lambda_{eff} = 800$ nm génère un photocourant de seulement 10^{-8} A. Le flux à mesurer dans les pieds de la courbe $S(\lambda)$ produit donc un photocourant de l'ordre de 10^{-14} A, soit un niveau comparable au bruit de Schottky. Cette mesure ne peut aboutir qu'après avoir maitrisé les effets de la lumière parasite, les perturbations électromagnétiques provenant du 50 Hz du secteur, la stabilité de source … Une seconde possibilité de mesurer la quantité de lumière hors bande consiste à placer un filtre réjecteur de bande de transmission τ_{notch} à l'entrée du monochromateur dans le but de couper la transmission du monochromateur dans la bande utile comprise entre $\lambda_{eff} - \Delta\lambda$ et $\lambda_{eff} + \Delta\lambda$ (figure 3.6)

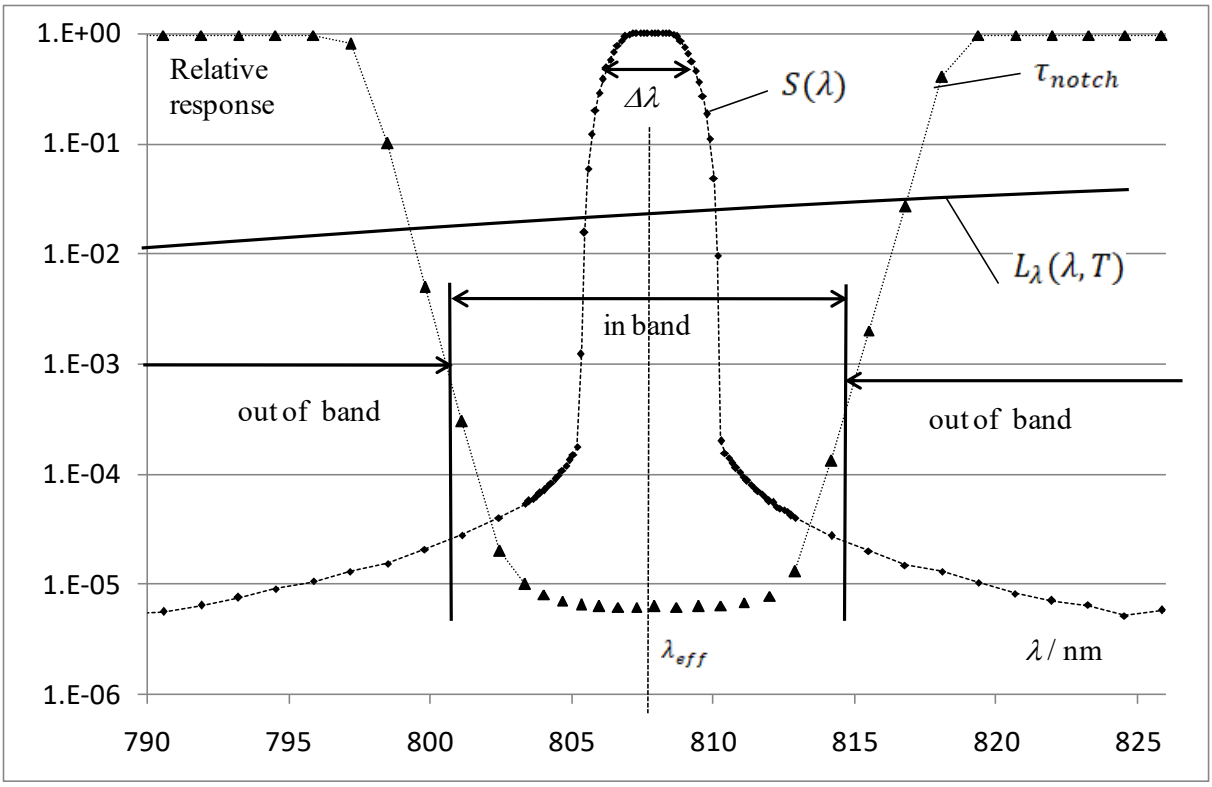


Figure 3.6 : Mesure de la lumière hors bande du comparateur de luminances à l'aide d'un filtre réjecteur de bande (filtre notch). Le niveau de lumière hors bande est égal à l'intégrale du produit des trois courbes, divisée par $\int_0^\infty S(\lambda).L_\lambda(\lambda,T).d\lambda$. Les frontières entre lumière "out of band" et "in band" sont définies arbitrairement lorsque le produit $S(\lambda).\tau_{notch}$ est minimal.

Dans cette configuration, le comparateur de luminances ne mesure que la lumière hors bande (numérateur de l'équation 3.9 multiplié par la transmission du filtre) intégrée sur tout le spectre du corps noir. Une seconde mesure sans le filtre (dénominateur de l'équation 3.9) permet de déduire l'expression de la lumière hors bande. Cette méthode directe est moins sensible au seuil de détection de la photodiode car le flux lumineux est mesuré sur la totalité du spectre du corps noir, et non point par point suivant la première méthode. Il est par contre nécessaire de caractériser la transmission du filtre sur tout son domaine spectral, notamment dans la bande de coupure $\lambda_{eff} - \Delta\lambda$ et $\lambda_{eff} + \Delta\lambda$ avec une exactitude de l'ordre de 10^{-5} près, car malgré la coupure du filtre, le signal transmis dans cette bande est comparable à celui mesuré sur le reste du spectre.

La confrontation des deux méthodes très différentes de la lumière hors bande fourni des résultats en accord. Elle est justifiée par le niveau significatif de la correction qui varie de $6{,}7.10^{-5}$ au point du cuivre à $4{,}3.10^{-5}$ au point de Re-C soit 69 mK et 181 mK respectivement.

3.4.2. Linéarité du comparateur de luminances

La linéarité du comparateur de luminances est mesurée par une méthode d'addition de flux sur un domaine de photocourants compris entre de 0,5 nA et 0,5 µA. Ces valeurs correspondent, pour $\lambda_{eff} = 800$ nm, à un domaine de températures comprises entre 1080 °C et 2800 °C. Les mesures sont effectuées à l'aide d'un des deux fours à haute température utilisé comme source corps noir à température variable. Le dispositif permet de caractériser les écarts à la linéarité sur l'ensemble du domaine de photocourants avec une sensibilité relative de l'ordre de quelques 10^{-5}, soit une incertitude sur la linéarité de l'ordre de 10 mK sur l'ensemble du domaine de température.

3.4.3. Correction de l'effet de taille de source

L'effet de taille de source (SSE pour size of source effect) est une correction qui provient de la lumière parasite générée par la diffraction sur les diaphragmes, des aberrations des lentilles et des réflexions sur les parois internes de l'instrument. Une partie du flux lumineux mesuré par l'instrument provient de l'environnement de la source qui n'est pas exactement délimitée par le diaphragme de champ. Ce flux additionnel, qui croît avec la surface de la source biaise la réponse de l'instrument. Caractériser l'effet de taille de source revient à estimer la correction à appliquer au photocourant et à l'exprimer en fonction des dimensions de la source.

L'effet de taille de source (SSE) du comparateur de luminances est une composante importante de l'incertitude de réalisation de l'EIT-90 car l'extrapolation depuis le point du cuivre vers les hautes températures impose de travailler avec des fours de dimensions et de distributions de température très différentes. L'installation d'une pupille de Lyot (diaphragme placé dans une région où le faisceau est cylindrique limitant l'ouverture angulaire de la pupille d'entrée) associée à d'autres améliorations telles que le réalignement des miroirs, l'installation de baffles à des endroits choisis ou encore la mise en place de parois absorbantes dans le visible ont permis de réduire le SSE d'un ordre de grandeur.

L'effet de taille de source du comparateur de luminances est mesuré par la méthode indirecte. Cette méthode consiste à ne mesurer que le flux parasite en couvrant le diaphragme de champ dans le plan d'une source lambertienne étendue. Le flux résultant est alors mesuré en fonction de l'ouverture de la source (figure 3.7).

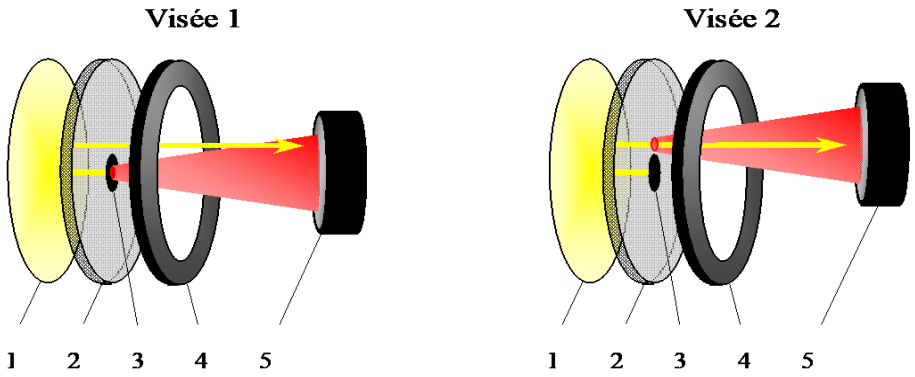


Figure 3.7 : Mesure de l'effet de taille de source du comparateur de luminances par la méthode indirecte. Un dépôt occultant (3) est gravé sur un disque de quartz (2) placé devant la source étendue (1) sur laquelle un diaphragme (4) est monté. Le SSE est mesuré lors de la visée 1, la stabilité de la sphère, lors de la visée 2.

Pour un rayon r de diaphragme donné, l'effet de taille de source $SSE\ (r)$, mesuré dans le plan de focalisation de l'instrument, est exprimé par le rapport des réponses de l'instrument des visées 1 et 2 :

$$SSE\ (r) = \frac{u_{spot}(r) - u_{offset}}{u_{sphere}(r) - u_{offset}} \tag{3.10}$$

où $u_{spot}(r)$ est la mesure correspondant à la visée 1, $u_{sphere}(r)$ est la mesure correspondant à la visée 2 et u_{offset}, la tension correspondant au courant d'obscurité. Cette méthode ne permet pas de caractériser le SSE pour un rayon *r* inférieur à celui du spot occultant, alors que le flux provenant de cette surface génère un SSE important car proche de l'axe optique. Cette particularité est contournée car l'instrument est systématiquement utilisé comme comparateur de deux sources de rayon r_a et r_b toujours supérieurs à celui du spot occultant. Dans ce cas, et en considérant les sources comme lambertiennes, la correction C_{SSE} à appliquer au rapport des deux mesures s'écrit :

$$C_{SSE} = \frac{1 + SSE(r_b)}{1 + SSE(r_a)} \cong 1 + SSE(r_b) - SSE(r_a) \tag{3.11}$$

Dans la plupart des cas, la distribution radiale de la luminance dans le plan des sources n'est pas lambertienne car les fours dans lesquels les points fixes sont mises en œuvre sont équipés de diaphragmes positionnés en avant de ces points fixes, donc à des températures très différentes. Ces diaphragmes contribuent à l'effet de taille de source malgré le fait qu'ils soient disposés hors plan focal [51]. Une bonne approximation de la distribution de la luminance dans

le plan de visée de l'instrument peut être obtenue en sommant la contribution de chaque diaphragme après qu'ils aient été projetés homothétiquement suivant le grandissement de l'instrument. La figure 3.8 montre la projection de n diaphragmes de rayons $r_1, r_2, \dots, r_n$ supposés à températures constantes $T_1, T_2, \dots, T_n$.

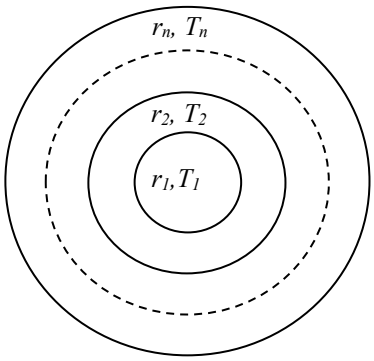


Figure 3.8: Décomposition de la scène thermique vue par l'instrument en anneaux de luminances constantes.

La correction de l'effet de taille de source C_{SSE} est estimée en sommant les contributions des différents anneaux suivant l'équation 7.12, où $r_0 = 0, r_n = r_b$ et $r_p = r_a$. $L(\lambda, T_i)$ est la luminance du i^e anneau à la température T_i. En pratique $L(\lambda, T_i)$ est calculée à partir de la mesure pyrométrique de température de chaque anneau.

$$C_{SSE} = \frac{\sum_{i=1}^{n} \pi\,(r_i^2 - r_{i-1}^2).L(\lambda, T_i)\,.SSE(r_i - r_{i-1})}{\sum_{i=1}^{p} \pi\,(r_i^2 - r_{i-1}^2).L(\lambda, T_i).SSE(r_i - r_{i-1})} \tag{3.12}$$

L'amélioration du SSE du comparateur de luminances a été l'une des préoccupations de ces dernières années. Le remplacement de la pupille d'entrée par une pupille de Lyot (respectivement 5 et 4 figure 3.3), la réduction des ouvertures entre les compartiments ainsi que la pose d'écrans à proximité du réseau et des ouvertures du monochromateur ont permis de réduire d'un facteur 5 à 10 le niveau de SSE suivant les pupilles utilisées. La figure 3.9 montre les mesures de SSE avant et après améliorations.

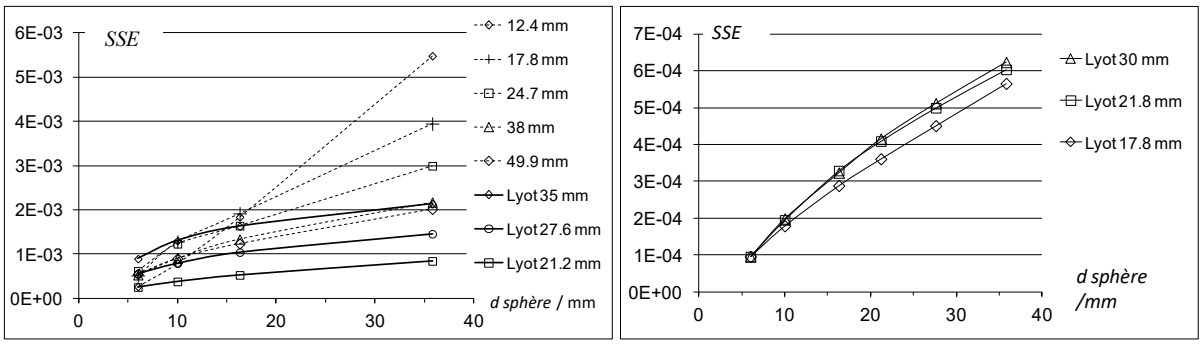


Figure 3.9 : Effet de taille de source du comparateur de luminances avant et après mise en place de la pupille de Lyot (à gauche) puis après isolation des compartiments et réduction des réflexions parasites.

Exprimée en kelvin, les corrections de SSE valent respectivement 33 mK, 21 mK, 34 mK et 64 mK aux points de Cu, Co-C, Pt-C et Re-C. La correction est supérieure à la température du point du Cu par rapport à celle du point de Co-C car les diamètres des fours sont différents.

3.4.4. Autres caractérisations du comparateur de luminances

Au cours des dix dernières années, un travail important a été effectué sur la stabilité du comparateur de luminances. Sa dérive pouvait atteindre 80 mK sur une durée de 90 mn qui est sensiblement la durée moyenne d'un palier de congélation d'une cellule de cuivre. Cette dévire étaient générée par des effets spatiaux ou/et spectraux cumulés et parfois difficiles à mettre en évidence, tels que les variations de température ambiante, une instabilité mécanique agissant sur la fonction d'appareil du comparateur (rotation du réseau, déplacement des fentes d'entrée ou/et de sortie du monochromateur …), la rectitude des rails de déplacement, la stabilité thermique du convertisseur courant/tension, les perturbations électromagnétiques provenant du secteur, la lumière parasite … Ce travail de fond a été continument renouvelé. En dix ans, l'incertitude de réalisation de l'EIT-90 sur le domaine de température de 1100 °C à 3000 °C a été réduite d'un facteur 2 à 3.

3.5. Réalisation de l'EIT-90 à partir de pyromètres monochromatiques

En complément du comparateur de luminances, le LCM dispose de deux pyromètres commerciaux LP3 et LP5 (Linear Pyrometer) fournis par l'institut allemand KE. Ils sont équipés d'une photodiode à Si pour des mesures dans le visible (1000 °C < T < 3500 °C) ainsi qu'un LP5 équipé d'une photodiode InGaAs pour des mesures dans l'infrarouge (0 °C < T < 1000 °C). Les trois pyromètres sont construits de manière similaire. La sélection spatiale est définie par

un diaphragme de champ et une pupille d'entrée placée dans une zone où le faisceau est collimaté. La sélection spectrale est assurée par des filtres interférentiels de différentes longueurs d'ondes centrées entre 650 nm et 950 nm, pour une largeur comprise entre 10 nm et 20 nm (figure 3.10).

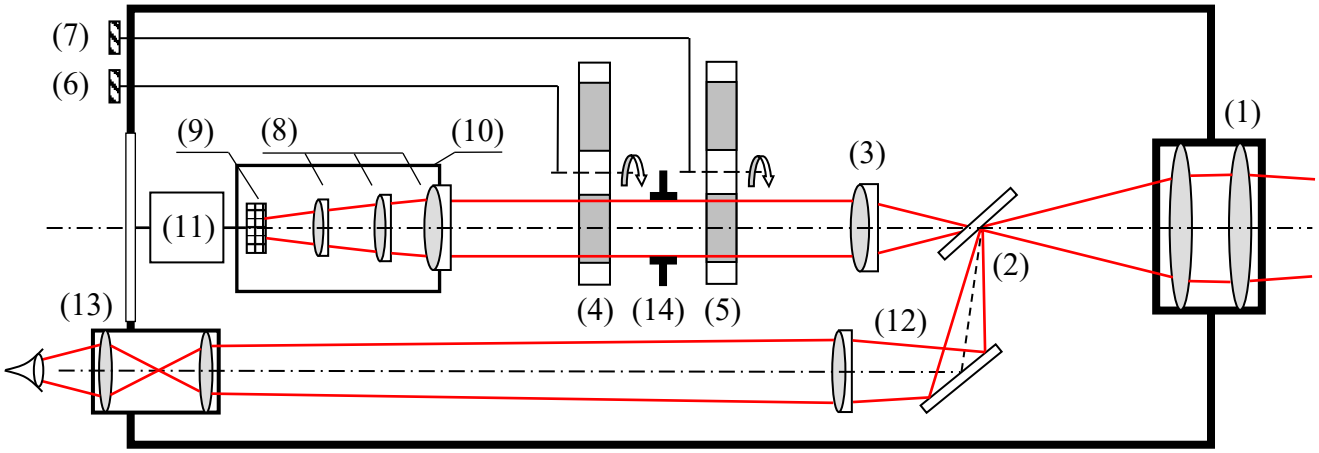


Figure 3.10 : Schéma des principaux composants du pyromètre KE LP3. Objectif (1), diaphragme de champ (2), lentille de mise en forme du faisceau (3 et 8), roues à filtres (4) et (5), commandes des roues à filtres (6) et (7), photodiode (9), cellule thermostatée (10), convertisseur courant/tension (11), système de renvoi (12), oculaire (13), pupille d'entrée (14).

Ces types de pyromètre sont généralement utilisés pour des comparaisons de corps noirs ou des mesures de stabilité des points fixes. Leur étalonnage n'est donc pas nécessaire, sauf dans certains cas, notamment lorsqu'ils sont utilisés dans le cadre de comparaisons internationales (Projet Euramet 658) ou de prestations d'étalonnage au plus haut niveau d'exactitude. Tout comme celle du comparateur de luminances, leur caractérisation requiert la mesure de la sensibilité spectrale relative, de l'effet de taille de source et de la linéarité [49].

Les mesures de SSE et de linéarité sont très similaires à celles développées pour le comparateur de luminances. La mesure de la sensibilité spectrale relative des pyromètres est en revanche légèrement différente car elle nécessite une source monochromatique accordable de manière à pouvoir balayer tout le domaine spectral. Cette source doit être lambertienne et étendue pour couvrir la totalité de la surface du diaphragme de champ. L'incertitude $u_{\lambda_{eff}}$ est de l'ordre de 0,1 nm pour des longueurs d'onde effectives λ_{eff} comprises entre 650 nm et 950 nm. Elle provient essentiellement de l'inhomogénéité de la luminance sur le diaphragme de champ de l'instrument et est donc environ dix fois supérieure à celle du comparateur de luminances. Il

faut toutefois noter que pour une extrapolation depuis le point du cuivre à 2500 °C, une incertitude $u_{\lambda_{eff}} = 0{,}1$ nm correspond à une incertitude $u_{T_{90}}$ de 350 mK.

La mesure des températures de fusion des points eutectiques de Co-C, Pt-C et Re-C dans l'EIT-90 autorise l'utilisation directe de ces points fixes pour l'étalonnage de pyromètres par la méthode de Sakuma-Hattori [52]. Cette méthode consiste à étalonner l'instrument à partir d'au moins trois points fixes de températures connues. Elle a pour avantage de ne nécessiter ni la mesure de sensibilité spectrale relative, ni celle de linéarité de l'instrument. Elle est utilisée dans certains cas, notamment pour le développement de fours de recherche, dont la mesure de l'émissivité totale est requise, ou encore pour des prestations d'étalonnage d'instruments, nécessitant la caractérisation de la température de luminance d'une cavité corps noir de transfert.

3.6. Mesure de la sensibilité spectrale des pyromètres monochromatiques

Au LCM, la sensibilité spectrale relative $S(\lambda)$ des pyromètres LP3 et LP5 est mesurée pour chaque longueur d'onde λ par comparaison de la réponse du pyromètre à celle d'un détecteur piège étalonné en sensibilité spectrale. La source est composée d'une lampe associée à un monochromateur. La courbe $S(\lambda)$ est obtenue en balayant la longueur d'onde du monochromateur sur l'ensemble du domaine spectral du filtre. La figure 3.11 montre une mesure de sensibilité spectrale relative du pyromètre LP3 pour le filtre interférentiel à 650 nm.

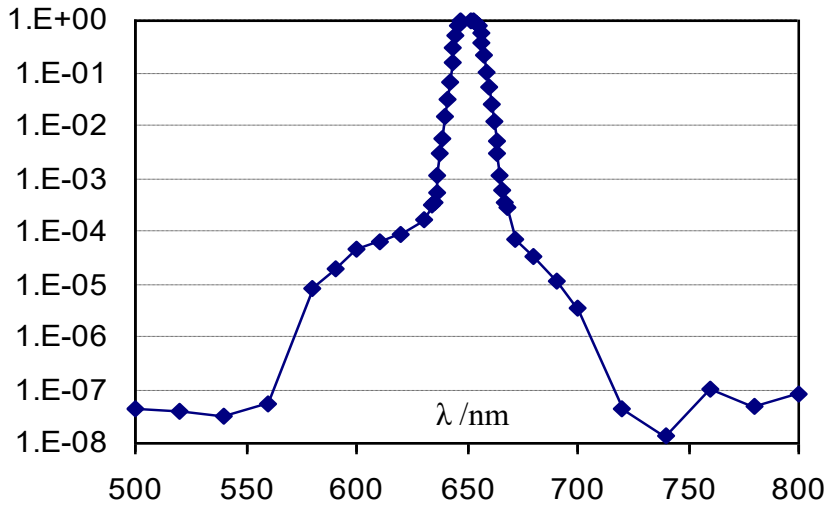


Figure 3.11 : Sensibilité spectrale relative $S(\lambda)$ normalisée du pyromètre LP3.le taux de réjection hors bande au-delà de 800 nm est également mesuré.

Le paragraphe suivant décrit le principe de mesure de la température thermodynamique par voie radiométrique. Cette mesure absolue permet d'affecter une température, non plus à partir d'un artefact (point de congélation de l'argent, de l'or ou du cuivre dont la température est définie dans l'EIT-90) mais par un raccordement direct au SI via le watt et le mètre. Le luminancemètre, élément central du dispositif nécessaire à la caractérisation absolue du comparateur de luminances est introduit. Un bilan d'identification des biais portant sur la mesure de la température thermodynamique et une estimation des incertitudes qui sont liées sont présentés. Le processus de mesure de la température thermodynamique des points fixes de Cu, Co-C, Pt-C et Re-C fabriqués au LCM est ensuite décrit.

4. Mesure de la température thermodynamique des points fixes de Cu, Co-C, Pt-C et Re-C

Les points fixes de Co-C, Pt-C et Re-C ont été particulièrement étudiés par l'ensemble de la communauté scientifique depuis une quinzaine d'année [53] [54] [55] [56]. Ces trois PFHT ont émergé car ils ont présenté des dispositions particulières : le point de Co-C est attractif, d'une part car son prix est abordable, d'autre part car sa température de fusion $T_f(Co-C) \cong 1324$ °C ne le limite pas aux seules mesures pyrométriques, ce point étant également utilisé en thermométrie par contact. En contrepartie, la dilatation différentielle entre le lingot d'eutectique et le creuset en graphite fragilise et écourte la durée de vie des cellules. Ce point fixe a été à l'origine des deux avancées technologiques notables sur les eutectiques : les cellules hybrides et la méthode de remplissage par piston. Le point de Pt-C est sûrement le plus simple à réaliser car sa viscosité est proche de celle des métaux purs. Son coefficient de dilatation thermique est proche de celui du graphite, ce qui lui assure une bonne robustesse, donc une bonne longévité. Le Re-C présente les mêmes avantages que le Pt-C avec toutefois une fluidité moins importante de l'eutectique à l'état liquide. Sa température de fusion importante $T_f(Re-C) \cong 2474$ °C, en fait un point incontournable en pyrométrie. Ce point fixe a sensibilisé les LNM à travailler sur les conditions thermiques des fours à haute température et notamment sur leur homogénéité [57]. En contrepartie, ce métal, tout comme le platine, est couteux (5000 € pour environ 100 g de métal contenus dans une cellule).

La mesure de la température thermodynamique des trois points eutectiques a été complétée par celle du cuivre, car sa température $T_c(Cu) = 1084{,}62$ °C est connue. Cette mesure additionnelle permet donc de mettre en évidence d'éventuels biais de mesure. La méthode de mesure de la température thermodynamique développée au LCM est une méthode radiométrique similaire à celle développée au NIST (Etats-Unis). Elle consiste à caractériser la sensibilité spectrale absolue du comparateur de luminances à l'aide une source lambertienne monochromatique. La luminance de la source est mesurée de manière absolue par un détecteur piège raccordé au radiomètre cryogénique, référence primaire de flux lumineux au LCM [58] [59].

4.1. Principe de mesure de la température thermodynamique d'un corps noir au comparateur de luminances

La température thermodynamique T d'un corps noir est déduite de la mesure de sa densité spectrale de luminance $L_\lambda(\lambda, T)$ par la loi de Planck, que l'on peut écrire, sous la forme de T en exprimé en fonction de $L_\lambda(\lambda, T)$:

$$T = \frac{c_2 n^2}{\lambda_0} \frac{1}{ln\left(1 + \frac{c_1 n^3}{\pi \lambda_0^5} \frac{1}{L_\lambda(\lambda, T)}\right)} \tag{4.1}$$

La densité spectrale de luminance du corps noir à la température T est mesurée au comparateur de luminances. Sa réponse $u(T)$ s'écrit :

$$u(T) = K \int_0^\infty S(\lambda) \, . L_\lambda(\lambda, T) . d\lambda \tag{4.2}$$

où $S(\lambda)$ est la sensibilité spectrale de l'instrument et K, est une constante proche de 1 qui inclut les corrections de SSE et d'émissivité. La fonction d'appareil du comparateur de luminances, de l'ordre de quelques nanomètres, est suffisamment étroite par rapport au large spectre qu'émet le corps noir, pour faire l'approximation d'exprimer la relation (4.2) par un produit simple :

$$u(T) \cong K . S\left(\lambda_{eff}\right) . L_\lambda\left(\lambda_{eff}, T\right) \tag{4.3}$$

où $S\left(\lambda_{eff}\right)$ est définie par :

$$S\left(\lambda_{eff}\right) = \int_0^\infty S(\lambda) \, . d\lambda \tag{4.4}$$

avec λ_{eff}, la longueur d'onde effective :

$$\lambda_{eff} = \frac{\int_0^\infty S(\lambda) . \lambda . d\lambda}{\int_0^\infty S(\lambda) . d\lambda} \tag{4.5}$$

En remplaçant l'expression de $L_\lambda\left(\lambda_{eff}, T\right)$ définie dans l'équation (4.3) dans la loi de Planck définie par l'équation (4.1), on obtient :

$$T \cong \frac{c_2 n^2}{\lambda_{eff}} \frac{1}{ln\left(1 + \frac{c_1 n^3}{\pi \lambda_{eff}^5} \frac{K . S\left(\lambda_{eff}\right)}{u(T)}\right)} \tag{4.6}$$

Les grandeurs $u(T)$, $S(\lambda_{eff})$ et λ_{eff} intervenant respectivement dans les relations (4.3), (4.4) et (4.5) suffisent donc à définir la température thermodynamique exprimée dans la relation (4.6), K étant une correction liée à l'émissivité de la source et à l'effet de taille de source du comparateur de luminances. La mesure de $S(\lambda)$ permet de calculer $S(\lambda_{eff})$ à partir de (4.4) et λ_{eff} à partir de (4.5). Le principe de mesure est identique à celui de la sensibilité spectrale relative définie dans le § 3.3.2, à la différence près que $L_0(\lambda_{laser})$ doit être mesuré de manière absolue. Cette mesure est faite au moyen d'un luminancemètre. Les paragraphes suivants exposent le principe de fonctionnement du luminancemètre ainsi que le bilan des corrections.

4.2. Principe de fonctionnement du luminancemètre

Le luminancemètre (figure 4.1) est composé d'une sphère intégratrice dans laquelle est injecté un faisceau laser par l'intermédiaire d'une fibre optique, d'un détecteur piège et de deux diaphragmes de précision.

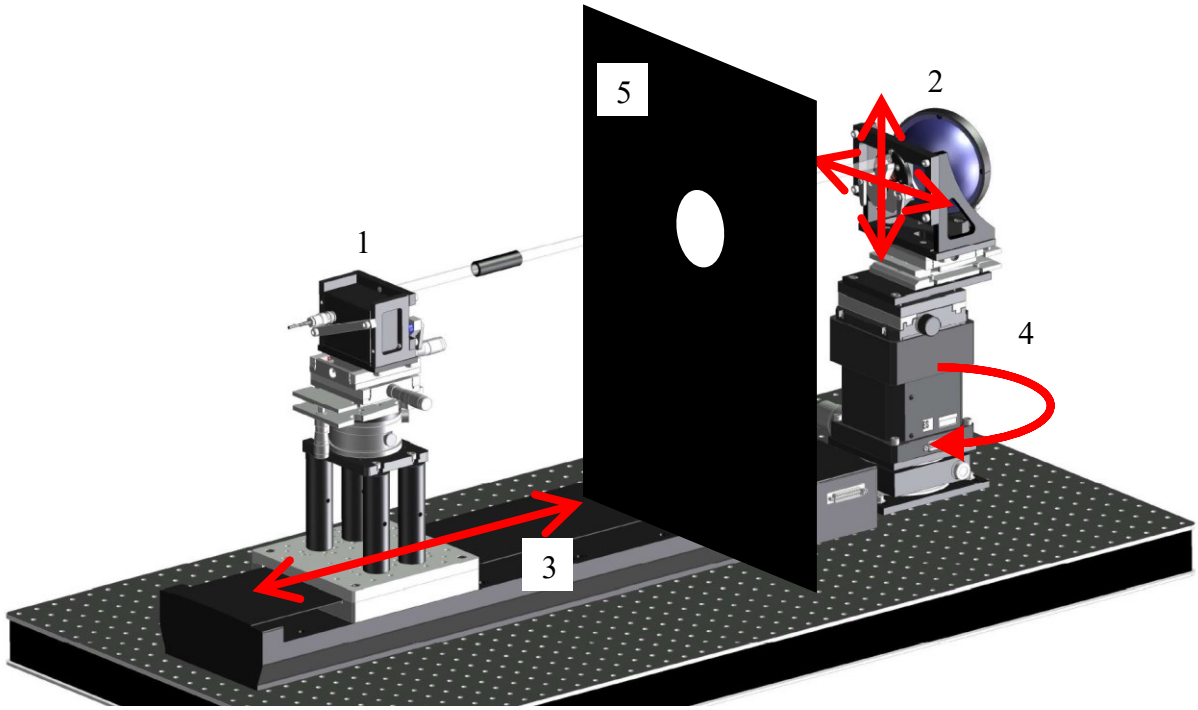


Figure 4.1 : Schéma du luminancemètre ouvert. Détecteur piège (1), sphère intégratrice (2), platine de translation (3), support de sphère comprenant deux translations et une rotation (4), baffle (5). Dimensions du marbre : 60 cm x 120 cm.

La luminance de la sphère est mesurée par le détecteur piège dans une étendue géométrique définie par les diaphragmes. L'un d'eux est fixé sur une monture supportant la sphère, le second, sur une monture supportant le détecteur piège. L'ensemble est placé dans un compartiment opaque fermé. Le détecteur piège est monté sur une platine de translation horizontale permettant

d'ajuster la distance entre les deux diaphragmes d'environ 25 cm à 75 cm dans le but de caractériser la lumière parasite. La sphère est montée sur deux platines de translation verticale et horizontale permettant de caractériser son homogénéité spatiale. Une platine de rotation supporte les deux translations. Elle assure le positionnement de la sphère face au détecteur piège (pour une mesure de la luminance) ou face au comparateur de luminances, pour la mesure de sa sensibilité spectrale.

4.3. Mesure de la luminance de la sphère intégratrice

La figure 4.2 montre le schéma de principe du luminancemètre lors d'une mesure de la luminance de la sphère.

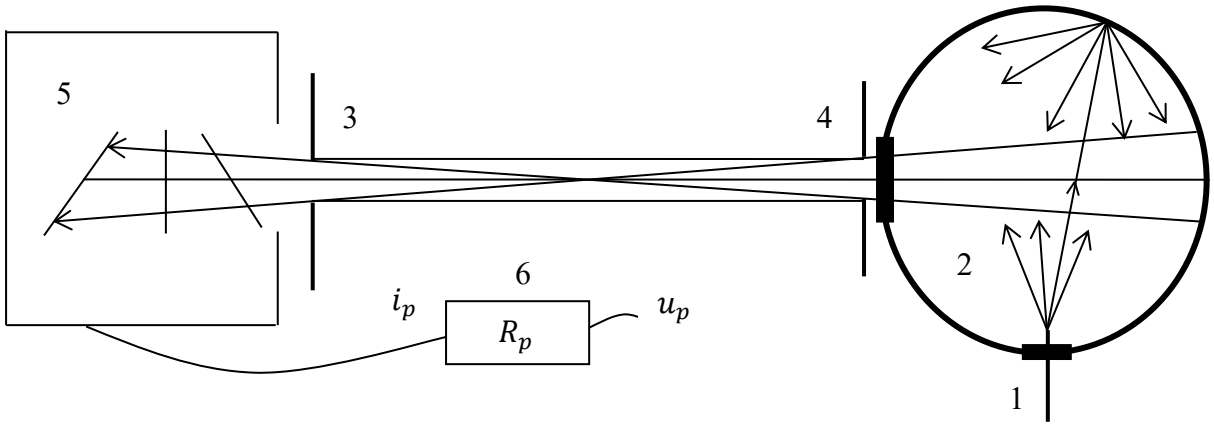


Figure 4.2 : Schéma de principe du luminancemètre. Le faisceau laser (1) injecté dans la sphère intégratrice (2) constitue une source monochromatique étendue quasi-lambertienne. Son flux lumineux est mesuré par le détecteur piège (5) à travers une étendue géométrique définie par les diaphragmes (3) et (4). Le convertisseur courant/tension (6) de transimpédance R_p amplifie le photocourant i_p en sortie de piège et délivre une tension $u_p = R_p . i_p$.

Dans cette configuration, les axes des perpendiculaires aux diaphragmes (3) et (4) sont confondus. La luminance L est alors définie par le rapport du flux élémentaire $d^2\phi$ émis par la sphère dans l'étendue géométrique d^2G définie par les deux diaphragmes :

$$L = \frac{d^2\phi}{d^2G} \tag{4.7}$$

Compte tenu que la distance d qui sépare les diaphragmes est grande devant leurs rayons r_1 et r_2, et étant donné que la sphère intégratrice est quasi-lambertienne, l'expression de la luminance $L_0(\lambda_{laser})$ de la sphère s'écrit :

$$L_0(\lambda_{laser}) = \frac{\phi(\lambda_{laser})}{G(d, r_1 r_2)} \tag{4.8}$$

où $\phi(\lambda_{laser})$ est le flux lumineux émis par la sphère à la longueur d'onde λ_{laser} du laser injecté. Ce flux $\phi(\lambda_{laser})$ est mesuré par le détecteur piège dont la sensibilité absolue S_p a été mesurée à l'aide du radiomètre cryogénique. Son expression est donnée par :

$$\phi(\lambda_{laser}) = \frac{i_p}{S_p} = \frac{u_p}{R_p . S_p} \tag{4.9}$$

où i_p, u_p et R_p sont définis dans la figure 8.2. L'étendue géométrique $G(d, r_1 r_2)$ est définie par :

$$G(d, r_1 r_2) = \frac{\pi}{2}\left(d^2 + r_1^2 + r_2^2 - \sqrt{d^2 + r_1^2 + r_2^2 - 4r_1^2 r_2^2}\right) \tag{4.10}$$

La luminance absolue de la sphère $L_0(\lambda_{laser})$ est donc entièrement définie par les relations (4.8), (4.9) et (4.10) une fois les grandeurs, d, r_1, r_2, S_p, u_p et R_p mesurées.

4.4. Estimation des corrections liées à la mesure de $L_0(\lambda_{laser})$

La mesure de $L_0(\lambda_{laser})$ nécessite de définir les grandeurs d, r_1, r_2, S_p, u_p et R_p avec une exactitude relative de l'ordre de quelques 10^{-4} pour une incertitude cible finale inférieure à 100 mK au point du cuivre. Ce niveau d'exactitude ne peut être atteint que par une caractérisation poussée de chacune de ces grandeurs avec une recherche systématique des biais.

4.4.1. Caractérisation de la sensibilité du détecteur piège

Le détecteur piège est composé de 3 photodiodes au silicium de grandes surfaces (18 mm x 18 mm) orientées de manière à renvoyer le faisceau réfléchi vers la suivante. Les deux premières photodiodes sont disposées à 45 ° de l'axe du faisceau incident alors que la troisième est montée perpendiculairement au faisceau (figure 4.3). La réflectivité de chaque photodiode étant de l'ordre de 10 %, ce montage en piège assure donc une mesure de flux lumineux à 10^{-5} près en valeur relative après les 5 réflexions. Ce type de détecteur a une stabilité relative de l'ordre 10^{-4} sur un an et sa réponse n'est pas sensible à la polarisation de la lumière.

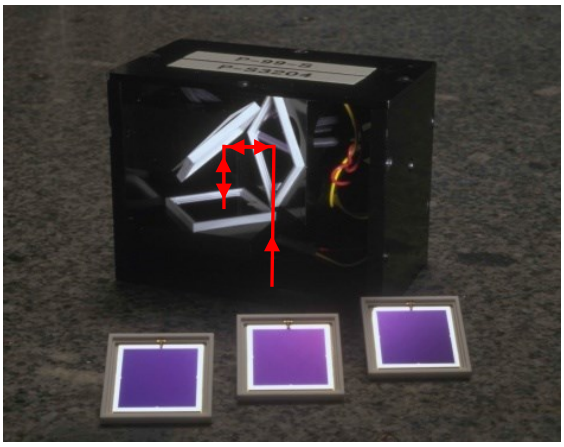


Figure 4.3: Chemin optique parcouru par le faisceau à l'intérieur du détecteur piège (ouvert en arrière-plan) et photodiodes seules démontées (premier plan).

La sensibilité absolue du détecteur piège (A/W) est mesurée par comparaison à un détecteur piège de référence raccordé directement au radiomètre cryogénique, référence radiométrique du LCM (figure 4.4). Son principe de fonctionnement consiste à égaler le flux lumineux, en watt, émis par un laser, à une puissance électrique, donc a raccorder le flux du laser directement au watt. La mesure est faite en injectant le laser dans la cavité corps noir du radiomètre de manière à mesurer son élévation de température par effet Joule. La puissance du faisceau laser est modulée à l'aide d'une roue dentée et la température du corps noir est maintenue constante par un chauffage électrique dont la puissance est mesurée. La sensibilité du radiomètre est obtenue en plaçant la cavité sous vide et en la maintenant à la température de l'hélium liquide à 4,2 K.

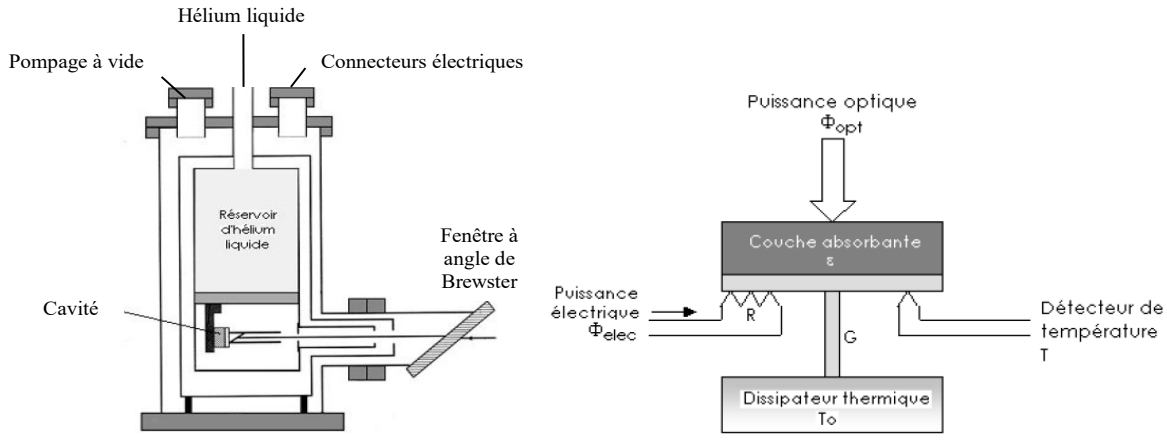


Figure 4.4 : Schéma du radiomètre cryogénique (à gauche) et son principe de fonctionnement (à droite).

Le détecteur piège installé dans le luminancemètre a été étalonné par l'intermédiaire d'un détecteur piège de référence, directement raccordé au radiomètre cryogénique. L'incertitude relative d'étalonnage est de $3{,}3.10^{-4}$.

4.4.2. Stabilité du flux lumineux dans la sphère intégratrice

La stabilité du flux lumineux dans la sphère est assurée par une boucle de rétro-réaction régulant la puissance du laser. Elle a été mesurée sur quelques heures par le suivi de la réponse du détecteur piège face à la sphère ; la mesure inclut donc la stabilité du détecteur piège. La longueur d'onde λ_{laser}, mesurée au lambdamètre, est stable à quelques picomètres, soit 2.10^{-6} en valeur relative. La figure 4.5 montre une mesure de la stabilité de la luminance de la sphère.

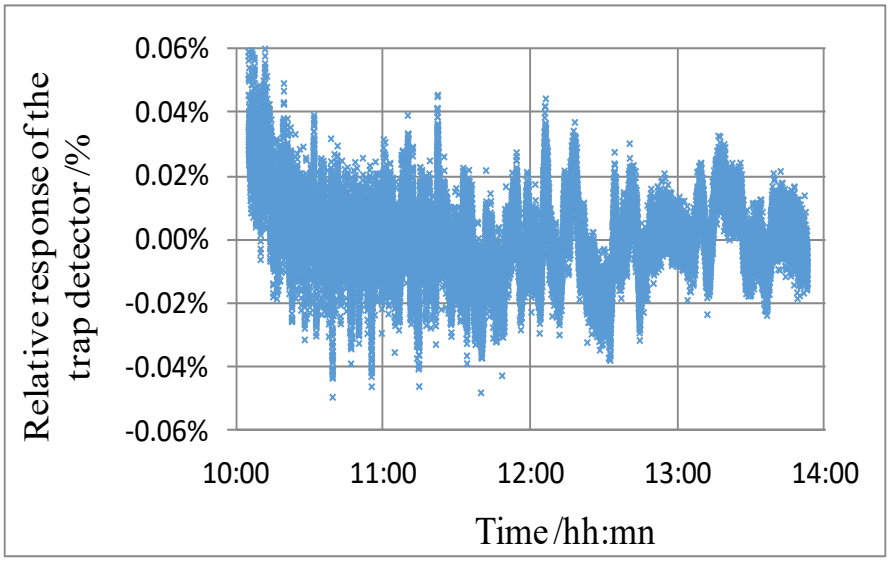


Figure 4.5 : Mesure de la stabilité de la luminance de la sphère intégratrice avec le luminancemètre.

L'incertitude sur la stabilité du signal est estimée à partir de l'écart-type des mesures à $1.7.10^{-4}$. Cette composante d'incertitude n'est pas prise en compte dans le bilan final car elle est déjà comprise dans l'incertitude portant sur la sensibilité du détecteur piège. La stabilité de la luminance de la sphère est donc meilleure que celle du détecteur piège.

4.4.3. Homogénéité spatiale de la luminance en sortie de sphère

Le flux mesuré par le luminancemètre provient de la surface entière du diaphragme monté sur la sphère (de diamètre 8 mm), alors que le diamètre du diaphragme de champ du comparateur de luminances est de l'ordre de 1 à 2 mm. L'étalonnage du comparateur face à la sphère dépend donc de l'homogénéité spatiale de la luminance dans le plan du diaphragme de sphère. Cette dernière est supposée lambertienne, mais l'incertitude cible de 100 mK sur la température finale des points fixes impose une caractérisation de l'homogénéité de la luminance de la sphère avec une exactitude de l'ordre de quelques 10^{-4}.

La luminance en sortie de diaphragme de sphère est mesurée avec le comparateur de luminances équipé de son plus petit diaphragme de champ de diamètre 0,5 mm. La cartographie est obtenue par balayages verticaux et horizontaux de la sphère, par pas de 0,5 mm, le comparateur restant fixe (figure 4.6).

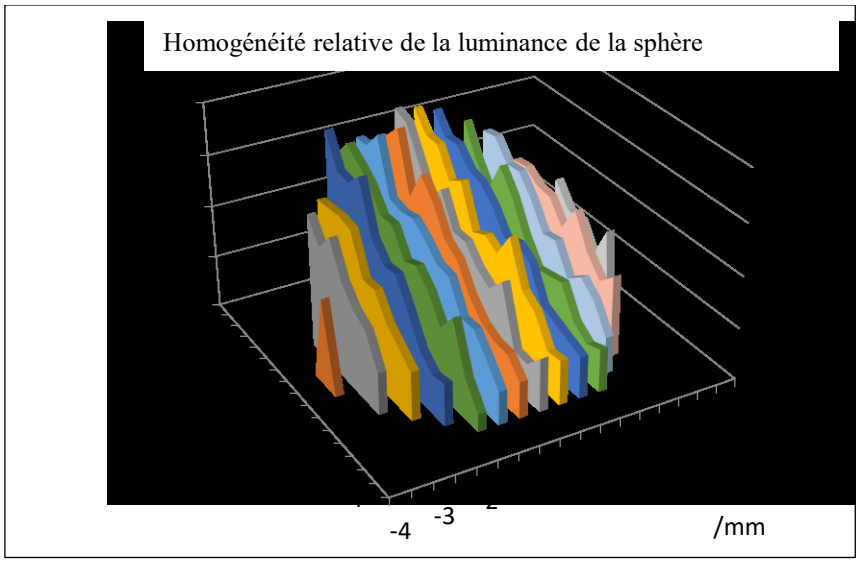


Figure 4.6 : Cartographie de la luminance dans le plan du diaphragme de sphère normalisé à 1 au centre.

La luminance moyenne intégrée sur la surface de la sphère est donnée par :

$$L_0(r_1) = \frac{\iint_{-r_1}^{r_1} L(x,y)dxdy}{\pi\, r_1^2} \tag{4.11}$$

La correction de luminance à appliquer au comparateur est donnée par le rapport :

$$C_{inho} = \frac{L(0,0)}{L_0(r_1)} \tag{4.12}$$

où $L(0,0)$ est la luminance au centre du diaphragme de sphère, intégrée sur la surface du diaphragme de champ du comparateur de luminances. La figure 4.6 montre que l'homogénéité de la luminance varie linéairement suivant l'axe vertical. La correction de la luminance de la sphère C_{inho} est donc égale 1,0000 car la luminance $L(0,0)$ est égale à la luminance moyenne $L_0(r_1)$ sur toute la surface sur la surface du diaphragme. L'incertitude relative sur la correction est estimée par l'écart-type des mesures prises sur la totalité de la surface du diaphragme, soit $2{,}5.10^{-4}$

La mesure de $L_0(r_1)$ est limitée par le vignettage de la visée du comparateur sur la périphérie du diaphragme. La cartographie n'est donc pas mesurée sur la totalité de la surface du diaphragme de 8 mm, mais sur seulement 6,5 mm environ. La caractérisation de la luminance de la sphère n'est donc possible que pour les 2/3 de la surface du diaphragme. Une extrapolation des mesures à partir du centre avait été faite lors de la précédente mesure de *T* datant de 2009 mais cette méthode avait généré une composante d'incertitude grande devant les autres, limitant donc sa validité. Pour cette raison, le cahier des charges de ce nouveau luminancemètre a été entièrement revu. Les diaphragmes sont dorénavant montés sur des supports rigides permettant de démonter la sphère ou le détecteur piège sans modifier l'étendue géométrique. Cette nouvelle configuration permet de caractériser l'homogénéité de la sphère avec un diaphragme de 10 mm, (soit environ 8,5 mm utile) et ensuite revenir au diaphragme de 8 mm. L'homogénéité de la luminance est donc caractérisée sur la totalité de sa surface. La mesure a été validée après avoir vérifié que les cartographies issues des deux diaphragmes avaient non seulement la même distribution de luminance sur leur surface commune, mais également le même niveau de signal.

4.4.4. Alignement des diaphragmes et mesure de la distance qui les sépare

Les diaphragmes du luminancemètre ont des diamètres nominaux de 6 mm pour le détecteur piège et 8 mm pour la sphère. Ils sont placés sur des montures rigides et sont alignés par autocollimation sur un axe parallèle à celui de la platine de translation (figure (4.1). La distance *d* qui les sépare est mesurée par des piges étalonnées. Cette mesure par contact est suffisante. Son incertitude relative est de 7.10^{-5} pour une distance entre diaphragmes de 600 mm.

4.4.5. Mesure de la surface des diaphragmes

Les diamètres des diaphragmes (6 mm pour le détecteur piège et 8 mm pour la sphère) sont mesurés par voie optique car leur très faible épaisseur (de l'ordre de 10 µm) interdit toute mesure par contact [60]. Le dispositif de mesure a été conçu au LCM. Il est composé d'un microscope fixe visant la périphérie du diaphragme, celui-ci étant monté sur deux platines de translation perpendiculaires. L'instrument est étalonné par une mesure préalable sur une cale étalon. L'incertitude relative de chacun des diaphragmes, estimée à partir de cette méthode est de $2{,}5.10^{-4}$.

La dernière comparaison internationale de mesure de diaphragmes CCPR-S2 (Supplementary Comparison of Area Measurements of Apertures for Radiometry) dont les résultats ont été

publiés en 2007, a engagé 10 laboratoires nationaux de métrologie (PTB, NPL, LNE-INM, VNIIOFI, MIKES, BIPM, OMH, NIST et NRC). Cette comparaison a mis en évidence des dispersions supérieures aux incertitudes données par chaque LNM [61]. Le LCM a choisi de tenir compte de cette comparaison clé pour corriger l'écart entre ses propres mesures et la moyenne consensuelle. Cette correction est égale à l'écart entre les mesures faites au LNE-CNAM et la moyenne arithmétique de l'ensemble des mesures des autres LNM pour le diaphragme de 5 mm, le plus proche de ceux utilisés pour le luminancemètre (figure 4.6). Elle est égale à $4{,}6.10^{-4}$.

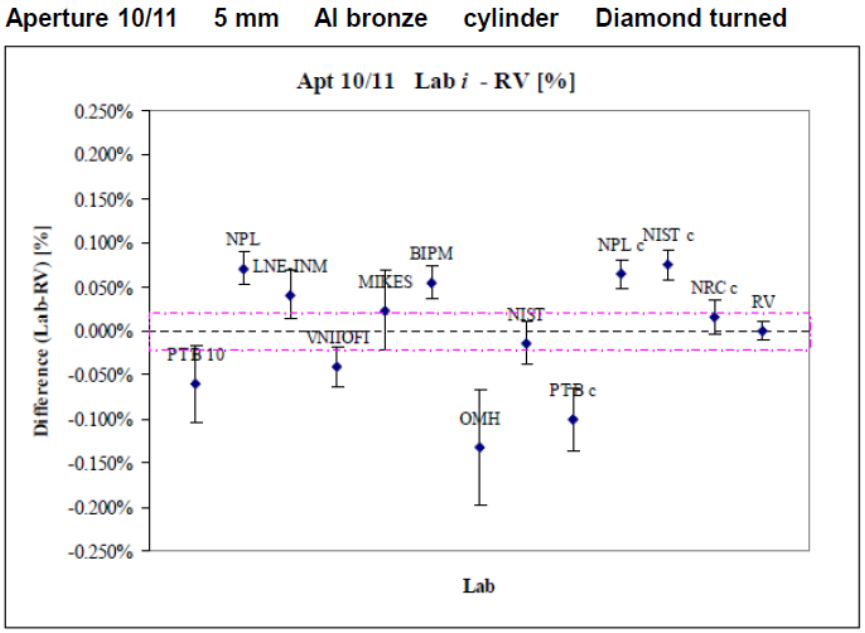


Figure 4.6 : Résultats de mesure d'un diaphragme dans le cadre de la comparaison clé CCPR-S2. La dispersion des mesures n'est pas encadrée par l'incertitude donnée par chaque LNM [61].

Il est important de noter que l'application de cette correction est justifiée par une meilleure exactitude des mesures par contact qui nécessitent en contrepartie une épaisseur minimale des diaphragmes de l'ordre de 70 µm à 80 µm.

4.4.6. Etalonnage des convertisseurs courant-tension

La transimpédance du convertisseur courant/tension en sortie de détecteur piège a une valeur nominale fixe de 10^7 V.A^{-1}. Elle est mesurée avec un pont de Wheastone étalonné avec une incertitude relative de $1{,}4.10^{-4}$ incluant sa non-linéarité.

Le comparateur de luminances est équipé du même convertisseur courant/tension. Il fonctionne avec une transimpédance unique de 10^8 V.A^{-1} pour la mesure Sphère/Cu/Co-C, mais le changement de transimpédance de 10^8 V.A^{-1} à 10^7 V.A^{-1} est nécessaire pour la mesure

Sphère/Cu/Pt-C, ou de 10^8 V.A^{-1} à 10^6 V.A^{-1} pour la mesure Sphère/Cu/Re-C. L'incertitude relative sur la valeur de la transimpédance est de $1{,}8.10^{-5}$ dans le premier cas et de $1{,}4.10^{-4}$ dans le second.

4.4.7. Lumière parasite dans le luminancemètre

Le luminancemètre est monté sur un marbre dans un boîtier le protégeant de la lumière extérieure. L'intérieur est recouvert d'un tissu diffusant réduisant les éventuelles réflexions spéculaires provenant de la sphère. Un baffle opaque équipé d'un diaphragme à iris, par lequel passe le faisceau lumineux, est placé entre la sphère et le détecteur piège. Son rôle est de cloisonner la source en limitant les réflexions parasites vers le détecteur.

Ces précautions sont insuffisantes pour éliminer en totalité lumière parasite détectée, qui comme les autres composantes, doit être estimée à quelques 10^{-4} près en valeur relative. Le détecteur piège mesure donc un flux biaisé dont une partie provient de la diffraction de Fresnel sur le diaphragme à iris, et une autre, de la lumière parasite qui est diffusée dans le boitier. Dans ces conditions, le flux total $\Phi_T(d)$ mesuré peut s'écrire :

$$\Phi_T(d) = \Phi_N(d) + \Phi_F(d) + \Phi_D(d) \tag{4.13}$$

où $\Phi_N(d)$ est le flux net, sans diffraction ni diffusion, $\Phi_F(d)$, le flux généré par la diffraction de Fresnel seule, et $\Phi_D(d)$, le flux diffusé dans le boîtier. Les expressions de ces trois composantes s'écrivent :

$$\Phi_N(d) = G(d, r_1, r_2).L_0(\lambda_{laser}) \tag{4.14}$$

$$\Phi_F(d) = C_F(d).G(d, r_1, r_2).L_0(\lambda_{laser}) \tag{4.15}$$

$$\Phi_D(d) = G(d, r_1, r_2).C_D(d).d \tag{4.16}$$

où $C_F(d)$ est la correction de la diffraction de Fresnel ($0 \leq C_F(d)$ et $C_F(d) \ll 1$). Elle est estimée à l'aide d'un logiciel développé par le NIST. Elle est comprise entre 2.10^{-4} et 10.10^{-4} pour une ouverture du diaphragme à iris de 40 mm à 12 mm respectivement.

L'expression (4.16) provient d'un modèle fondé sur une mesure sans baffle, donc sensible à la diffusion, mais avec une diffraction minimale. Cette mesure a permis de mettre en évidence les variations linéaires du flux $\Phi_D(d)$ avec d (figure 4.7). Il est important de remarquer que ce modèle n'impose aucune condition sur la valeur du coefficient $C_D(d)$ qui peut être positif, négatif ou nul.

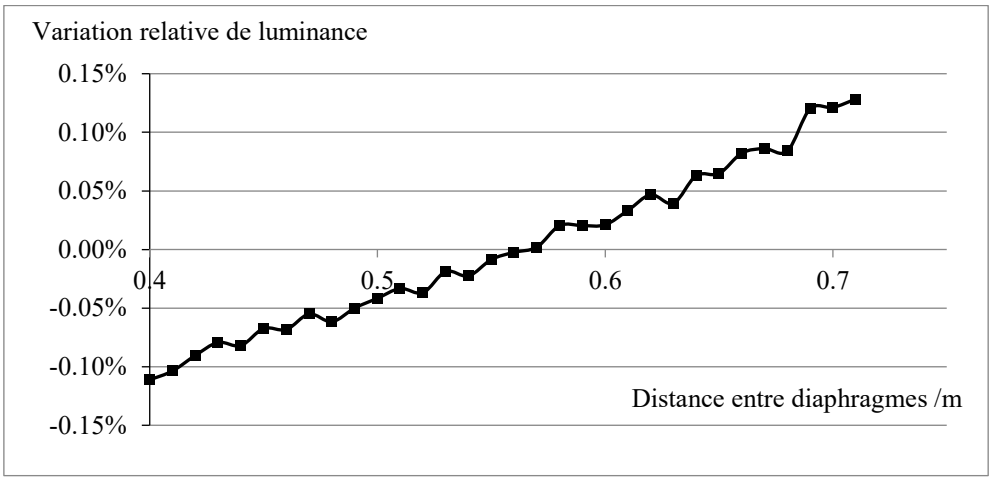


Figure 4.7 : Variation relative de la luminance en fonction de la distance qui sépare les diaphragmes. Les variations linéaires valident le modèle de l'équation 4.16.

En remplaçant les expressions du flux (4.14), (4.15) et (4.16) dans (4.13) on obtient celle de la luminance mesurée par le détecteur piège :

$$L_T(d) = \frac{\Phi_T(d)}{G(d, r_1, r_2)} = [1 + C_F(d)].L_0(\lambda_{laser}) + C_D(d).d \qquad (4.17)$$

Qui, pour $C_F(d) \ll 1$ s'écrit :

$$L_T(d) \cong L_0(\lambda_{laser}) + C_D(d).d \qquad (4.18)$$

La mesure de la luminance $L_T(d)$ à différentes distances *d* suffit donc à déterminer la correction $C_D(d)$ à partir de la relation (4.18), donc le flux diffusé $\Phi_D(d)$ à partir de (4.16). Cette mesure a été faite pour plusieurs ouvertures du diaphragme à iris dans le but d'éviter le cas particulier où la décroissance du flux diffracté serait compensée exactement par l'augmentation du flux diffusé. La figure (4.8) montre que le coefficient $C_D(d)$ est nul, donc que le flux diffusé l'est aussi, quelle que soit l'ouverture de l'iris comprise entre 12,5 mm et 30 mm. L'incertitude sur $C_D(d)$ est estimée à partir de la dispersion des mesures pour une ouverture donnée du diaphragme à iris. Elle est égale à $1{,}0.10^{-4}$ en valeur relative.

Les températures thermodynamiques des PFHT ont été mesurées avec une ouverture fixe du diaphragme à iris de 30 mm. La correction de $2{,}5.10^{-4}$ estimée à partir du logiciel du NIST n'a pas été appliquée car les mesures de la figure 4.8 n'ont pas confirmé de variations de luminance avec la distance *d*, pour les ouvertures du diaphragme à iris comprises entre 12.5 mm et 30 mm.

La correction $C_F(d)$ est donc nulle. Son incertitude, estimée à partir de la distribution des mesures est égale à $1{,}0.\,10^{-4}$.

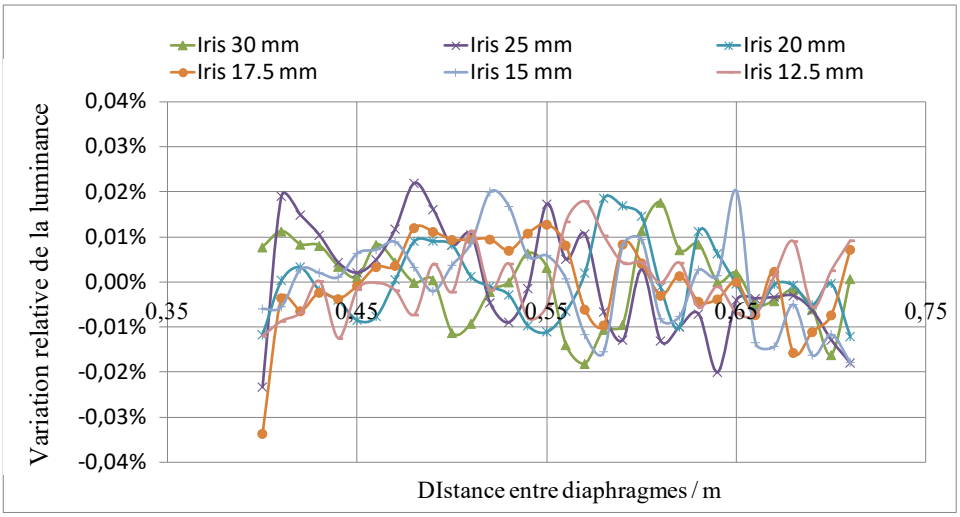


Figure 4.8 : Variation relative de la luminance en fonction de la distance entre les deux diaphragmes. La luminance est indépendante de la distance et de l'ouverture de l'iris. Le flux diffusé est par conséquent inférieur aux variations de luminance.

Cette approche expérimentale de l'estimation de $C_F(d)$ et $C_D(d)$ dans le luminancemètre est très robuste car elle tient compte non seulement la scène thermique vue par le détecteur, donc de la distance *d*, mais également de l'ouverture de l'iris.

4.5. Résultats de mesure – bilan d'incertitudes

4.5.1. Cycle de mesure des PFHT

Chaque mesure de la température thermodynamique des points fixes de Co-C, Pt-C et Re-C est faite simultanément à une mesure de la température thermodynamique du point du cuivre. Ce processus permet de valider *a posteriori* la cohérence du résultat en rapprochant la mesure au point du cuivre avec sa valeur connue $T_{90}(\mathrm{Cu})$ = 1084.62 °C.

La caractérisation du luminancemètre est faite préalablement à la mesure de la température thermodynamique des points fixes car elle nécessite plusieurs mois. Elle comprend la mesure de la surface des diaphragmes, leur alignement, la distance qui les sépare, la sensibilité du détecteur piège, l'étalonnage des convertisseurs courant-tension ainsi que la caractérisation de la lumière parasite et de l'homogénéité de la sphère. Le suivi régulier de ces grandeurs a

confirmé la robustesse mécanique du luminancemètre ainsi que sa stabilité sur une période de trois ans.

D'autres grandeurs doivent être caractérisées dans un laps de temps aussi court que possible car elles sont sujettes aux conditions ambiantes (température, pression, humidité …). Ces grandeurs sont la luminance, la sensibilité spectrale du comparateur de luminances et la mesure des paliers des points fixes. Les mesures de *T* se déroulent donc sur une seule journée suivant le processus décrit dans le tableau 4.1.

Tableau 4.1 : Cycle de mesures de T des PFHT.

Position sphère	Position comparateur	Mesure	n°
Face au détecteur piège	Quelconque	Stabilité du luminancemètre	1
		Luminance de la sphère	2
Face au comparateur	Face à la sphère	Sensibilité spectrale du comparateur	3
		Luminance du comparateur à λ_{eff}	4
Face au piège	Face au cuivre	Stabilité du luminancemètre + palier de congélation Cu	5
	Face au PFHT	Stabilité du luminancemètre + palier de fusion du PFHT	6

Certaines mesures sont encadrées de manière à corriger les dérives linaires des instruments. Le cycle complet est le suivant : 1, 2, 3, 4, 5, 6, 4, 3 et 2. Les états des métaux (solide ou liquide) constituant le point fixe de Cu et le PFHT ainsi que le déclenchement des changements de phase de ces points fixes sont contrôlés à l'aide du pyromètre LP5.

4.5.2. Bilan des incertitudes et corrections

Le tableau 4.2 regroupe les composantes d'incertitudes classées en 3 domaines. Le premier concerne le luminancemètre, le deuxième, le comparateur de luminances et le troisième, les points fixes. La colonne u_{x_i} donne la liste des composantes d'incertitudes telles qu'elles ont été désignées dans le document, la deuxième colonne donne le type de méthode utilisée pour le calcul (A ou B), les quatre colonnes qui suivent donnent respectivement pour chacune des grandeurs, sa valeur numérique, son incertitude absolue, son unité et son incertitude relative. Les quatre dernières colonnes donnent l'incertitude absolue sur la mesure de *T*, des cellules

CuM1, 7Co4, 5Pt2 et 4Re2 correspondant aux point fixes de Cu, Co-C, Pt-C et Re-C respectivement. Les incertitudes sont exprimées en millikelvin. Les lignes "$L_0(\lambda_{laser})$", "Comparateur" et "Point fixe" donnent un calcul intermédiaire correspondant à la somme quadratique des composantes d'incertitudes de chacun des trois domaines. L'incertitude type non élargie ($k = 1$) sur la mesure de la température thermodynamique des points fixes est donnée en dernière ligne.

Tableau 4.2 : Tableau récapitulatif des composantes d'incertitudes des mesures de températures thermodynamiques des points fixes de Cu, Co-C, Pt-C et Re-C exprimées en millikelvins.

u_{x_i}	Type	Valeur	Incertitude	Unité	Incertitude relative	CuM1	7Co4	5Pt2	4Re2
$Sr_1 = \pi r_1^2$	B	50,1840	1,2E-02	mm^2	2,5E-04	26	36	57	106
$Sr_2 = \pi r_2^2$	B	28,2235	8,1E-03	mm^2	2,5E-04	26	36	57	106
d	B	615,521	2,4E-02	mm	3,8E-05	4	5	9	16
S_p	B	0,64507	2,1E-04	$A.W^{-1}$	3,3E-04	34	47	74	138
R_p	B	9,9857	1,4E-03	MΩ	1,4E-04	15	21	33	61
$C_F(d)$	B	0,0000	1,0E-04	$A.W^{-1}m^{-2}$	1,0E-04	10	14	23	42
$C_D(d)$	B	0,0000	1,0E-04	$A.W^{-1}m^{-2}$	1,0E-04	10	14	23	42
C_{inho}	B	1,0000	2,5E-04	$A.W^{-1}m^{-2}$	2,5E-04	26	36	57	106
$L_0(\lambda_{laser})$		**51,7625**	**3,0E-02**	**$A.W^{-1}m^{-2}$**	**5,8E-04**	**60**	**83**	**132**	**246**
λ_{eff}	B	807,789	4,8E-04	nm	6,0E-07	1	1	1	0
$u(T)$	A	1,00873	1,6E-04	V	1,6E-04	17	23	36	68
$d\lambda/dp$	B	13,0629	8,0E-04	nm	6,1E-05	6	6	6	6
R_{comp}	B	99,3531	1,8E-03	MΩ	1,8E-05	2	3		
R_{comp}	B	10,0010	1,4E-03	MΩ	1,4E-04			32	
R_{comp}	B	1,00016	1,4E-04	MΩ	1,4E-04				61
OOB	B				2,0E-04	21	29	45	85
SSE	B				5,0E-05	5	7	11	21
Comparateur						**28**	**38**	**67**	**127**
Répétabilité paliers	A			V		13	25	7	23
POI	A	1,26678		V		3	5	5	10
$\varepsilon_c(Cu)$	B	0,9999	1,0E-04		1,0E-04	10			
$\varepsilon_c(Eutect.)$	B	0,9997	1,0E-04		1,0E-04		14	23	42
Impuretés	B					5	8	15	30
Point fixe						**17**	**30**	**28**	**52**
Incertitude type sur la mesure de *T* /mK (*k* = 1)						**68**	**96**	**151**	**282**

Plusieurs axes d'amélioration sont possibles, tel que le remplacement des diaphragmes pour des diaphragmes à bords épais autorisant une mesure par contact avec une incertitude réduite d'un facteur deux. Le détecteur piège peut aussi profiter d'un raccordement direct au radiomètre cryogénique pour une incertitude réduite d'un tiers. La mesure de l'inhomogénéité de la sphère est limitée par la stabilité insuffisante du détecteur piège. Elle pourrait profiter d'une détection moins bruitée en réduisant la surface des photodiodes ou en les refroidissant. Ces améliorations cumulées permettraient de réduire le budget d'incertitude final de 30 % à 40 %. Elles feront l'objet d'une future mesure de température thermodynamique.

Le tableau 4.3 regroupe les corrections (seules les corrections non nulles sont représentées) de chacun des quatre points fixes mentionnés ci-dessus. Les deux dernières lignes représentent les températures thermodynamiques corrigées, exprimées en kelvin et en degrés Celsius.

Tableau 4.3 : Corrections de lumière hors bande (OOB pour out-of-band transmission), d'effet de taille de source (SSE pour "size of source effect") et de surface des diaphragmes.

Corrections /mK	**CuM1**	**7Co4**	**5Pt2**	**4Re2**
OOB	-69	-73	-101	-181
SSE	-33	-21	-34	-64
$Sr_1 = \pi r_1^2$	48	66	104	195
$Sr_2 = \pi r_2^2$	48	66	104	195
Somme des corrections	-6	38	73	145
Températures corrigées / K	1357,857	1597,358	2011,355	2747,779
Températures corrigées / °C	1084,707	1324,208	1738,205	2474,629

4.5.3. Cellules de référence pour la mesure "définitive" de T

Les températures présentées dans le tableau 4.3 proviennent de mesures d'un lot de cellules unique ayant circulé dans les neuf laboratoires nationaux de métrologie engagés dans la mesure de *T* dans le cadre du WP1 du JRP InK. Le lot de cellules a été constitué en deux étapes dans le cadre du WP2 du CCT-WG5. La première a consisté à faire un appel aux LNM dans le but de collecter des cellules de provenance et de fabrication différentes (métaux, graphite, dessins, méthodes de remplissage …). La seconde a consisté à comparer les cellules, cette fois-ci dans des conditions de répétabilité, puis de les classer par point fixe (Cu, Co-C, Pt-C et Re-C) dans

le but de ne retenir que les meilleures pour la mesure "définitive" de T [62] [63]. La sélection a été faite suivant des critères de qualité tels que la durée des paliers, le domaine de fusion, le niveau de température …

Neuf laboratoires ont été engagés dans la fourniture des points fixes pour un total de 25 cellules soit environ 6 par point fixe. Le LCM a été le seul laboratoire à fournir des cellules pour l'ensemble des quatre points fixes de Cu, Co-C, Pt-C et Re-C. Il a également participé à la sélection définitive en comparant le lot de cellules de Co-C.

La figure 4.9 montre les résultats de la comparaison des cellules de Co-C avant leur circulation. Celle du NMIJ a été choisie comme référence car sa température de fusion s'est révélée la plus élevée. Ce critère de qualité implique toutefois que le domaine de fusion (différence de température entre le début et la fin du palier) soit inférieur à environ 100 mK pour le point de Co-C. Les cellules sélectionnées sont donc celles qui montrent les écarts les plus petits par rapport à la cellule du NMIJ. L'issue de cette comparaison a permis de retenir les cellules produites par quatre LNM pour le point de Co-C (NMIJ, LCM, VNIIOFI et NIM).

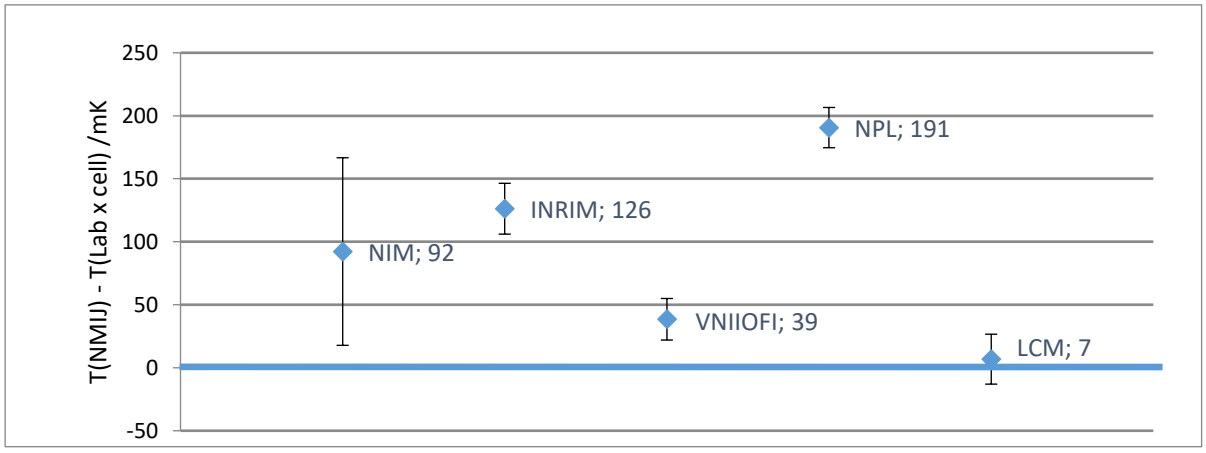


Figure 4.9 : Ecarts de température par rapport à la cellule de Co-C du NMIJ prise comme référence pour sa température de fusion la plus élevée des six cellules comparées.

Les autres points fixes (Cu, Pt-C et Re-C) ont respectivement été comparés et classés par l'INRIM, le NPL et le NIM. Un total de quatre cellules par point fixe a finalement été sélectionné. La totalité des neuf cellules fournies par le LCM a passé le test avec succès.

4.5.4. Mesure de la température thermodynamique des cellules de référence

Les figures 4.10, 4.11, 4.12 et 4.13 montrent pour chacun des quatre points fixes, dont les cellules ont été préalablement sélectionnées, les températures mesurées dans chaque LNM avec leurs incertitudes types respectives [37]. Ces températures ont été mesurées au point de congélation du cuivre et aux points d'inflexions des paliers de fusion des PFHT de Co-C, Pt-C et Re-C. Sur chacune des figures, la ligne horizontale continue représente la température moyenne T_0 estimée à partir de la moyenne des résultats (une moyenne par LNM), pondérée du niveau d'incertitude dans le bilan a été fourni par chaque LNM. L'écart entre les lignes pointillées et continues représente l'incertitude type composée $u(T_0)$ estimée à partir de la dispersion des résultats de mesure et des incertitudes de chaque LNM.

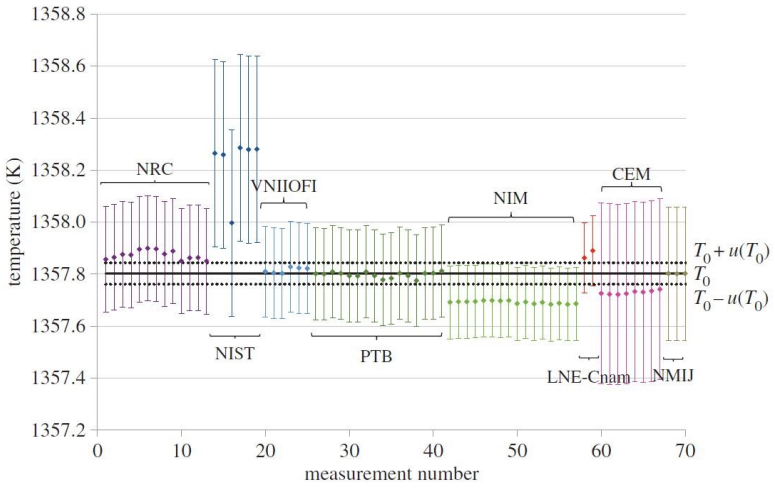


Figure 4.10 : Résultats de mesure de la température thermodynamique au point du cuivre publiés par les LNM engagés dans le WP1 du JRP InK [37].

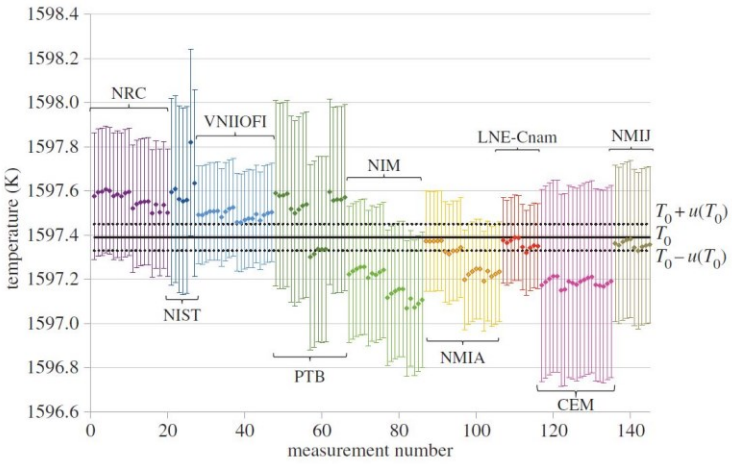


Figure 4.11 : Résultats de mesure de la température thermodynamique au point de Co-C publiés par les LNM engagés dans le WP1 du JRP InK [37].

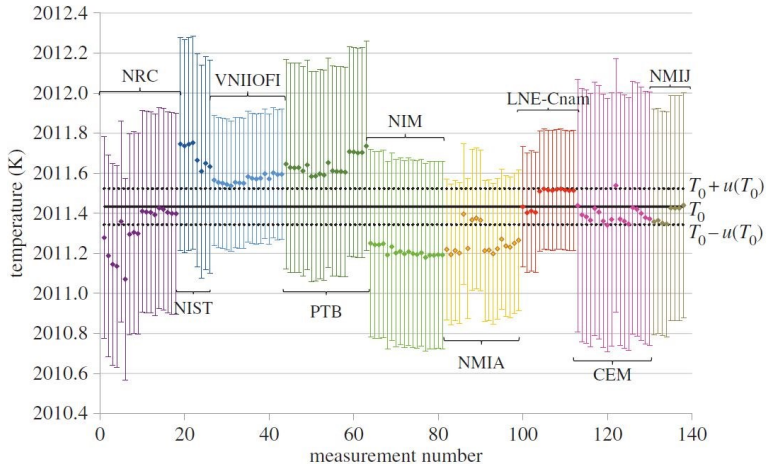


Figure 4.12 : Résultats de mesure de la température thermodynamique au point de Pt-C publiés par les LNM engagés dans le WP1 du JRP InK [37].

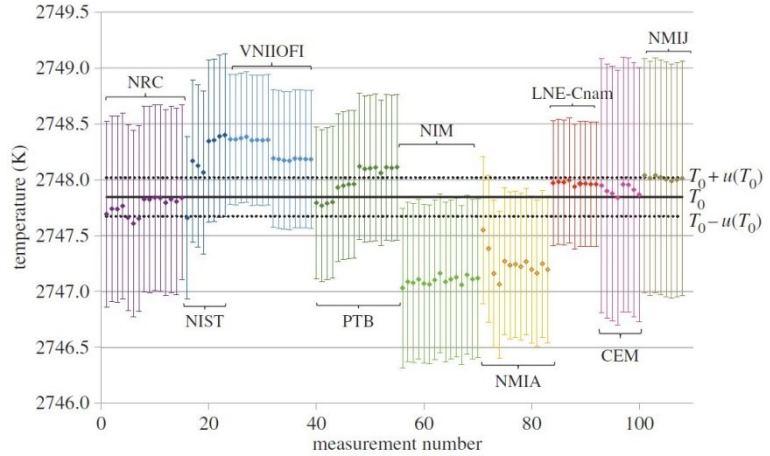


Figure 4.13 : Résultats de mesure de la température thermodynamique au point de Re-C publiés par les LNM engagés dans le WP1 du JRP InK [37].

Le tableau 4.4 regroupe les valeurs des températures T_0 issues des moyennes des différents LNM et leurs incertitudes-types u_T correspondantes. La mesure du point du cuivre par le NIST a été écartée en raison d'un biais évident.

Tableau 4.4 : Températures thermodynamiques provisoires des points fixes de Cu, Co-C, Pt-C et Re-C mesurées aux points d'inflexion des paliers de fusion des eutectiques et au palier de congélation du Cu.

Point fixe	T_0 /K	u_T /K (k=1)
Cu	1357,80	0,04
Co-C	1597,39	0,13
Pt-C	2011,43	0,18
Re-C	2747,84	0,35

4.5.5. Réflexion sur les résultats de la comparaison

Le LCM a été engagé pour la troisième fois depuis 2001 dans une campagne de mesure de la température thermodynamique. Les résultats fournis sont proches des moyennes issues des mesures de l'ensemble des LNM avec un bilan d'incertitudes le plus faible malgré la prise en compte de l'homogénéité spatiale du flux émis par la sphère et des effets de la lumière diffusée dans le luminancemètre.

Les résultats du tableau 4.4 sont issus de huit années de collaboration entre les LNM impliqués dans la mesure de *T*. Ils montrent un niveau d'incertitude qui est pour la première fois comparable aux incertitudes de mesure dans l'EIT-90. Cette amélioration notable vient étayer la mise en pratique du kelvin qui pourra dorénavant être disséminé à partir de PFHT qui porteront directement la température thermodynamique.

Conclusion et perspectives

Les points fixes à haute température construits à base d'alliages de métaux et de carbone ont été développés depuis une quinzaine d'année dans le cadre de divers projets impliquant les principaux laboratoires nationaux de métrologie. Certains de ces points fixes sont aujourd'hui retenus pour être des références thermométriques, notamment les points de Co-C (1324 °C), Pt-C (1738 °C) et Re-C (2474 °C) car ces points fixes se sont avérés reproductibles, stables sur le long terme et robustes. Leurs températures thermodynamiques de changement de phase ont été mesurées avec un niveau d'incertitude comparable à celui de la réalisation de l'EIT-90 soit 130 mK, 180 mK et 350 mK aux points fixes de Co-C, Pt-C et Re-C respectivement [64].

Ces points fixes constituent donc une alternative à l'EIT-90 puisqu'ils permettent d'établir un lien direct à la température thermodynamique. Les LNM ont dorénavant la possibilité de disséminer directement la température thermodynamique à partir d'un artéfact (un PFHT), sans avoir recours à l'EIT-90. Cette nouvelle méthode de mise en pratique de la définition du kelvin pourra être mise en œuvre sur un domaine de températures compris entre 1000 °C et 3000 °C avec un niveau d'incertitude jusqu'ici inégalé, par la suppression d'étapes de raccordement entre LNM et utilisateurs.

Le LCM a été fortement impliqué dans ces travaux en participant à la majorité des projets, depuis la conception des PFHT jusqu'à la mesure de leur température thermodynamique *T*. Le laboratoire justifie de la meilleure incertitude sur la mesure de *T* parmi les neuf LNM engagés dans le projet européen InK. Il est aujourd'hui l'un des LNM les plus reconnus pour la mesure de la température thermodynamique par voie radiométrique ainsi que pour la fabrication et la mise en œuvre des points fixes à haute température.

Le travail décrit ici a contribué de façon déterminante à ouvrir la voie à des développements nouveaux dans le domaine de l'infrarouge (~1,5 µm). Le projet InK-2 lancé en 2016 vient compléter le projet InK en capitalisant sur les résultats récents avec pour objectif une mesure de $T - T_{90}$ sur un domaine de températures compris entre 232 °C à 1085 °C avec une incertitude cible de 5 mK.

Bibliographie

[1] Comptes rendus de la 9e CGPM (1948), **55** (1949).

[2] Comptes rendus de la 10e CGPM (1954), 80 (1956).

[3] H. W. Yoon, D. W. Allen, C. E. Gibson, M. Litorja, R. D. Saunders, S. W. Brown, G. P. Eppeldauer, and K. R. Lykke “Thermodynamic-temperature determinations of the Ag and Au freezing temperatures using a detector-based radiation thermometer” Applied Optics 46, 2870-2880 (2007).

[4] S. Briaudeau, M. Sadli, F. Bourson, B. Rougie, A. Rihan and J.-J. Zondy, “Primary radiometry for the mise-en-pratique: The Laser-based radiance method applied to a pyrometer” Int. J. Thermophys. 32, 2183-2196 (2011).

[5] Comptes rendus de la 13e CGPM (1967/68) Metrologia 4, 41-45 (1968).

[6] H. Preston-Thomas "The international temperature scale of 1990 (ITS-90)" Metrologia 27, 3-10 (1990).

[7] BIPM. CCT publications and bibliography. Guide to the realization of the PLTS-2000.

[8] L. Rusby, R. P. Hudson, M. Durieux, J. F. Schooley, P. P. M. Steur and C. A. Swenson, "Thermodynamic basis of the ITS-90" Metrologia 28-1, 9-18 (1991).

[9] T. Quinn "News from the BIPM" Metrologia 34, 187-194 (1997).

[10] P. Saunders "Uncertainties in the realization of thermodynamic temperature above the silver point" Int. J. Thermophys. 32, 26–44 (2011).

[11] Comptes rendus de la 19e CGPM (1991), 1992, 97.

[12] J. Fischer, M. de Podesta, K. D. Hill, M. Moldover, L. Pitre, R. Rusby, P. Steur, O. Tamura, R. White and L.Wolber “Present estimates of the differences between thermodynamic temperatures and the ITS-90” Int. J. Thermophys. 32, 12–25 (2011).

[13] R. E. Edsinger and J. F. Schooley “Differences between thermodynamic temperature and t (IPTS-68) in the range 230 °C to 660 °C” Metrologia 26, 95-106 (1989).

[14] S. P. Benz et al. “An electronic measurement of the Boltzmann constant” Metrologia 48, 142–153 (2011).

[15] M. R. Moldover, R. M. Gavioso, J. B. Mehl, L. Pitre and M. de Podesta “Acoustic gas thermometry" Metrologia 51, 1-19 (2014).

[16] L. Pitre, L. Risegari, F. Sparasci, M. D. Plimmer, M. E. Himbert and P. A. Giuliano Albo “Determination of the Boltzmann constant k from the speed of sound in helium gas at the triple point ” Metrologia 52-5, 263-273 (2015).

[17] C. Gaiser, T. Zandt and B. Fellmuth "Dielectric-constant gas thermometry”, Metrologia 52, 217-226 (2015).

[18] C. Gaiser, T. Zandt, B. Fellmuth, J. Fischer, O. Jusko and W. Sabuga “Improved determination of the Boltzmann constant by dielectric-constant gas thermometry” Metrologia 50, 7–11 (2013).

[19] G.-W. Truong, E. F. May, T. M. Stace, and A. N. Luiten “Quantitative atomic spectroscopy for primary thermometry”, Phys. Rev. A 83, 033805 (2011).

[20] A. Castrillo, L. Moretti, E. Fasci, M.D. De Vizia, G. Casa and L. Gianfrani “The Boltzmann constant from the shape of a molecular spectral line" Journal of Molecular Spectroscopy 300, 131–138 (2014).

[21] R.E. Bedford, G. Bonnier, H. Maas and F. Pavese "Recommended values of temperature for a selected set of secondary reference points" Metrologia 20, 145-155 (1984).

[22] R.E. Bedford, G.Bonnier, H. Maas and F. Pavese "Recommended values of temperature for a selected set of secondary reference points" Metrologia 33, 133-154 (1996).

[23] Y. Yamada, H. Sakate, F. Sakuma and A. Ono "A possibility of practical high temperature fixed points above the copper point" Proc. of TEMPMEKO ‘99, 7th Int. Symp. on Temp. and Thermal Meas. in Industry and Science, 535-540 (1999).

[24] M. Sadli, G. Machin, D. Lowe, J. Hartmann and R. Morice “Realisation and comparison of metal–carbon eutectic points for radiation thermometry applications and W–Re thermocouple calibration”, 8th Int. Symp. On Temperature and Thermal Measurements in Industry 507-512 (2001).

[25] G. Machin, G. Beynon, F. Edler, S. Fourrez, J. Hartmann, D. Lowe, R. Morice, M. Sadl and M. Villamanan, In TMCSI Vol.7 ed. D.C. Ripple, AIP Conference Proceedings 285-290 (2003).

[26] G. Machin, P. Bloembergen, J. Hartmann, M. Sadli and Y. Yamada "A concerted international project to establish high-temperature fixed points for primary thermometry" Int. J. Thermophys. 28, 1976–1982 (2007).

[27] E. R. Woolliams, G. Machin, D. H. Lowe and R. Winkler "Metal (carbide)-carbon eutectics for thermometry and radiometry: a review of the first seven years" Metrologia 43, 11-25 (2006).

[28] F. Bourson, S. Briaudeau, B. Rougié and M.Sadli "Developments around the Co-C eutectic point at LNE-INM/Cnam" Acta Metrologica Sinica 29, 4A (2008).

[29] M. S. Matveyev, M. Sadli, A. Sild Yu, A. I. Pokhodun and F. Bourson “Experience of construction and study of Pt-C eutectic in VNIIM and cooperation with LNE-INM” Int. J. Thermophys. 30, 47-58 (2009).

[30] B. Khlevnoy, M. Sakharov, S. Ogarev, V. Sapritsky, Y. Yamada, et al. "Investigation of furnace uniformity and its effect on high-temperature fixed-point performance" Int. J. of Thermophys. 29, 271-284 (2008).

[31] M. Sadli, F. Bourson, M. Fanjeaux, S. Briaudeau, B. Rougié and G. Bonnier “Study of metal-carbon eutectic points: from construction to temperature determination” Proceedings Tempmeko 2004 Cavtat Croatie 1, 611-616 (2004).

[32] M. Sadli, K. Anhalt, F. Bourson, S. Schiller and J. Hartmann “Thermal effects in HTBB-3200pg furnace on metal- carbon eutectic point implementation” Int. J. Thermophys. 30, 69-76 (2009).

[33] M. Sadli, Y. Yamada, T. Wang, H.W. Yoon, P. Bloembergen and G. Machin "Stability and robustness tests on Co-C, Pt-C and Re-C cells: the first results" Acta Metrologica Sinica 29, 4A (2008).

[34] M. Sadli, P. Bloembergen,B. Khlevnoy, T. J. Wang, Y. Yamada et al. "An international study of the long-term stability of metal-carbon eutectic cells" Int. J. Thermophys. 32, 1786-1799 (2011).

[35] G. Machin, K. Anhalt, P. Bloembergen, M. Sadli, Y. Yamada et al. "Progress Report for the CCT-WG5 high temperature fixed point research plan" Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry 8, 1552, 317-322 (2013).

[36] J. Fischer et al "Uncertainty budgets for realization of ITS-90 by radiation thermometry" AIP Conference Proceedinds 684, 631-640 (2003) doi: http://dx.doi.org/10.1063/1.1627198.

[37] E.R. Wooliams et al "Thermodynamic temperature assignment to the point of inflection of the melting curve of high-temperature fixed points" Phil. Trans. R. Soc. A 374-2064 (2016) doi: 10.1098/rsta.2015.0044.

[38] G. Machin, P. Bloembergen, K. Anhalt, J. Hartmann, M. Sadli, et al. "Practical implementation of the mise en pratique for the definition of the kelvin above the silver point" Int. J. Thermophys. 31, 1779-1788 (2010).

[39] Y. Yamada, K. Anhalt, M. Battuello, P. Bloembergen, B. Khlevnoy et al. "Evaluation and selection of high-temperature fixed-point cells for thermodynamic temperature assignment" Int. J. Thermophys. 36, 1834-1847 (2015).

[40] F. Bourson, M. Sadli, S Briaudeau et B. Rougié "Développement et caractérisation du point fixe à haute température chrome-carbone" Revue Française de Métrologie 39, 35-42 (2015).

[41] B. Khlevnoy and I. Grigoryeva "Long-term stability of WC-C peritectic fixed point" Int. J. Thermophys. 36, 367-373 (2015).

[42] F. Bourson, M. Sadli, B. Rougié and S. Briaudeau "Realisation of high-temperature fixed point cells at LNE-Cnam: a review of 15 years of development" soumis à Int. J. Thermophys. sept 2017.

[43] B. Khlevnoy, M. Sakharov, S. Ogarev, V. Sapritsky, Y. Yamada and K. Anhalt "Investigation of furnace uniformity and its effect on high-temperature fixed-point performance" Int. J. Thermophys. 29, 271-284 (2008).

[44] P. Castro, G. Machin, M.A. Villamañan and D. Lowe "Calculation of the temperature drop for high temperature fixed points for different furnace conditions" Int. J. Thermophys. 32, 1773–1785 (2011) doi:10.1007/s10765-011-1019-6.

[45] Y. Yamada, N. Sasajim, H. Gomi, T. Sugai "High-temperature furnace systems for realizing metal-carbon eutectic fixed points" AIP Conf. Proc. 684, 985–990 (2003) doi: http://dx.doi.org/10.1063/1.1627257.

[46] M. Sadli, K. Anhalt, F. Bourson, S. Schiller and J. Hartmann "Thermal effects in HTBB-3200pg furnace on metal-carbon eutectic point implementation" Int. J. Thermophys. 30, 69-76 (2009).

[47] S. G. R. Salim, E.R. Woolliams, M. Dury, D. H. Lowe and J. V. Pearce. "Furnace uniformity effects on Re-C fixed-point melting plateau" Metrologia 46, 33–42 (2009).

[48] F. Bourson, S. Briaudeau, B. Rougié. M. Sadli "Determination of the furnace effect of two high-temperature furnaces on metal-carbon eutectic points", Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry, AIP Conf. Proc. 8-1552, 380-385 (2013) http://dx.doi.org/10.1063/1.4821389.

[49] F. Bourson, M. Fanjeaux, B. Rougié et M. Sadli "Caractérisation et étalonnage d'un pyromètre de référence pour la mesure des hautes températures" Revue Française de Métrologie 6, 3-8 (2006).

[50] F. Bourson, S. Briaudeau, O. Koslova, B. Rougié, M. Sadli, S.R. Salim "Characterisation of the spectroradiometer used at LNE-Cnam to perform thermodynamic temperature and ITS-90 measurements" en cours de rédaction pour la revue Metrologia.

[51] S. Briaudeau, B. Rougié, M. Sadli, A. Richard and J. M. Coutin "Optical diffraction corrections in radiometric" Int. J. Thermopys. 30, 155-166 (2009).

[52] F Sakuma, S Hattori "Establishing a practical temperature standard by using a narrow-band radiation thermometer with a silicon detector" in Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry 5, 421-427 (1982).

[53] Y. Yamada, H. Sakate, F. Sakuma and A. Ono "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, 207–209 (2009).

[54] M. Sadli, O. Pehlivan, F. Bourson, A. Diril and K. Ozcan "Collaboration between UME and LNE-INM on Co-C eutectic fixed point construction and characterization" Int. J. Thermophys. 30, 36-46 (2009).

[55] M. Battuello, M. Florio, M. Sadli and F. Bourson "Investigations on two Co–C fixed-point cells prepared at INRIM and LNE-Cnam" Int. J. Thermophys. 32, 1732–1743 (2011).

[56] M. S. Matveyev, M. Sadli, Yu. A. Sild, A. I. Pokhodun and F. Bourson "Experience of construction and study of Pt–C eutectic in VNIIM and cooperation with LNE-INM" Int. J. Thermophys. 30, 47–58 (2009).

[57] M. Sadli, Y. Yamada, T. Wang, H. W. Yoon, P. Bloembergen and G. Machin "Stability and robustness tests on Co−C, Pt−C and Re−C cells: the first results" Acta Metrol. Sin. 29, 59–64 (2008).

[58] S. Briaudeau, M. Sadli, F. Bourson, B. Rougie, A. Rihan and J.J. Zondy "Primary radiometry for the mise-en-pratique: the laser-based radiance method applied to a pyrometer" Int. J. Thermophys. 32, 2183–2196 (2011).

[59] S. Briaudeau, B. Rougie, F. Fanjeaux, M. Sadli, G. Bonnier, A. Richard, J. M. Coutin and J. Bastie "Thermodynamic temperature determination in high temperature range at BNM-INM" In 9th Int. Symp. on Temperature and Thermal Measurements in Industry and Science. Cavtat Dubrovnik Croatia. 1, 119-125 (2004).

[60] A. Razet and J. Bastie "Uncertainty evaluation in non-contact aperture area measurements" Metrologia 43, 361-366 (2006) doi:10.1088/0026-1394/43/5/004.

[61] M. Litorja, J. Fowler, J. Hartmann, N. Fox, M. Stock, A. Razet and B. Khlevnoy "Final report on the CCPR-S2 supplementary comparison of area measurements of apertures for radiometry" Metrologia Tech. Suppl. 44, 02002 (2007).

[62] Y. Yamada et al. "Evaluation and selection of high-temperature fixed-point cells forthermodynamic temperature assignment" Int. J. Thermophys. 36, 1–14 (2015) doi:10.1007/s10765-015-1860-0.

[63] Y. Yamada, K. Anhalt, M. Battuello, P. Bloembergen, B. Khlevnoy, G. Machin, M. Matveyev, M. Sadli and T. Wang "Construction of high-temperature fixed-point cells for thermodynamic temperature assignment" AIP Conf. Proc" 1552, 335–339 (2013).

[64] G. Machin, J. Engert, R.M. Gavioso, M. Sadli and E. Woolliams "Summary of achievements of the european metrology research programme project ‘‘Implementing the new Kelvin" Measurement 94, 149-156 (2016) http://dx.doi.org/10.1016/j.measurement.2016.07.069.

Frédéric BOURSON

Dissémination de la température thermodynamique par des points fixes à haute température : vers une nouvelle mise en pratique du kelvin

Résumé

Les recherches consacrées aux points fixes à haute température (PFHT) ont été intensifiées depuis 1996, suite à une recommandation du Comité Consultatif de Thermométrie de développer des références au-delà de 2000 °C. Les Laboratoires Nationaux de Métrologie se sont alors engagés dans le developpement de PFHT construits à partir d'alliages de métal et de carbone. Ces points fixes ont montré des transitions de phase à des températures reproductibles indépendamment de la proportion de carbone dans le métal.

Les projets internationaux qui ont suivis les premiers developpements ont permis d'accroitre la robustesse et la stabilité à long terme des points fixes et ont mis en évidence l'importance des conditions thermiques de mise en œuvre. Aujourd'hui ces points fixes montrent une reproductibilité de l'ordre de 0.1 °C et sont en voie de renforcer l'exactitude des mesures pyrométriques aux plus hautes températures, jusqu'ici limitée par l'incertitude d'extrapolation dans l'Echelle Internationale de Température (EIT-90).

Un projet de mesure par voie radiométrique de la température thermodynamique des PFHT les plus étudiés a été récemment mené. Les résulats de ces mesures absolues permettent aujourd'hui d'aborder la future mise-en-pratique du kelvin à haute température, par des méthodes de dissémination directe de la température thermodynamique sans recours à l'EIT-90. Ce document décrit les principales étapes depuis la conception de ces nouvelles références, jusqu'à la mesure de leur température thermodynamique.

Mots clés : température thermodynamique, kelvin, dissémination, thermométrie.

Résumé en anglais

Research dedicated to high-temperature-fixed-points (HTFPs) have been intensified since 1996, further to a recommendation of the Consultative Committee for Thermometry to develop references above 2000 °C. National Laboratories of Metrology envolved in the development of HTFPs based on metal-carbon alloys. These fixed points showed phase transitions at reproducible temperatures independently to the proportion of carbon in the metal.

The international projects that followed the first developments allowed increasing the robustness and the long-term stability of the fixed points and highlighted the importance of the thermal conditions of implementation. Today these fixed points show a reproducibility of about 0.1 °C and are on the way to strengthen the accuracy of radiation thermometry measurements at high temperatures, up to now, limited by the uncertainty of the International Temperature Scale (ITS-90).

A project to measure the thermodynamic temperature of the most studied HTFPs by a radiometric method was recently led. Results of this absolute measurement is a step towards the future *mise en pratique of the kelvin* at high temperature, by a direct dissemination of the thermodynamic temperature without any link to the ITS-90. This document describes the main steps from the conception of these new references, up to the measurement of their thermodynamic temperature.

Key words: thermodynamic temperature, kelvin, dissemination, thermometry.